

4 1 3 4 1 7



P.- 53.583

EC/MV/4378/1549

O.E. 1142/73

Int. Cl.: BOLD

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de ANTONIO DOMINGOS FILIPE

de nacionalidad portuguesa

residente en Avenida Almirante Gago Coutinho, 3-3^ª,
Lisboa, Portugal.

por: "UN PROCEDIMIENTO DE LIOFILIZACION ACELERADA"

(Clase Internacional BOLD)

413417

24



La presente invención tiene por objeto una nueva técnica de liofilización acelerada que comprende el calentamiento del material a liofilizar por pérdidas dieléctricas y por rayos infrarrojos de manera que se mantengan iguales las temperaturas de la superficie exterior y del interior del material a liofilizar. Con el procedimiento de la presente invención se consiguen ciclos de liofilización de muy pequeña duración respecto a la que se consigue con las técnicas hasta ahora aplicadas y conocidas.

Como es sabido, la liofilización es un procedimiento de deshidratación por sublimación.

El procedimiento usual de liofilización comprende las fases siguientes:

- a) el material a deshidratar se congela, dependiendo del tipo de material la temperatura y la velocidad de congelación;
- b) el material congelado se coloca en una cámara en la que se produce el vacío, dependiendo también el grado de vacío de la naturaleza del material;
- c) durante la sublimación (paso directo del agua libre del material desde el estado sólido al estado gaseoso) se hace necesario suministrar energía a las moléculas de agua, pero sin fundir el material congelado; en la segunda fase de deshidratación, esto es, des-

413417



pués de retirada por sublimación la mayor parte del agua libre, se retira el agua restante (agua de constitución) por evaporación;

5 d) el agua que se libera durante la deshidratación se fija en un condensador que tiene una superficie fría (por bajo de -40°C) cuya dimensión depende de la cantidad de agua a fijar;

10 e) el material, después de deshidratado, se encierra en un envase o embalaje estanco, en el cual previamente se establece una atmósfera inerte o se hace el vacío.

15 El procedimiento de liofilización acelerada conforme al presente invento difiere de los procedimientos usuales arriba descritos por usarse simultáneamente fuentes distintas para el suministro de energía a las moléculas de agua, durante la sublimación y la evaporación.

20 El calentamiento del material a liofilizar se efectúa por medio de rayos infrarrojos, en pequeña parte por conducción y convección, y por pérdidas dieléctricas.

25 Al cabo de algunos minutos, el material sometido a liofilización, debido a la sublimación inmediatamente iniciada por encontrarse en el vacío, presenta ya una zona superficial seca, pero contiene en el inte



rior toda o casi toda el agua que antes poseía. Para que la sublimación no se detenga, se hace necesario calentar el material; pero la temperatura en el interior es siempre más baja que la temperatura superficial a consecuencia de las dificultades de transmisión de energía de fuera para adentro, dificultades que crecen a medida que aumenta el espesor de la capa seca. Como el calentamiento de la superficie del material que se está liofilizando tiene unos límites, impuestos por su propia naturaleza, la energía de las moléculas de agua del interior se halla siempre por bajo de los niveles óptimos para la sublimación, de lo cual resulta un retraso o demora en la deshidratación.

Un calentamiento exclusivamente por radiocfrecuencia fue ya propuesto y descrito por Copson y sus colaboradores en 1957, habiéndose conseguido una operación de liofilización de muy breve duración.

Sin embargo, la realización práctica de esta técnica presentó siempre grandes dificultades, dado que para calentar algunos centenares de kilogramos de material a liofilizar son necesarias muy grandes potencias, las cuales obligan a trabajar con tensiones muy elevadas, presentándose el riesgo, debido a que se opera con presiones bajas, de que haya descargas entre los electrodos con la consiguiente carbonización

413417



de material, lo cual se produce con mucha frecuencia.

Además de otros inconvenientes, entre los cuales está el elevado coste de instalación, el fenómeno descrito impidió la realización práctica de tal procedimiento.

5

De acuerdo con la presente invención, el comienzo de la liofilización es enteramente usual, y sólo al cabo de algunos minutos, cuando se establece la diferencia máxima entre las temperaturas de la superficie y del interior del material, es cuando se inicia el calentamiento por pérdidas dieléctricas, con el objeto de elevar la temperatura del interior del material al nivel de la temperatura de la superficie, dado que la energía del campo de radiofrecuencia se transforma en gran parte por pérdidas dieléctricas, en energía térmica en el interior del material, esto es, donde haya agua.

10

15

A partir de ese momento y hasta el fin de la liofilización, de acuerdo con el presente procedimiento, el material se sigue calentando simultáneamente por rayos infrarrojos y por el campo de radiofrecuencia, manteniéndose siempre iguales las temperaturas de la superficie y del interior.

20

El doble calentamiento descrito, que tiene por objeto mantener al mismo nivel las dos temperatu-

25

413417



5 ras mencionadas, no ha sido hasta ahora descrito y utilizado en los métodos de liofilización y hace innecesaria la utilización de generadores de radiofrecuencia de gran potencia, reduciéndose así las tensiones aplicadas a los electrodos y los riesgos de descargas con la consiguiente quema o carbonización del material que se está liofilizando, y disminuyendo considerablemente los costes de instalación.

