

PATENTE DE INVENCION

ICI CASE MD.25932(1)SPAIN.



423708

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE MATERIA SOLIDA
PARTICULADA DE UN LIQUIDO.

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres,
S.W.1., Inglaterra.

Esta invención se relaciona con la filtración, con
filtros y con el empleo de tales filtros, y en particular se
refiere a la filtración de líquidos.

Ya es bien conocido que la materia particulada pue-
de ser separada de un líquido mediante su paso a través de un



5 medio poroso, con lo cual la materia particulada queda arrapada en la estructura porosa de dicho medio. Para conseguir la filtración de este modo, ya se conoce una amplia variedad de materiales y estructuras. Por ejemplo, el filtro puede comprender un aglomerado de gránulos sólidos (por ejemplo, un lecho de arena) o puede comprender un lecho o almohadilla de material fibroso (por ejemplo, un lecho o almohadilla de fibras orgánicas o inorgánicas, naturales o sintéticas). El filtro puede tener también una estructura unitaria porosa y, por ejemplo, puede ser una espuma o membrana orgánica o inorgánica.

10 Muchos de los filtros operan mediante un mecanismo por el cual queda retenida sobre la superficie cualquier partícula sólida más grande que el tamaño de poro medio del filtro, mediante que las partículas más pequeñas pasan completamente a través de dicho filtro. Mediante una selección cuidadosa del tamaño de poro del filtro, es posible conseguir la filtración de líquidos que contienen partículas muy pequeñas. Sin embargo, cuando una partícula sólida se separa de este modo de la fase líquida, el poro superficial en el cual se ha atrapado llega a bloquearse, por lo menos parcialmente. Dichos filtros llegan por lo tanto a bloquearse o "cegarse" rápidamente y se reduce la velocidad de flujo del líquido o, para paliar esto, debe incrementarse la presión de succión a través del filtro para mantener la misma velocidad de flujo.

20 La cantidad de material que queda retenida en el filtro, antes de que éste se ciegue (capacidad del filtro), se incrementa si la porosidad superficial del filtro es en general superior a la porosidad interna, de modo que las partículas queden atrapadas por todo el cuerpo del filtro.



5 Por ejemplo, un lecho de arena construido de modo que el tamaño de grano medio sea superior en la superficie que en el cuerpo del lecho, funcionará de este modo. Sin embargo, aunque los filtros "en profundidad" de este tipo funcionan bien en relación a la filtración de líquidos que contienen partículas relativamente bastas, resulta difícil construir un filtro "en profundidad" capaz de separar partículas pequeñas.

10 Hasta el presente, el único material que ha resultado ser realmente eficaz para la construcción de filtros capaces de separar partículas finamente divididas, exhibiendo a la vez una capacidad razonable, ha sido el amianto. Se cree que la utilidad excepcional del amianto para esta finalidad, puede estar ligada al hecho (por lo menos en parte) de que la fibra desarrolla una carga positiva por lo menos sobre la superficie de la fibra cuando está en contacto con un líquido, mientras que la materia particulada más finamente dividida desarrolla una carga negativa atractiva. En contraste, la mayoría de los materiales fibrosos comunes (incluyendo por ejemplo vidrio, sílice y polímeros orgánicos sintéticos) llegan en general a cargarse negativamente en contacto con el líquido, no habiendo resultado ser tan eficaces los filtros construidos a partir de estos materiales como los filtros de amianto comparables.

15 Sin embargo, el amianto es cancerígeno y resulta extremadamente difícil evitar que las fibras finas de amianto penetren en el filtrado. Esto es particularmente indeseable cuando el líquido a filtrar es un producto farmacéutico o un líquido potable. En adición, los iones contaminantes, por ejemplo magnesio, son lentamente lixiviados del amianto crisotilo (la forma de amianto más ampliamente utilizada). Esto
20
25
30 no solo se traduce en la contaminación del filtrado, sino tam-



bien en una disminución de la carga positiva atractiva sobre la fibra de amianto. Por otra parte, la fibra de amianto empleada para la filtración es normalmente extremadamente fina (inferior a 0,1 micras) y tiende a cegarse fácilmente en la práctica.

5

Se ha encontrado ahora que pueden producirse fibras sintéticas las cuales exhiben igualmente la propiedad de desarrollar una carga positiva, por lo menos sobre la superficie, cuando entran en contacto con el líquido.

