



ESPAÑA

10	ES	11	455097	10	A 1
		21			
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			5-2-77		

**PATENTE DE INVENCION**

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO			
		42857/ 75	28 de Febrero de 1976		GRAN BRETAÑA

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			B015//B01D;07G		

64	TITULO DE LA INVENCION
	"METODO PARA LA REALIZACION DE CAMBIO IONICO ENTRE UN MEDIO DE CAMBIO IONICO, CELULOSICO Y UN LIQUIDO QUE CONTENGA MATERIAL PROTEINICO Y APARATO PARA SU APLICACION"

71	SOLICITANTE (S)
	CLARKE CHAPMAN LIMITED

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Victoria Works, Gateshead, Tyne and Wear (Inglaterra)

72	INVENTOR (ES)
	D. George Douglas Kelsey y D. Francis George Caunter Mann

73	TITULAR (ES)
	el solicitante

74	REPRESENTANTE
	VICTOR GIL VEGA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta. UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUN 1978

Memoria Descriptiva

Extracto de la descripción

Método y aparato para cambio iónico entre un medio celulósico y un líquido que contenga material proteínico, en el cual se realizan reacciones de cambio iónico y otras, tales como de lavado y regeneración, en un recipiente que comprenda un agitador para mezclar el medio con un líquido, reactivo y un filtro para separar tal medio del citado líquido, cuya filtración es facilitada por aire a presión diferencial. Pueden usarse varios recipientes, en la totalidad de los cuales tienen lugar reacciones y separaciones.

Entorno de la invención

La invención se relaciona con métodos y aparatos para cambio iónico y particularmente para cambio iónico entre un medio celulósico y un líquido que contenga material proteínico en solución. Típicamente, tal líquido es un efluente de plantas de tratamiento de alimentos y bebidas, tales como suero lácteo de plantas de tratamiento de leche, por ejemplo. El efluente puede ser tratado para recuperar material proteínico útil o simplemente para hacer menos nocivo el líquido efluente y adecuarlo a su descarga en un río o para reciclarlo de alguna otra manera.

En esta memoria, el término "material proteínico" significa por consiguiente proteína y

sustancias con ella relacionadas, así como enzimas y sustancias con ellas relacionadas, que son sometibles a procesos de cambio iónico con medios de cambio iónico celulósicos.

5 Las patentes del Reino Unido Nos.1.436.547 y 1.387.265 describen tales procesos, así como métodos de producción de medios celulósicos utilizables en los citados procesos. Sin embargo, hasta ahora - la aplicación práctica de tales procesos se encuentra en una fase muy primitiva de desarrollo y todavía no ha funcionado ninguna planta a gran escala -  
10 en ningún país.

Los solicitantes han descubierto que la aplicación práctica de tales procesos exige la disposición de una planta y de un método de operación de tal planta que incorporen características nuevas e inventivas, que permitan satisfacer ciertos criterios fundamentales.  
15

Dichos criterios son principalmente los siguientes:  
20

(1) el medio debe ser altamente especializado en todos los aspectos, en comparación con el material de cambio iónico común del tipo resinoso o del tipo zeolítico natural o artificial. Una operación económica a gran escala exige una separación muy eficiente del medio, en varias etapas del proceso, respecto al líquido con el que forma una suspensión  
25

sión, durante los diversos tratamientos. Los solicitan  
tantes han ideado un método que permite una óptima  
separación del agua o de otro líquido. Al mismo tiemp  
po, el método reduce al mínimo la fricción del medio,  
5 que es muy costosa y que desprende finos filamentos.  
Una excesiva fricción daría lugar al cegamiento del  
dispositivo separador y a pérdida de medio. El métod  
o asegura una óptima reformación de suspensión ac-  
tiva después de una precedente etapa de separación;

10 (2) una aplicación práctica exige gran  
des cantidades a tratar y los requisitos de la planta  
necesitan de un cuidadoso planeamiento para evi-  
tar unas excesivas dimensiones, así como una inver-  
sión y costos de explotación excesivos. En este ca-  
so también, la técnica de separación óptima y senci  
15 lla de la presente invención es altamente ventajosa;

(3) una explotación práctica requiere  
que se asegure una reproductibilidad fiable de cada  
etapa.