10 De acuerdo con los fundamentos de la presente invención, la potencia del generador de radiofrecuencia se calcula de la manera expuesta a continuación:

15 Como se sabe, la potencia necesaria para producir en una masa de m gramos un aumento de temperatura Δt (en grados centígrados), en el tiempo t' , viene dado por la expresión:

$$P_1 = 4,2 C_e \Delta t m / t'$$

siendo C_e la capacidad calorífica específica, y t' el número de segundos de calentamiento.

20 Como la transformación de la energía eléctrica en calor, en campos de radiofrecuencia, se efectúa con un rendimiento de 60% a 70%, el valor de la potencia P_2 del generador de campo de radiofrecuencia deberá estar comprendido entre $P_1 \cdot 100/70$ y $P_1 \cdot 100/60$.

25 Por otro lado, la fórmula que expresa el ca-



lentamiento en un campo de radiofrecuencia de un dieléctrico homogéneo que llene por completo el espacio comprendido entre los electrodos separados por una distancia d , expresada en centímetros, es:

$$5 \quad P_2 = 0,566 E_d^2 V f \xi$$

donde E_d = gradiente de la tensión

f = frecuencia

V = volumen del material a calentar

10 ξ = factor de pérdidas, igual al producto del factor de potencia por la constante dieléctrica.

Como generadores de energía de radiofrecuencia pueden utilizarse, de acuerdo con la presente invención:

- 15
- a) Generadores de válvulas termoiónicas
 - b) Generadores de magnetrón
 - c) Generadores de Klystron
 - d) Generadores de Amplitron

20 con arreglo a las potencias requeridas en función de la cantidad de material a calentar.

25 Cuando se necesitan potencias más elevadas, resulta más práctico y más económico asociar varios generadores pequeños, lo que permite una ganancia en uniformidad del campo de microondas, una menor inversión en piezas de repuesto, y evita una parada total de

413417

24



la instalación en caso de avería de un generador, lo que es muy importante.

5 El generador que se considera de más fácil aplicación, de acuerdo con el presente invento, es el de montaje en Π (en "pi") pudiendo no obstante prever
se, como alternativa, un montaje en circuito "tanque" o antirresonante, obedeciendo la disposición y conexión de los electrodos en la cámara de liofilización al es-
10 quema representado en la fig. 1 de los adjuntos dibujos.

Como puede apreciarse, es posible usar un solo generador A o dos generadores B, colocando las bandejas 1 y 2 conectadas a un generador y las bandejas 3 y 4 conectadas al otro generador, y teniendo no
15 obstante el cuidado de que, al efectuarse el arranque simultáneo de los dos generadores, los osciladores estén en oposición de fase y oscilen rigurosamente en la misma frecuencia.

20 De acuerdo con la presente invención, el mismo principio puede ser establecido para cámaras que tengan un mayor número de bandejas.

25 Las gamas de frecuencia a utilizar en el procedimiento descrito son las definidas por la Comisión Federal de Comunicaciones (F.C.C.), siendo seleccionadas para el procedimiento las que la experiencia ha

413417



revelado como más fáciles de utilizar, de mayor rendimiento térmico y de más fácil ionización de la atmósfera residual.

5 El grado de vacío utilizado en la cámara de liofilización para la ejecución del procedimiento, depende de los materiales a liofilizar y en especial de las propiedades organolépticas que se deseen conservar, y de la frecuencia e intensidad del campo de radiofrecuencia, con el objeto de provocar la ionización y/o

10 la polarización de las moléculas de la atmósfera residual, incluyendo en ésta el agua sublimada o evaporada. De manera general, los valores de vacío utilizados están siempre comprendidos entre 10 y 1000 micras de columna de mercurio.

15 La ionización y/o la polarización de las moléculas de agua liberadas del material se utilice con el fin de orientar la dislocación y aumentar la velocidad de las moléculas que se dirigen hacia la superficie de condensación y la cantidad de agua fijada.

20 Con el fin de aumentar la fijación de las moléculas de agua ionizadas y polarizadas en la superficie fría, se usan, de acuerdo con la presente invención, unos condensadores constituidos por dos secciones, de una a otra de las cuales pasa el fluido frigorígeno a través de un tubo aislante del calor y de la

25



electricidad y calentado en la superficie, conectado a una fuente de 2 a 5 voltios por una resistencia eléctrica. De este modo no se fijan sobre el tubo las moléculas de agua.

5 Las secciones del condensador están conectadas una al polo positivo y otra al polo negativo de un generador de corriente continua, que es el mismo que alimenta al oscilador de alta frecuencia, de manera que se establezcan campos electrostáticos en torno al
10 condensador.

En instalaciones de tipo industrial pueden usarse dos condensadores que trabajen de modo alterno.

15 Mientras uno fija el agua, el otro se dedica a descongelar, como sucede en muchas instalaciones de liofilización ya existentes; pero para obtener una descongelación rápida en el procedimiento de acuerdo con la presente invención, el calentamiento del condensador no se realiza por los procedimientos usuales,
20 sino por inducción, utilizándose como fuente de energía de la que se emplea para calentar el material a liofilizar, por pérdidas dieléctricas.

A tal efecto, el terminal aislado del generador de alta frecuencia montado en Γ se conecta, en
25 el momento oportuno, a un cable que acompaña interior-

24



413417

5 mente al serpentín del condensador, para así obtener un calentamiento inductivo en las dos secciones del condensador, que en este momento están desconectadas de la fuente de alimentación continua y conectadas a tierra.