10

Por lo tanto, según un aspecto de la presente invención, se proporciona un procedimiento para la separación de sólidos particulados de un líquido, que comprende pasar dicho líquido a través de un filtro que comprende una masa de fibra inorgánica sintética, teniendo dicha fibra una carga positiva, por lo menos sobre la superficie de la misma, cuando está en contacto con dicho líquido.

15

Según otro aspecto de la presente invención, se proporciona un filtro que comprende una masa de fibra sintética inorgánica, teniendo dicha fibra un diámetro medio de 0,1 a 10 micras y teniendo un potencial zeta positivo cuando está en contacto con el agua a un pH de 7.

20

Las fibras preferidas son las fibras policristalinas refractarias, en especial fibras que comprenden alúmina o zirconia. La fibra policristalina puede comprender también alúmina con sílice. Sin embargo, las fibras que contienen grandes proporciones de sílice no son siempre adecuadas para el proceso de la presente invención, y es preferible el empleo de un contenido en sílice inferior al 10 % en peso, por ejemplo, inferior al 6 % en peso.

25

30

Las fibras policristalinas, inorgánicas, sintéticas,



se preparan convenientemente por fibrilación de un sol o solución, preferiblemente un sol o solución acuosa, de una sal u otro compuesto convertible al material del cual consiste la fibra. En la Patente Británica No. 1.098.595 (Patente USA No. 3.322.865) se describen métodos adecuados. Dichas fibras se preparan en especial de un modo conveniente por métodos en los cuales el citado sol o solución comprende además un polímero orgánico co-disuelto, particularmente un polímero orgánico lineal. Dichos métodos se describen en la solicitud de Patente Británica copendiente No. 29.909/70 - 4369/71 (publicada como solicitud Holandesa No. 7.108.399), cuya descripción se incorpora aquí como referencia. En estos métodos, las fibras se forman por fibrilación de una composición que tiene una viscosidad superior a 1 poise y que comprende una solución o sol acuoso de un compuesto metálico, por ejemplo un oxiclорuro, acetato básico, formato básico o nitrato de un metal, en especial de aluminio y/o zirconio, y una proporción menor de un polímero orgánico soluble en agua, preferiblemente óxido de polietileno, alcohol polivinílico o polivinilpirrolidona, tras lo cual se seca la fibra formada y se calienta para descomponer el compuesto metálico a óxido y descomponer el polímero.

Aunque la presente invención no está ligada a ninguna teoría en particular, se cree que la carga positiva de la superficie de la fibra facilita la separación de partículas cargadas negativamente del líquido que se ha de filtrar, mediante atracción electrostática (o electrocinética). De este modo, si una partícula se adhiere por atracción electrostática (o electrocinética) a la superficie interna de un filtro, el mecanismo de filtración puede operar incluso para partícu-



las que son en realidad más pequeñas que los poros más diminutos del filtro. De este modo, se consigue la eficacia de filtración sin que se produzca el bloqueo concomitante de los poros del filtro y con un incremento correspondiente en la capacidad del filtro.

5

El mecanismo por el cual dichas fibras desarrollan una carga positiva cuando entran en contacto con un líquido adecuado (por ejemplo, un líquido polar) no se comprende del todo. Sin embargo, se conocen diversos métodos mediante los cuales puede detectarse la carga. Así, la carga de la superficie de la fibra hace que exista una diferencia de potencial eléctrico entre dicha superficie y el líquido circundante.

10

Esta diferencia de potencial, el potencial zeta, adquiere el mismo signo que la carga superficial de la fibra y constituye una medida directa de la magnitud de la carga.

15

Ya se conoce ciertos métodos para la determinación del signo y magnitud del potencial zeta de un sólido, incluyendo, por ejemplo, electrofóresis, electroosmosis, potenciometría de sedimentación y la medición de potenciales de flujo. La medida del potencial de flujo es un método normalizado particularmente adecuado para determinar el potencial zeta de un sólido fibroso en contacto con un líquido.

20

La carga de la fibra, y por lo tanto su potencial zeta, depende del pH del líquido con el cual está en contacto. El potencial zeta disminuye generalmente a medida que aumenta el pH y puede incluso llegar a ser negativo. El proceso de la presente invención es por lo tanto particularmente adecuado para la filtración de un líquido que tenga un pH inferior a 9, por ejemplo, de 3 a 8.