20 La presente invención elimina los incon-  
venientes de los sistemas y métodos anteriormente -  
propuestos, especialmente en relación con la separaci  
ción de líquidos del medio en las diversas etapas.

#### Breve resumen de la invención

25 Un método de cambio iónico de acuerdo  
con la invención utiliza un recipiente en el que se

mezcla un medio de cambio iónico celulósico con líquido que contenga material proteínico, con el cual reacciona; seguidamente se mezcla con líquido de la lavado y se lava, o bien se mezcla y reacciona con lí  
5 líquido regenerante para producir un eluado cargado de proteína, o bien se efectúan las tres operaciones. En cada recipiente tiene lugar la separación del medio y el líquido con ayuda de aire a presión diferencial aplicado a través de un medio filtrante  
10 dentro del recipiente.

El método elimina los inconvenientes si guientes: tener que usar otros tipos de dispositivo separador (incapaces de mezclar medio con líquido); emplear muchas piezas extras de equipo, y realizar  
15 muchas operaciones adicionales para una producción determinada. Por consiguiente, el uso de esos otros dispositivos separadores es enteramente impráctico en plantas comerciales.

El aparato destinado a realizar el método comprende un recipiente o una serie de ellos. Cada recipiente contiene un órgano agitador y un elemento filtrante, situado debajo del primero. Se disponen unos tanques destinadas a contener mezclas de medio y líquido y a contener líquido en varias -  
20 fases de tratamiento. Se disponen también medios pa ra suministrar aire, líquido proteínico, agua de la lavado y regenerante en las medidas requeridas a los

recipientes, así como para suministrar soluciones ácidas y alcalinas que aseguran unos correctos valores de pH en las diversas etapas.

### Breve descripción de los dibujos

5

En los dibujos:

La figura 1 es una vista esquemática de un aparato en forma de recipiente reactor típico a utilizar en el método, parcialmente cortado para -  
10 mostrar la construcción interna.

La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra las operaciones sucesivas a efectuar de acuerdo con una forma típica de aparato y método.

Las figuras 3(a) a 3(g) son diagramas esquemáticos que muestran sucesivas etapas de opera-  
15 ción en el método practicado con el uso del aparato ilustrado en la figura 2.

La figura 4 es un diagrama esquemático de otra forma de aparato, concebido como sucesión  
20 de operaciones de acuerdo con las cuales puede realizarse el método.

Las figuras 5 y 6 son respectivamente un diagrama esquemático de otra forma de realiza-  
ción del aparato, concebido como sucesión de opera-  
25 ciones según las cuales puede realizarse el método, y un gráfico secuencial de etapas y acontecimientos de aquella sucesión de operaciones del método; y

La figura 7 es un diagrama esquemático de otra forma de realización del aparato, concebido como sucesión de operaciones según las cuales puede realizarse el método.

5

Descripción detallada de versiones preferidas

La figura 1 muestra un recipiente cilíndrico vertical 10 construido para resistir presiones internas de hasta 2 atmósferas, aunque en la práctica es improbable que se precise una presión normal superior a media atmósfera aproximadamente. El recipiente está construido de acero inoxidable o de material plástico sintético reforzado, por ejemplo, siendo típicamente adecuado para manipular suero lácteo como líquido a tratar mediante interacción con un medio de cambio iónico celulósico desmenuzado, por ejemplo. El recipiente 10 contiene un agitador 12 que puede ponerse en rotación mediante un árbol 14, o bien dicho agitador puede ser de tipo vibratorio, capaz de vibración vertical mediante un mecanismo accionador vibratorio (no mostrado) conectado al extremo superior del árbol 14. Este árbol gira mediante un motor montado encima del recipiente 10.