10 Con el fin de controlar el calentamiento del material sometido a liofilización se prevé, de acuerdo con el presente invento, un sistema cibernético por retroacción, basado en las variaciones de la constante dieléctrica del material, que tienen lugar cuando el hielo cambia de temperatura y se aproxima al punto de fusión, y con la disminución de la cantidad de agua en el material. Por encima y por debajo de unos valores determinados de la constante dieléctrica, según el material que se esté secando, se interrumpe el calentamiento por pérdidas dieléctricas y, cuando se alcanza el valor más alto, también el calentamiento por rayos infrarrojos.

20 A continuación se presentan algunos ejemplos de utilización del procedimiento de liofilización con arreglo al presente invento, haciéndose referencia a cuatro productos seleccionados de entre un elevado número de ensayos efectuados por el solicitante y que se consideran suficientemente significativos.

25

413417



Ejemplo:

Se liofilizaron los siguientes productos:

1º - Guisantes, con un ciclo de liofilización de una duración de 22 minutos y con las características indicadas en el gráfico de la fig. 2.

2º - Mosto de cerveza, con una duración del ciclo de liofilización de 30 minutos, con las características indicadas en el gráfico de la fig. 3.

3º - Extracto de café al 25%, con un ciclo de liofilización de 30 minutos y con las características indicadas en el gráfico de la fig. 4.

4º - Concentrado de zumo de tomate al 22%, con un ciclo de liofilización de 37 minutos y con las características indicadas en el gráfico de la fig. 5.

Nota.- En todos estos casos, las cargas iniciales fueron de 10 kg/m².

En otra serie de ensayos se comprobó que, con el procedimiento de la presente invención, el aumento del grosor de la capa de material no provoca un aumento del tiempo de liofilización en relación con el cuadrado del espesor de la capa, como sucede en los métodos usuales, pero sí un aumento de 1,5 cuando se utilizó una capa de un espesor doble del de la utilizada en las condiciones habituales, esto es, de 10 kg/m².

413417



La presente solicitud, que corresponde a la Presentada en Portugal, el 17 de Mayo de 1972, bajo el Nº 57.824, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1ª.- Un procedimiento de liofilización acelerada, caracterizado por el hecho de efectuarse la liofilización mediante el uso simultáneo de distintas fuentes de energía para el suministro de energía a las moléculas de agua durante la sublimación y la evaporación, efectuándose el calentamiento inicial del material a liofilizar por medio de rayos infrarrojos, ini-

11-4-73

- 13 -

413417

24



ciándose al cabo de un tiempo variable con las condiciones operativas y la naturaleza del material y, en general, cuando se establece una diferencia máxima entre las temperaturas de la superficie y del interior del material sometido a liofilización, un calentamiento por energía de radiofrecuencia, la cual sólo se transforma en energía térmica, por pérdidas dieléctricas, en el interior del material.

2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que, hasta el final de la liofilización, el material sigue siendo calentado simultáneamente por rayos infrarrojos y por el campo de radiofrecuencia, de manera que se mantengan siempre iguales las temperaturas de la superficie y del interior del material sometido a liofilización.

3ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por utilizarse como generadores de energía de radiofrecuencia, para la aplicación del calentamiento por pérdidas dieléctricas, generadores de válvulas termiónicas, generadores de magnetrón, generadores de Klystron o generadores de Amplitron, asociándose varios generadores de menor potencia cuando sean necesarias potencias más elevadas, conectándose cada uno de los generadores a unos conjuntos de bandejas de la cámara de liofilización.

413417

24



4ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el grado de vacío a utilizar en la cámara de liofilización es variable con arreglo al tipo de materiales a liofilizar, con las propiedades organolépticas que se deseen mantener en el material, y con la frecuencia e intensidad del campo de radiofrecuencia, oscilando los valores de vacío entre 10 y 1000 micras de columna de mercurio.

5ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de efectuarse la ionización y/o la polarización de las moléculas de agua liberadas del material, para orientar la dislocación y aumentar la velocidad de las moléculas que se dirigen hacia la superficie de condensación y la cantidad de agua fijada, utilizándose para la fijación de las moléculas de agua ionizadas unos condensadores constituidos por dos secciones, de una a otra de las cuales pasa el fluido frigorígeno a través de un tubo aislante del calor y de la electricidad y calentado en la superficie por un medio usual.

6ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por estar las secciones del condensador conectadas a los polos de un generador de corriente continua, que podrá ser el mismo que alimen-

413417



ta al oscilador de alta frecuencia, de modo que se establezcan campos electrostáticos en torno al condensador.

5 7ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de utilizarse dos condensadores de funcionamiento alterno, efectuándose por inducción el calentamiento de los condensadores a los efectos de una descongelación rápida, utilizándose como fuente de energía la que se usa para calen-
10 tar el material a liofilizar, por pérdidas dieléctricas.

15 8ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de efectuarse el control del calentamiento del material sometido a liofilización por medio de un sistema cibernético por retroacción, basado en las variaciones de la constante dieléctrica del material, que se producen cuando el hie-
20 lo cambia de temperatura y se aproxima al punto de fusión, y con la disminución de la cantidad de agua del material.

25 9ª.- El procedimiento de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que, por encima y por debajo de unos valores determinados de la constante dieléctrica, se interrumpe el calentamiento por pérdidas dieléctricas y, al llegarse al valor más

413417



alto, también el calentamiento por rayos infrarrojos.

10ª.- Un procedimiento de liofilización acelerada.

5 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.

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

Madrid, 24 FEB. 1973
P.A.

Alberto de...
Per Fed...

11-4-73
JAR.