25

30

En un experimento para comparar el potencial zeta



de amianto crisotilo y fibra de alúmina, por ejemplo, mediante un método normalizado que implica la medición del potencial de flujo, dentro del pH 5-7, el amianto tenía un potencial zeta de +25 mv, mientras que la fibra de alúmina tenía un potencial, a pH 5, de +50 mv y a pH 7 de +37 mv. Bajo las mismas condiciones, la fibra de zirconia tenía un potencial zeta, a pH 5, de +57 mv y a pH 7 de +20 mv. Dentro de la gama pH de interés, las fibras de sílice y silicato muestran en potencial zeta negativo.

La eficacia de una fibra como medio filtrante según la presente invención, depende de otras propiedades físicas además de la carga superficial. Una ventaja particular de las fibras policristalinas inorgánicas, sintéticas, reside en que sus características físicas (incluyendo, por ejemplo, diámetro, distribución de diámetros, porosidad de área superficial, densidad en masa y ausencia de shot, por cuyo shot se entiende un material no fibroso que tiene por lo menos una dimensión sustancialmente superior al diámetro medio de la fibra) pueden ser más fácil y exactamente controladas que las características de fibras de vidrio o de fibras inorgánicas naturales.

La filtración de, por ejemplo, sólidos finamente dispersados, se consiguen más fácilmente según la presente invención cuando se utilizan fibras, por ejemplo fibras con un diámetro medio del orden de 0,1 a 10 micras. En particular se prefiere el empleo de fibras con un diámetro medio de 0,5 a 5 micras, en especial fibras con una estrecha distribución de diámetro. Cuando se utilizan dichas fibras, es posible construir un filtro que posea un pequeño diámetro medio de poros. De este modo, las partículas que tienen un diámetro aproximadamente igual al de los poros del filtro, pueden separarse durante la filtración al quedar atrapadas en los mismos, mientras



que las partículas más pequeñas pueden entrar más fácilmente en contacto con la superficie interna de los poros y adherirse a los mismos como anteriormente se ha descrito.

5 Preferiblemente, la fibra tiene un área superficial de 0,25 a 250 m² por g de fibra. Preferiblemente, la fibra está sustancialmente libre de shot como anteriormente se ha definido.

10 Es necesario que el filtro sea razonablemente fuerte para que soporte el flujo de líquidos y la diferencia de presión entre sus superficies y, por lo tanto, las fibras empleadas en los mismos no deberán ser débiles o no deberán sufrir fácilmente una deterioración de sus propiedades físicas. Las
15 fibras de óxidos metálicos, policristalinos, de pequeño diámetro, por ejemplo fibras de alúmina o zirconia de 0,5 a 5 micras de diámetro, son unas fibras inorgánicas relativamente muy fuertes y por lo tanto muy adecuadas para la invención.

20 Las fibras policristalinas inorgánicas que tienen las citadas características deseables de un diámetro pequeño y uniforme, un área superficial elevada, resistencia y ausencia de shot, se producen convenientemente mediante un proceso de soplado descrito en la solicitud de Patente Británica con-
pendiente No. 29909/70-4369/71. Este proceso comprende extruir una composición fibrilante, por ejemplo una de las anterior-
25 mente descritas, a través de una o más aberturas, de un diámetro preferible de 50 - 500 micras, en al menos una corriente gaseosa que tiene un componente de elevada velocidad en la dirección de transporte de la composición extruída. Es conveniente emplear dos corrientes de gas que converjan, preferible-
mente en un ángulo de 30 a 60°, en o cerca del punto en donde
30 la composición se extruye desde la abertura, de modo que el



extruido salga hacia abajo. El aire es el gas preferido. La velocidad de separación del agua de la composición, se controla convenientemente mezclando el gas con vapor de agua, por ejemplo aire con una humedad relativa superior al 80 %. Las fibras son recogidas en forma cortada como un mat al azar y fogueadas entonces a 1.000 - 2.000°C. Las fibras de alúmina, alúmina/silice o zirconia, adecuadas para la invención, se producen convenientemente mediante este proceso.

El filtro puede construirse de cualquier forma conveniente. Por ejemplo, puede comprender fibra que se ha insertado en un espacio definidor del filtro. La fibra puede estar no compactada en dicho espacio o comprimida a cualquier densidad de empaqueo deseada. La fibra a utilizar en el filtro puede tener la forma de un fieltro en el cual el entramado de las fibras individuales proporciona la estabilidad dimensional al conjunto, o puede tener la forma de una lana suelta que carece de estabilidad dimensional. Si se desea, puede reducirse la relación de aspecto (la relación de la longitud de la fibra a su diámetro) por ejemplo, batiendo la fibra (empleando por ejemplo la tecnología convencional de la fabricación del papel). Igualmente, el filtro puede tener la forma de una capa superficial depositada sobre un medio poroso, por ejemplo, kieselguhr.