25

El recipiente 10 contiene también un elemento filtrante 16, que puede ser una criba de alambre en cuña, una rejilla metálica, un lienzo filtran

te o una placa metálica perforada, si bien pueden usarse otras formas de filtro. El filtro 16 tiene aberturas de un tamaño, forma y perfil tales que permitan una eficaz separación del líquido respecto al medio de cambio iónico, sin cegamiento o -  
5 bloqueo de las mismas. Tal filtro se extiende enteramente a través de todo el diámetro del recipiente 10. Tal como se muestra, el filtro 16 consta de una anilla de retención 100, una junta 102  
10 de un material tal como Neoprene, una lámina 104 de material de malla de alambre filtrante de grado IN 316, una rejilla de soporte 106, una segunda lámina 108 de material de malla de alambre filtrante de grado IN 316, una placa 110 de un grosor  
15 de 1/4 de pulgada (6,3 mm) taladrada con orificios de 1/2 pulgada (12,6 mm) de diámetro y distanciados entre sí en varios centímetros, y otra junta 112 de Neoprene que se apoya sobre un reborde interno 114. El medio filtrante 16 se asegura mediante pernos -  
20 116.

El recipiente 10 tiene un dispositivo superior 18 de entrada y/o salida, controlado por válvulas (no mostradas) para alimentación de líquido y aire; el recipiente tiene una abertura de ventilación de aire, no mostrada, dirigida a la atmósfera. También tiene dicho recipiente una salida inferior 30 para el material filtrado, situado debajo  
25

del filtro 16.

5 Cuando sea necesario, el recipiente tendrá otra salida inmediatamente por encima del dispositivo filtrante 16, controlada por una válvula, para el medio de cambio iónico (sin mostrar) (véase ulterior descripción de otros sistemas).

El recipiente 10 tiene una sonda 118 para pH.

10 La figura 2 muestra un sistema en el que se usa un recipiente reactor 10 y que consta de un tanque 200 de almacenamiento de suero lácteo a granel, conectado por una bomba 202 y una válvula 204 al recipiente 10; una bomba 206 de alimentación de agua, un conducto 208 de suministro de aire, un tanque de retención 210 provisto de una salida inferior conectada a través de una válvula 212 al extremo superior del recipiente 10 y a una bomba 214. Esta bomba alimenta a un tanque de producto 216.

20 La base del recipiente 10 tiene una salida 30 (figura 1) que conduce a una válvula 218 provista de dos salidas, una de ellas conectada, a través de una bomba de reciclado 220, al extremo superior del recipiente 10. La misma salida está conectada a las válvulas 222 y 224. Esta última está conectada al extremo superior del tanque de retención 210. Un conducto 226 de suministro de aire está co-

25

nectado al extremo superior del tanque de retención 210.

Un tanque 228 de reposición de ácido es  
tá conectado, a través de una bomba dosificadora de  
ácido 230, al recipiente 10, y un tanque 232 de re-  
posición de álcali está conectado, a través de una  
bomba 234, a dicho recipiente 10.

El sistema mostrado en la figura 2 es  
capaz de funcionar de acuerdo con un modo "1:1:1",  
es decir, que proporciona una etapa de carga del  
medio con material proteínico, una etapa de lavado  
del medio con agua y una etapa de regeneración del  
medio para separar material proteínico de dicho me-  
dio en solución en el líquido regenerante.

Las figuras 3(a) a 3(g) muestran clara-  
mente todo el ciclo de acontecimientos.

La figura 3(a) muestra la llegada de -  
suero desde el tanque 200. El material celulósico  
se representa en reposo en 201. La figura 3(b) mues-  
tra la corrección de pH usando ácido clorhídrico -  
del tanque 228 y absorción de material proteínico  
por medio celulósico mientras éste y el suero se  
agitan y mezclan mediante el agitador 12.

El medio celulósico resulta cargado de  
material proteínico del suero y cesa la agitación,  
después de lo cual se aplica aire a presión por en  
cima de la suspensión de suero agotado de material

proteínico y de medio cargado del mismo, como se muestra en la figura 3(c), para facilitar el drenaje de suero agotado a través del dispositivo filtrante 16. El líquido agotado pasa al drenaje. Qu  
5 eda así separado el medio del líquido, después de lo cual se admite agua limpia en el recipiente 10 desde una fuente de suministro, no mostrada. Luego se acciona el agitador 12 para asegurar el mezclado de medio y agua y con él el lavado del medio, como se  
10 muestra en la figura 3(d).