413417

413417



24

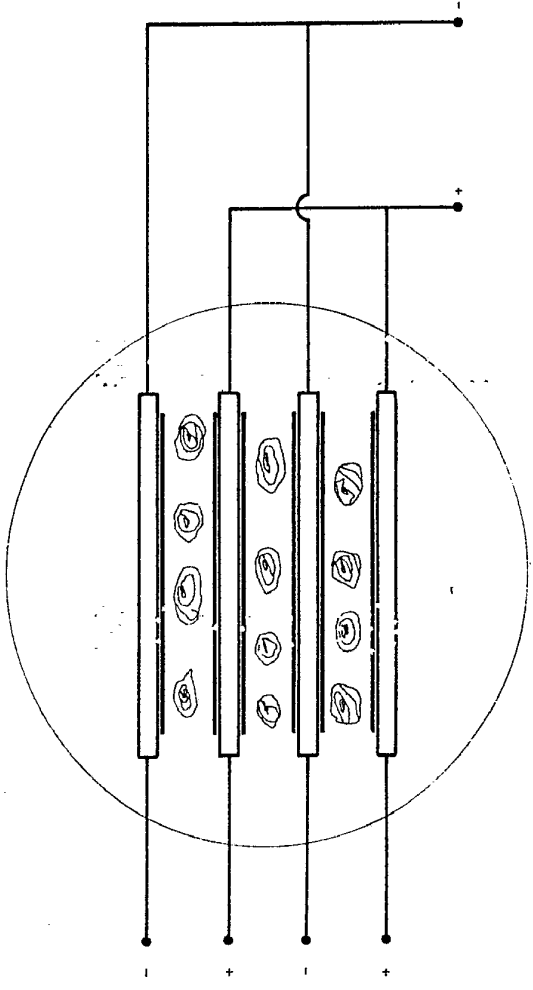


FIG.1

Handwritten signature or initials in the bottom right corner.

413417

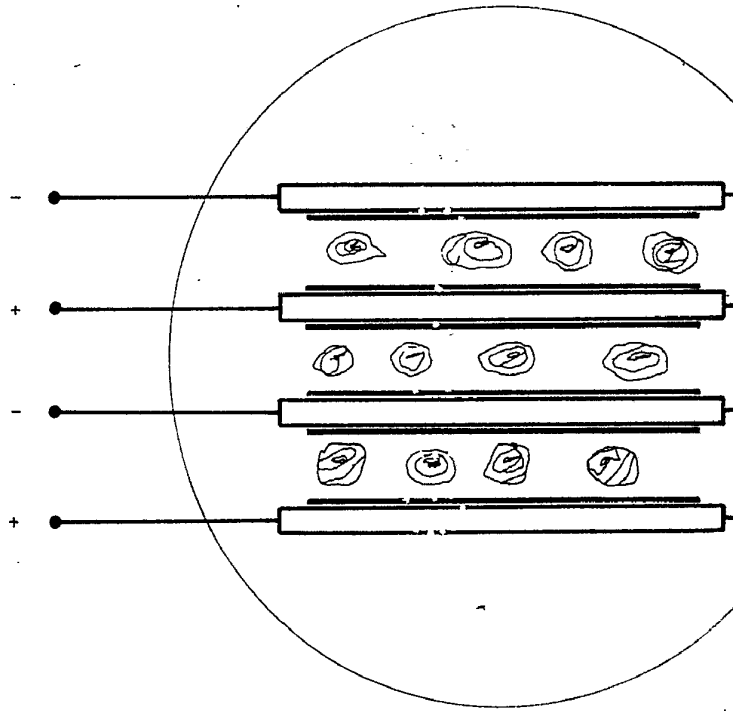
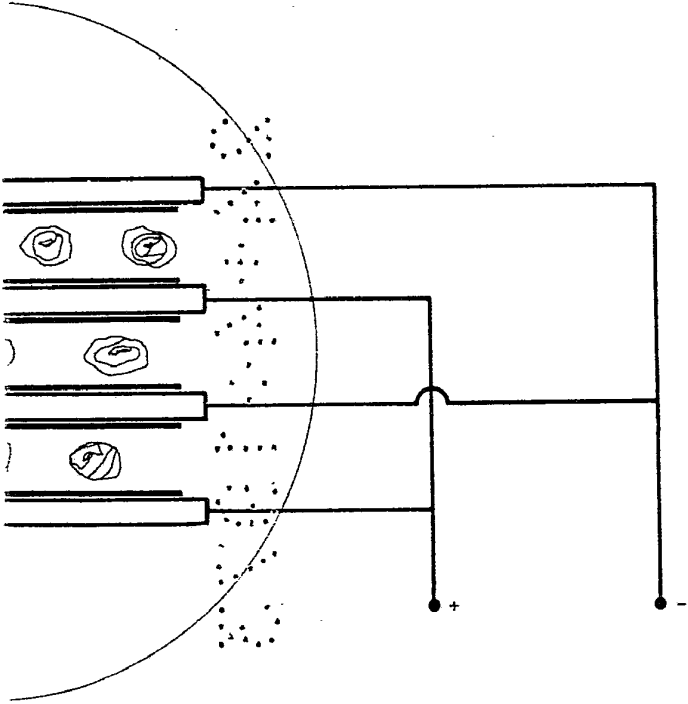


FIG.1

413417



24



G.1

Approved: _____
for issue: _____
[Handwritten Signature]