A partir de la fibra pueden prepararse configuraciones preformadas de filtros, por ejemplo introduciendo un agente aglomerante para llevar a cabo la adhesión entre las fibras y producir una masa porosa coherente. Los agentes aglomerantes pueden ser orgánicos o inorgánicos incluyendo, por ejemplo, un silicato o fosfato metálico, resinas (por ejemplo, un silicato o fosfato metálico, resinas (por ejemplo, resina de fenol-formaldehído), látices (por ejemplo, un latex acrílico), soles



(por ejemplo, de alúmina o zirconia) o mezclas de los mismos. Pueden prepararse también filtros preformados uniendo la fibra por agujeteado o cosido, por ejemplo, como se describe y reivindica en la solicitud de Patente Británica copendiente No. 50313/73.

5

La fibra puede también tejerse para formar, por ejemplo, láminas o cintas, o puede tratarse (por ejemplo, como se describe y reivindica en la solicitud de Patente Británica copendiente No. 33917/73) según la tecnología de fabricación del papel, para producir filtros laminares (papeles). Por lo tanto, el filtro puede producirse, por ejemplo, en forma de un papel por deposición de la fibra desde un medio líquido, por ejemplo una lechada de la fibra, de la cual se elimina a continuación el líquido. Si se desea, los papeles pueden ser modificados después de la producción, por ejemplo por aplicación de presión, o pueden conformarse, por ejemplo mediante plegado o corrugado.

10

15

El filtro de la presente invención puede comprender fibras sintéticas que tienen una carga positiva cuando entran en contacto con el líquido a filtrar (denominadas a continuación fibras "activas") bien por sí solas o bien en mezcla con otras fibras. Las fibras adecuadas que pueden ser empleadas en combinación con las fibras "activas" incluyen, por ejemplo, fibras de celulosa, fibras de cristal, fibras orgánicas sintéticas (por ejemplo, fibras de nylon o polietileno) o mezclas de las anteriores. La proporción de fibras (activas) puede variar entre amplios límites. Así, la adición de una pequeña proporción de fibras "activas" a un filtro convencional, puede traducirse en una mejora notable de sus propiedades. Por el contrario, las propiedades de un filtro a base de fibras "acti-

20

25

30



vas" pueden ser modificadas por la adición de una pequeña proporción de otra fibra.

Al filtro pueden añadirse también cargas particuladas, agentes clasificantes o adsorbentes (incluyendo, por ejemplo, kieselguhr, carbones activos, tierra de batán, polivinilpirrolidona y nylon).

El proceso de esta invención es especialmente adecuado para la separación completa o parcial, de un líquido, de partículas finamente divididas cargadas negativamente. Dichas partículas pueden incluir, por ejemplo, residuos y microorganismos de fermentación (por ejemplo, bacterias y levaduras). Las bacterias y levaduras son capaces de multiplicarse en líquidos adecuados que contengan nutrientes, pudiendo interaccionar las bacterias con el líquido para producir productos indeseables.

La reducción y control de la concentración de microorganismos se denomina generalmente "esterilización", aunque no se ha de suponer que se halla conseguido necesariamente la eliminación total de todos los microorganismos.

El proceso de la presente invención es por lo tanto especialmente adecuado para la filtración y "esterilización" (como antes se ha definido) de, por ejemplo, líquidos destinados al consumo humano (incluyendo, por ejemplo cervezas, vinos, alcoholes, bebidas suaves y vinagres) y de líquidos que hayan de ser utilizados posteriormente para fines farmacéuticos (incluyendo, por ejemplo, fluidos de antibióticos, sueros, vacunas, plasma sanguíneo, soluciones inyectables, soluciones salinas y medios de cultivo).

Constituye una ventaja particular de las fibras policristalinas sintéticas, inorgánicas, cuando se utilizan según



la presente invención, el que los filtros construídos a partir de las mismas pueden ser esterilizados (por ejemplo, por calentamiento o tratamiento con vapor de agua) antes o después de su empleo. Por otra parte, la materia orgánica atrapada dentro del filtro construído a partir de dichas fibras, puede ser
5 eliminada (por ejemplo, sometiendo el filtro a elevadas temperaturas en presencia de aire) sin dañar a la fibra. Se pueden emplear temperaturas que causarían un severo daño mecánico y físico a otras fibras, por ejemplo a fibras de amianto. De este
10 modo, puede emplearse un filtro y regenerarse a continuación para su reutilización. Otra ventaja de dichas fibras consiste en que están prácticamente libres de materia soluble, no presentándose la contaminación del líquido a filtrar.