Se admite de nuevo aire a presión para facilitar la separación del medio y del agua de la  
vado (esta etapa no se muestra), pasando el agua - de lavado al drenaje o a un tanque separado de almacenamiento de agua (sin mostrar).  
15

Luego se pasa aire a presión al tanque de retención 210 para forzar el agua contenida en él al interior del recipiente 10 (figura 3(e)). Des  
pués de esto, se añade solución de sosa cáustica pa  
20 ra obtener un líquido regenerador con el correcto pH y se pone de nuevo en funcionamiento el agitador 12 para conseguir un minucioso mezclado del medio con la solución regenerante (figura 3(f)). El medio pier  
de material proteínico y es regenerado. El regenerante  
25 se enriquece en material proteínico.

Luego se admite aire a presión en el re  
cipiente 10 para facilitar la separación del regene

rante respecto al medio. El aire a presión fuerza al regenerante a través del dispositivo filtrador 16 y al exterior del recipiente 10. El regenerante, o licor-producto, como se denomina, pasa directamente a una planta de ultrafiltración para la separación de material proteínico útil, o al tanque de retención 210.

La opción de devolver el producto al tanque 210 se muestra solamente a efectos complementarios para indicar que, si se desea, puede efectuarse una segunda etapa de adsorción mezclando el licor producto con medio completamente regenerado en el recipiente 10, para enriquecer más aún el licor-producto.

Tal método sería del tipo 2.1.1. Si se desea, pueden efectuarse dos etapas de regeneración, de manera que se practique un método 2.1.2.

El licor totalmente enriquecido sería pasado al tanque 210, e inmediatamente después bombeado desde este tanque al de retención de producto 216, mediante la bomba 214, funcionando en consecuencia la válvula 212.

En las figuras 3(b), 3(d) y 3(f) se muestra en funcionamiento la bomba 220 para poner el líquido que hay por debajo del dispositivo filtrante 16 en circulación de retorno hacia el recipiente situado por encima del medio filtrante citado. La fi-

nalidad de esto es la de asegurar un tratamiento óptimo del líquido durante la absorción de proteína por el medio, un uso óptimo del agua durante el lavado y un enriquecimiento óptimo del licor durante la regeneración del medio. El recipiente mostrado es del tipo dotado de una base totalmente cóncava para darle solidez y resistencia a la presión interna. También es posible usar un recipiente de fondo plano en el que el medio filtrante esté cerca de la base, siempre que ésta se construya con la suficiente solidez. En tal caso, el volumen de líquido por debajo del dispositivo filtrante será pequeño y no resultará necesaria una recirculación forzada. Una circulación natural a través del dispositivo filtrante asegura una óptima interacción líquido-medio en tales casos.

Todas las etapas se realizan en el recipiente 10, permaneciendo siempre el medio en el mismo. Este es un sistema especialmente sencillo, con la ventaja de la ausencia de transferencia de medio desde un recipiente a otro, reduciéndose así las necesidades de energía.

El sistema mostrado en las figuras 2 y 3, basado en el recipiente que se ilustra en la figura 1, representa el más sencillo tipo de sistema de módulo simple. El aire a presión diferencial a través del filtro 16 y los requisitos sobre canti-

dades tratadas dan un tamaño de recipiente básico de unos 8 pies de diámetro por 8 pies de altura - (2,43 x 2,43 m). Tal módulo básico es capaz de ma  
5 nipular unos 10.000 galones (37.853 litros) diarios de suero lácteo, por ejemplo. Una planta típica pue  
de requerir 6 módulos que den una capacidad de 60000 galones (227.118 litros) por día.

Es esencial un lavado posterior a la -  
etapa de carga del medio con proteína, para eliminar  
10 los materiales no absorbidos por el medio. Estos son típicamente la lactosa y el material proteínico crudo. Asimismo, el líquido crudo adherido es eliminado en esta etapa.

En una modificación (no mostrada), el -  
15 medio filtrante puede extenderse solamente a través de parte de la base del recipiente; por ejemplo, - puede extenderse solamente sobre una porción central. Puede presentar la forma de un bajo cilindro vertical de malla filtrante anular, cerrado en su extremo supe  
20 rior por una pared de criba filtrante horizontal. El cilindro se extendería por encima del nivel general de la base del recipiente solamente en unos centíme  
tros o no más de 30 cm aproximadamente. La base del recipiente podría ser generalmente plana en tal caso.