413417

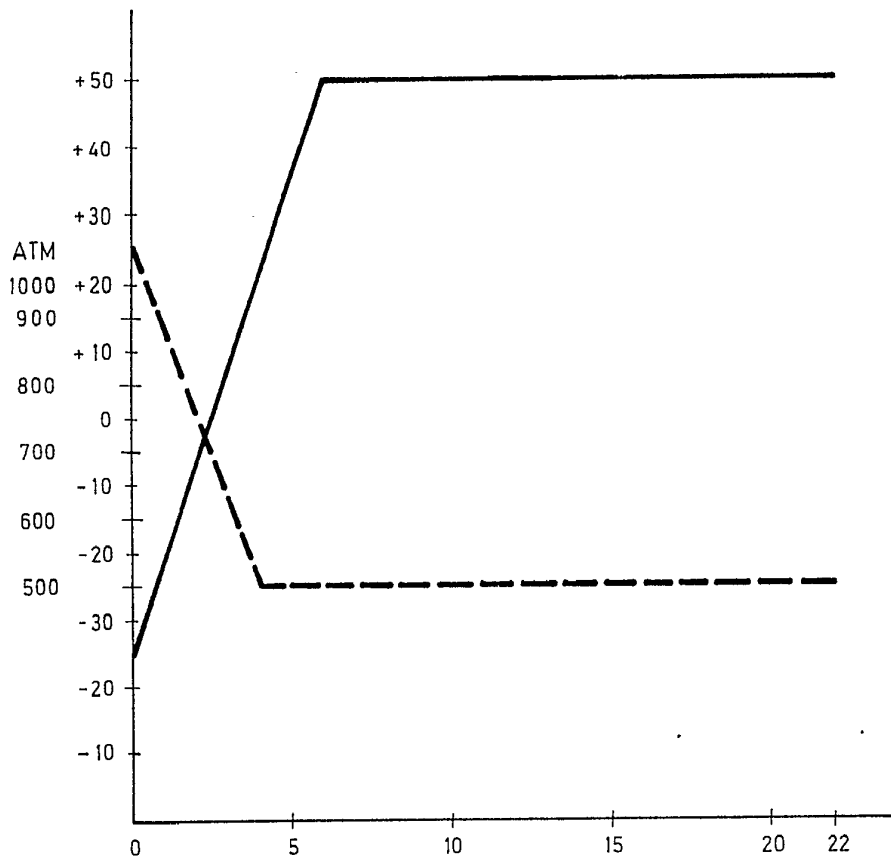


FIG.2

Ante

413417

4134172

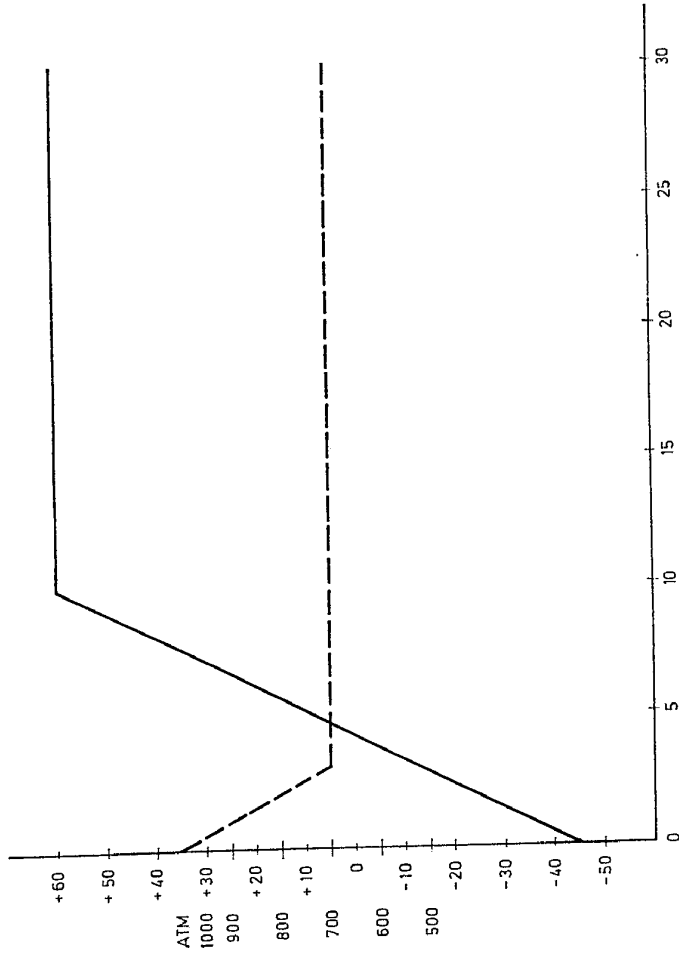


FIG.3

Smith
FOR REVISION

413417

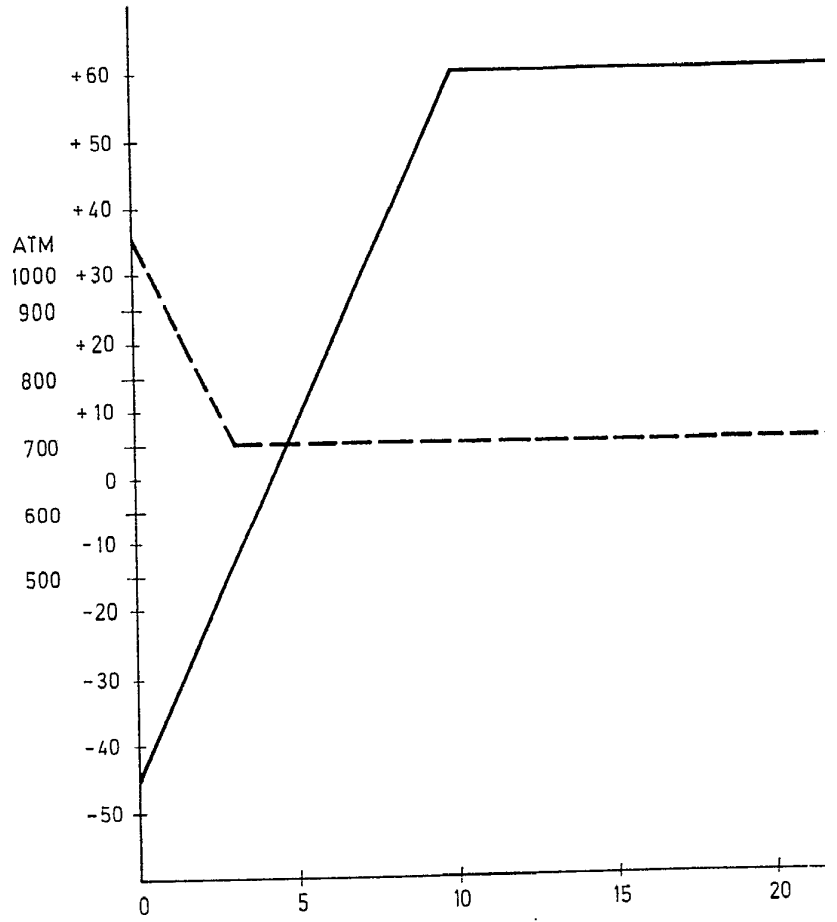