La invención se ilustra por los siguientes ejemplos.

15 EJEMPLO 1

Empleando un batidor mecánico, se batieron por separado, en agua, 50 g de celulosa de pulpa de madera blanqueada y 50 g de una fibra de alúmina disponible en el comercio con la marca registrada "Saffil". Las dispersiones acuosas uniformes, así obtenidas, se combinaron y se continuó el batido para
20 asegurar un mezclado uniforme. La dispersión combinada fué vertida en un recipiente que poseía una base foraminosa y se aplicó una suave succión a la superficie inferior de la malla. El agua pasó a través de la malla mientras que la mezcla fibrosa que se había dispersado en la misma, permanecía en forma
25 de una lámina sobre dicha malla. La lámina fué sometida brevemente a una presión de 21 kg/cm² tras lo cual se secó a 100°C.

La lámina así formada tenía las siguientes propiedades:

30 Espesor: 4 mm



Densidad: 0,49 g/cc

Diámetro de poro: 13 micras (determinado por el punto de burbuja como se describe en la Norma Británica No. 3321).

5 Permeabilidad al aire: 3,7 (medido según la Norma ASTM E128-61).

Velocidad de flujo de agua: 2,2 litros/hora (a una presión de 266,7 mm de columna de agua y a través de un área de 40 cm²).

10 Se equipó un filtro-prensa con 6 láminas de este tipo, las cuales fueron esterilizadas con vapor de agua. A través del filtro se pasó cerveza rubia recientemente producida. A continuación, la cerveza fué evaluada (tanto antes como después de la filtración) con respecto al color, claridad, contenido en levadura, contenido en bacterias, número de partículas
15 con diámetros dentro de la gama de 10 a 40 micras y número de partículas con diámetros superiores a 40 micras. Los resultados fueron los siguientes:

	<u>Antes de la filtración</u>	<u>Después de la filtración</u>
20 Color (unidades de la Convención Europea de cerveceros)	31,5	30,5
Claridad (unidades Formazin de la Convención Europea de cerveceros)	8,3	0,9
Contenido en levadura (células/ml)	9,1x10 ⁵	no detectado
25 Contenido en bacterias (células/ml)	10 ³	10
Partículas de 10 a 40 micras (por ml)	2x10 ⁴	10 ³
Partículas superiores a 40 micras (por ml)	1,6x10 ⁴	no detectadas

EJEMPLO 2

30 Se preparó una lámina de filtro y se montó en un



filtro-prensa según el procedimiento descrito en el ejemplo 1. A través del filtro, se pasó una muestra de whisky. Antes de la filtración, la claridad del whisky era de 35 unidades Sigríst, mientras que después de la filtración la claridad era de 15 unidades Sigríst.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra con el nº 10.237/73 de 2 de marzo de 1.973, accogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE MATERIA SOLIDA PARTICULADA DE UN LIQUIDO; caracterizándose por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la separación de materia sólida particulada de un líquido, caracterizado porque comprende pasar dicho líquido a través de un filtro consistente en una masa de fibra sintética inorgánica, teniendo dicha fibra una carga positiva, por lo menos sobre la superficie de la misma, cuando está en contacto con el citado líquido.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la fibra comprende un óxido metálico policristalino.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la fibra comprende una zirconia policristali-



na.

4.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la fibra comprende una alúmina policristalina.

5

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la fibra comprende adicionalmente sílice a una concentración inferior al 10 % en peso.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la concentración de sílice es inferior al 6 % en peso.

10

7.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el diámetro medio de la fibra es de 0,1 a 10 micras.

8.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el diámetro medio de la fibra es de 0,5 a 5 micras.

15

9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el líquido es acuoso.

20

10.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el pH del líquido es inferior a 9.

11.- Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque el pH es de 3 a 8.

25

12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sólido particulado comprende microorganismos.

30

13.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sólido particulado comprende bacterias, levaduras o residuos de fermentación, o mezclas de los anteriores.



14.- Procedimiento para la separación de materia sólida particulada de un líquido, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 16 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid,

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GOMEZ AGEDO Y CAÑAS

Firmado: L. Gaeta Fernández

A large, stylized handwritten signature in dark ink, positioned below the typed name and above the signature line.