25 La figura 4 muestra un recipiente reactor 250 que contiene un agitador 251, un dispositivo fil  
trante 252, controles del nivel del líquido o células

de carga 253 y una sonda 254 para supervisar el valor del pH del líquido contenido en el recipiente. Este último presenta en su extremo superior una entrada 260, controlada por una válvula 262, para la alimentación de líquido crudo, una entrada 264, controlada por una válvula 266, para aire a presión; una entrada 268, controlada por la válvula 270, para el agua de lavado; y una entrada 272, controlada por la válvula 274 para la adición de reactivo ácido 300; una entrada 276, controlada por la válvula 278, para la adición de reactivo alcalino 302; y una entrada 280, controlada por la válvula 282, para la adición de regenerante desorbente.

El recipiente tiene una válvula de salida superior 284 para liberar aire a presión después de cada etapa de descarga de líquido. También tiene una salida inferior 286, con una válvula 288, para el agua de lavado reciclada, una válvula 290 para la descarga al drenaje y una válvula 292 para el reciclado de eluado desorbente, es decir, regenerante rico en proteína. Los tanques 293, 294 y 295 son los respectivos tanques de retención.

Todas las etapas se realizan en el recipiente 250. La secuencia de operaciones es la siguiente, suponiendo que el citado recipiente contenga un medio de cambio iónico celulósico desmenuzado, en condiciones de máxima receptividad, dis-

puesto para la absorción de proteína del suero lácteo.

5 Se suministra suero lácteo líquido y cru  
do desde el tanque 293 al recipiente 250, mediante -  
la bomba 400 para elevar el nivel hasta el dispositio  
10 vo de control de nivel superior o carga decidida por  
las células de carga. Simultáneamente con esta carga,  
se añade ácido al suero contenido en el reactor 250,  
para proporcionar el correcto pH 3 de cambio iónico.  
Se acciona el agitador 251, para mezclar el líquido  
15 y el medio en la correcta condición de pH, de mane-  
ra que la proteína del líquido sea absorbida por el  
medio, que queda así cargado de proteína. Esta eta-  
pa es la primera del tratamiento de la corriente e-  
fluente de suero lácteo. El líquido del recipiente  
250 contiene ahora una cantidad considerablemente  
reducida de proteína auténtica y puede pasarse al -  
desagüe a través de la salida 286 y de la válvula  
290, o bien a un tanque intermedio (no mostrado) si  
se requiere más de una etapa de adsorción.

20 Se pasa aire a presión al recipiente  
250, a través de la válvula 266 y de la entrada 264,  
para acelerar la filtración del líquido respecto al  
medio, Luego se pasa agua al recipiente 250 desde -  
el tanque 294 a través de la bomba 402, de la válvua  
25 la 270 y de la entrada 268. Este agua es una previa-  
mente usada, almacenada en el tanque 294, a fin de  
reducir el uso total de agua. Se pone en funciona-

miento el agitador 251 para mezclar el medio y el agua, a fin de diluir y eliminar del medio las sustancias indeseadas, tales como lactosa. Se retira el agua hacia el drenaje, por medio de la salida 286 y de la válvula 290; parte de ella puede devolverse al tanque 294 a través del conducto 416 y de la válvula 288. Se aplica aire a presión por encima de la superficie del líquido contenido en el recipiente 250, para formar el agua hacia el interior del tanque. El exceso de agua se pasa al drenaje a través de la válvula 290.

Pueden efectuarse etapas de lavado adicionales si se desea, hasta que el medio sea puesto en la condición deseada, siendo las etapas de lavado directas o a contracorriente. Luego se pasa solución regenerante o desorbente parcialmente consumida al recipiente 250, desde el tanque 295, a través de la bomba 403, el conducto 404, la válvula 282 y la entrada 80. Se pone en funcionamiento el agitador 251 para mezclar el medio y el regenerante, a fin de completar una primera etapa de regeneración de dicho medio. El regenerante toma proteína en solución y por tanto resulta consumido. El medio queda totalmente regenerado, al perder su contenido proteínico. El regenerante consumido se pasa al tanque 295, a través de la salida 286, el conducto 418 y la válvula 292, proporcionando el aire a presión

aplicado la fuerza motriz que se ejerce sobre la superficie líquida del recipiente 250.