FIG.3

4134172

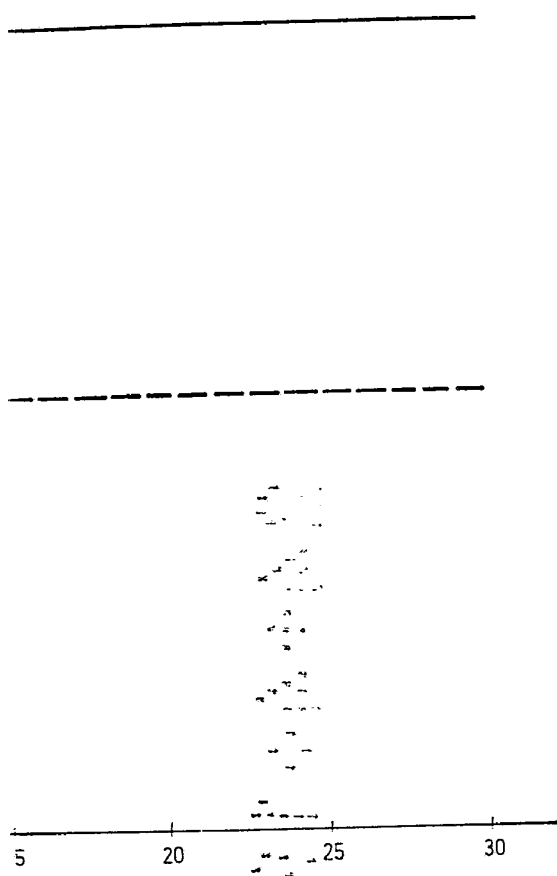


FIG. 3

Atlantic City
For Power

413417

24



413417

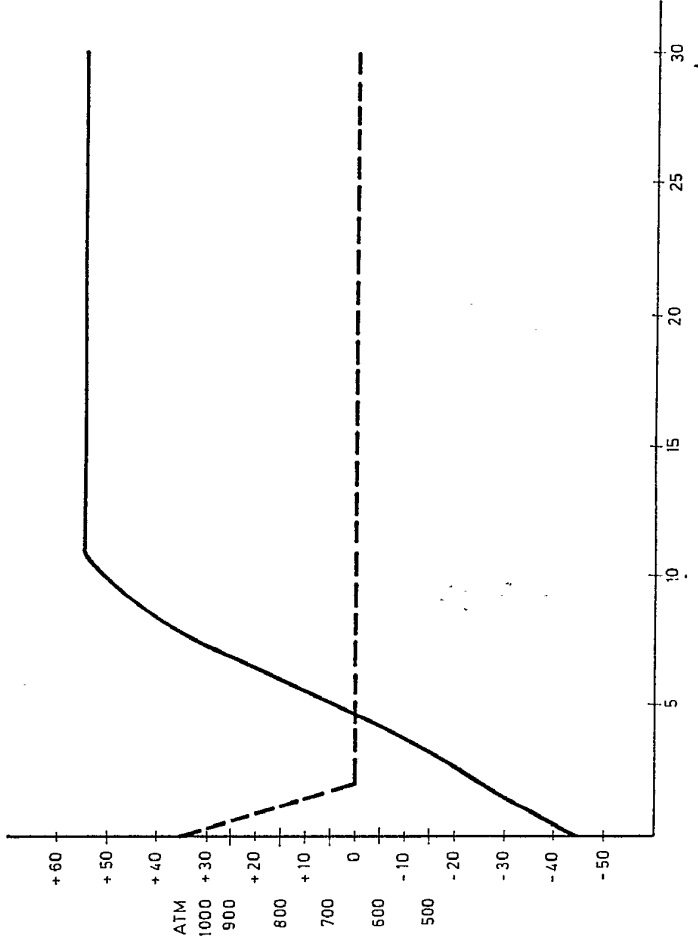


FIG. 4

Handwritten signature or initials.

413417

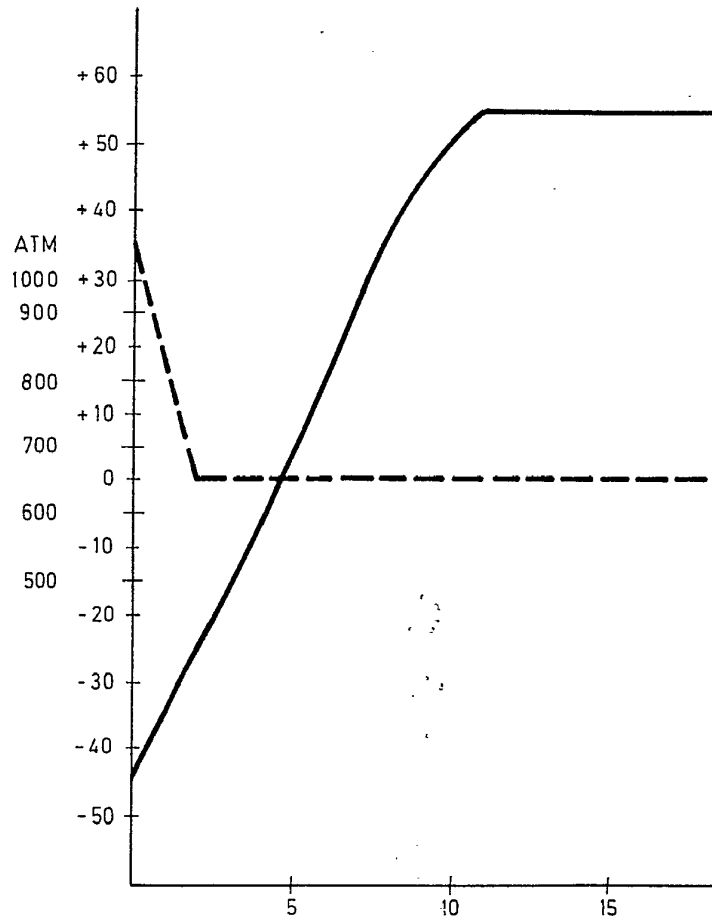


FIG.4

413417

24

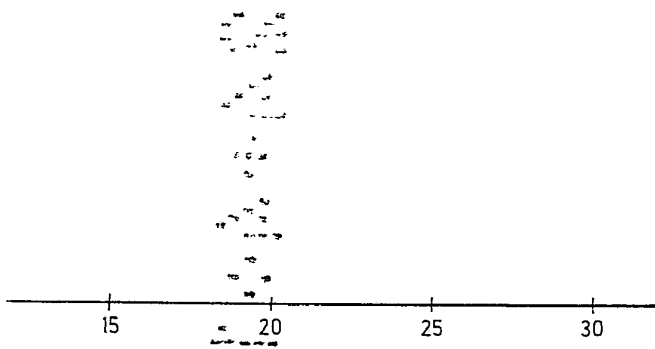


FIG.4

Ante

413417

413417

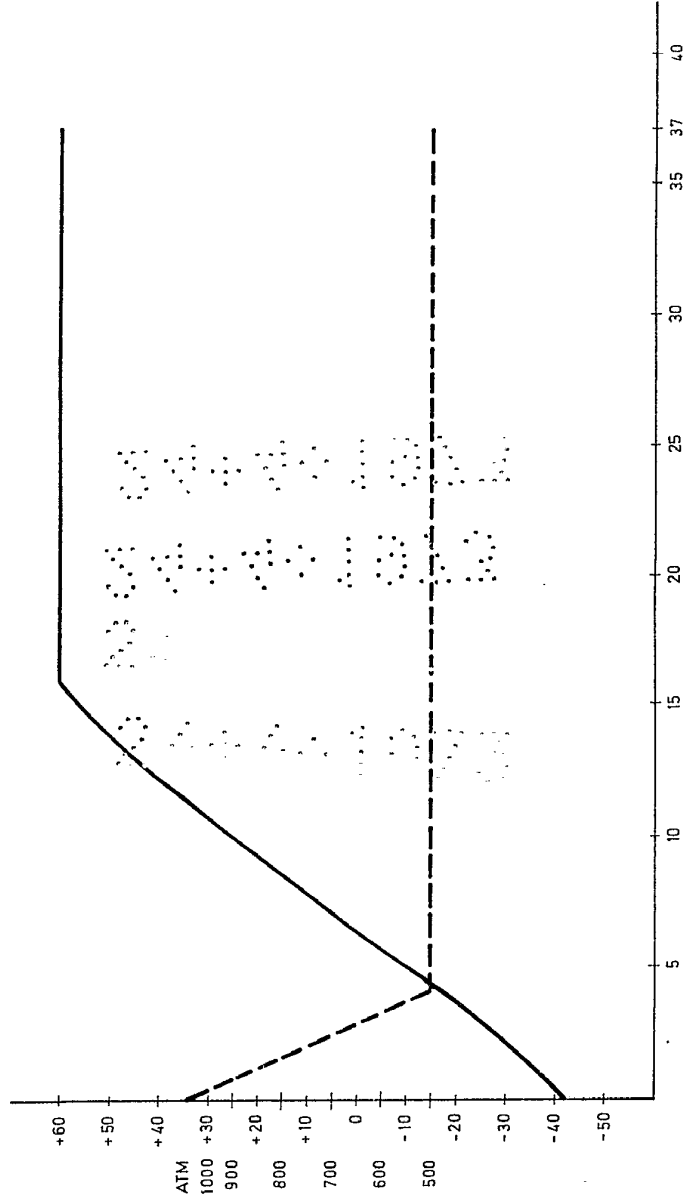


FIG.5

Handwritten signature or initials.

413417

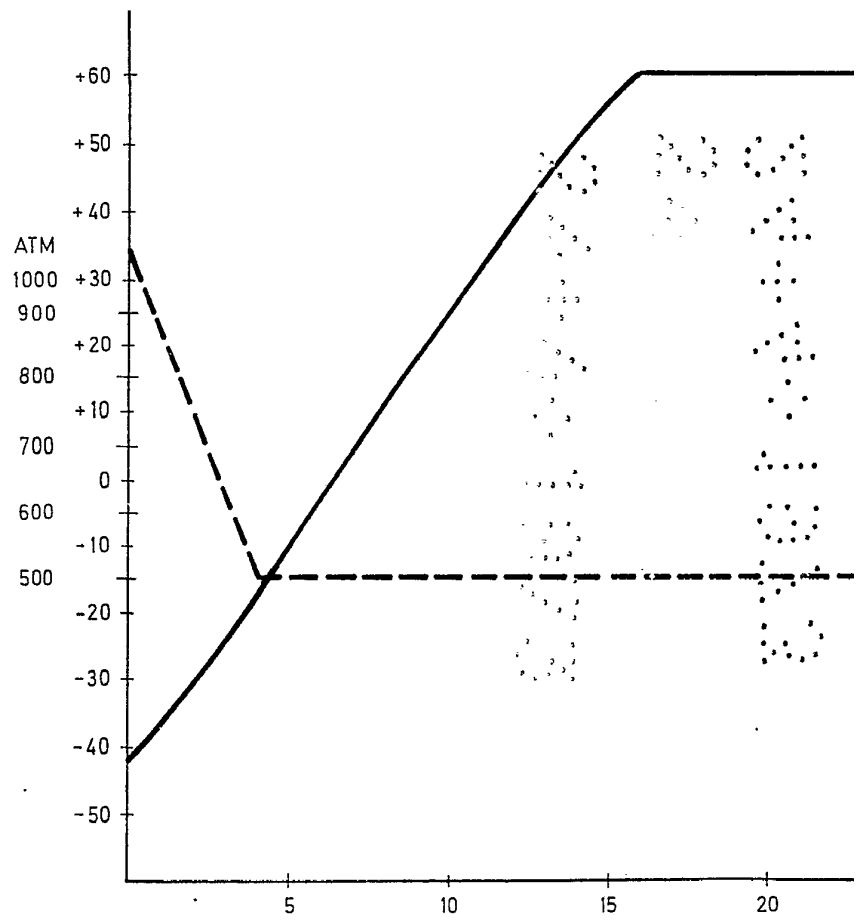


FIG.5

413417



24
13

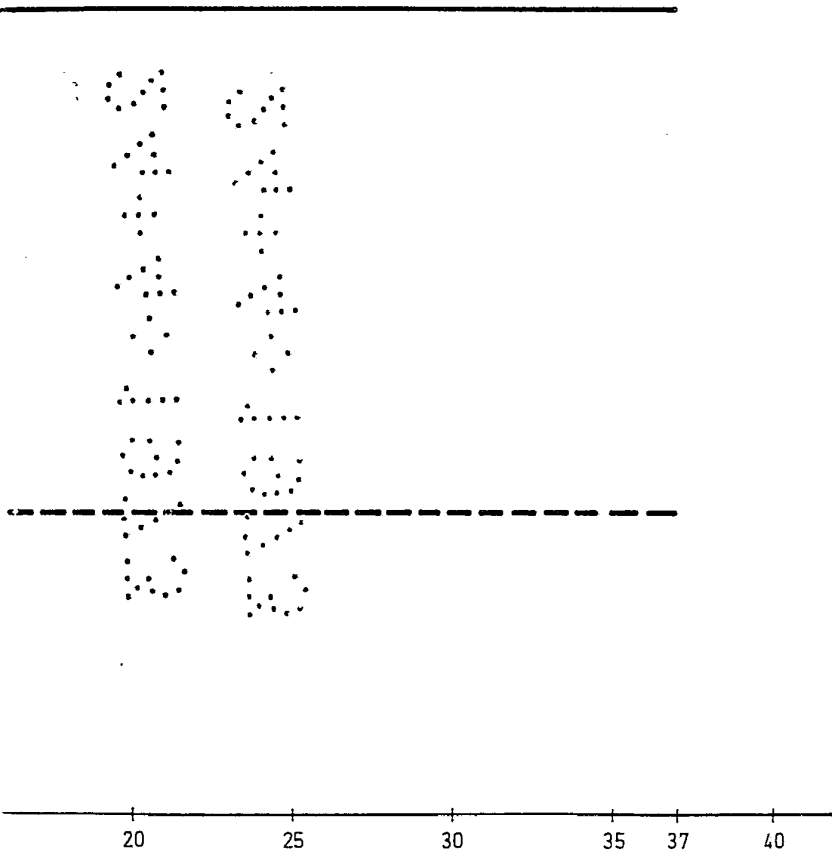


FIG.5

Handwritten signature
E. J. ...
Res. ...