5 El tanque tiene una salida 450 por la que se pasa licor regenerante rico en proteína a subsiguientes etapas del proceso general. Tras la retirada de algún licor del tanque 295, se añade solución de sosa cáustica fresca a este tanque - desde una fuente de suministro (no mostrada), a fin de restablecer la concentración de regenerante en el líquido contenido en el referido tanque. Es decir, el regenerante contiene entonces relativamente poca proteína.

15 El medio queda así preparado para interactuar con material de alimentación crudo procedente del tanque 293, tal como se describe anteriormente al comienzo del ciclo, que puede repetirse usando el mismo medio de cambio iónico. Finalmente, este medio resulta menos efectivo y parcialmente degradado. Puede ser necesario retirar el medio enteramente del recipiente 250, lo cual puede efectuarse a través de una salida 452 y de la válvula 454.

25 Puede pasarse medio frasco al interior del recipiente 250, a través de una abertura superior (no mostrada) provista de una tapa, o en forma de suspensión por medio de una bomba (no mostrada) desde un tanque (también sin mostrar).

Una secuencia típica de operaciones para el método realizado por el sistema mostrado en la figura 4, sería la siguiente:

- 5 1. Mezclado de licor crudo con medio durante 15 a 20 minutos;
2. Drenaje de licor durante 5 a 10 minutos;
3. Introducción de agua de lavado durante 5 minutos;
- 10 4. Mezclado para lavar el medio durante 10 minutos;
5. Drenaje de agua de lavado durante 5 a 10 minutos;
- 15 6. Introducción de regenerante, es decir, líquido desorbente, durante 5 minutos. Asimismo, adición de álcali para dar un pH de 9;
- 20 7. Mezclado para absorción de material proteínico por el desorbente, durante 15 a 25 minutos;
8. Drenaje de desorbente durante 5 a 10 minutos;
- 25 9. Introducción de licor de suero lácteo crudo durante 5 minutos a un pH de 6 e introducción simultánea de ácido para dar un pH de 3.

Un ciclo típico requeriría unas 3 horas.

Se precisan unas 3 horas por día para la plena depu-  
ración del medio, usando solución de sosa cáustica  
para asegurar una perfecta higiene. Esto se conoce  
por "limpieza in situ". Son pues posibles unos 7 -  
5 ciclos por día.

La figura 5 muestra una segunda versión  
de aparato y método, en la que se usan cinco reci-  
pientes reactores R1 a R5, cada uno de ellos simi-  
lar al recipiente 10 descrito anteriormente. Seis  
10 tanques de retención HT1 a HT6 están provistos de  
tres bombas P1 a P3 asociadas respectivamente a las  
salidas de los tanques HT1, HT2 y HT3. Las bombas -  
se disponen para suministrar líquido desde los tan-  
ques a entradas superiores de los recipientes reac-  
tores a través de una serie de tuberías y válvulas  
de control CV. Las salidas dispuestas en las bases  
15 de los recipientes reactores están conectadas median-  
te otros conductos a las entradas superiores de los  
tanques HT1 a HT4, a través de válvulas de control  
CV y válvulas de funcionamiento manual V.  
20

Se dispone un conducto 320 de alimenta-  
ción de agua y también un conducto 322 de alimenta-  
ción de efluente crudo a través de una bomba 324, -  
cuyos dos conductos se dirigen a las entradas supe-  
25 riores de los recipientes de reacción.

El tanque HT6 tiene un conducto 326 de  
suministro de agua y unos dispositivos 328 y 330 de

control de nivel de la misma. La salida del tanque HT6 está conectada al lado de la bomba P1 dispuesto corriente arriba.

5 El tanque HT1 tiene una salida de rebogamiento conectada al tanque HT5, desde cuya salida básica puede retirarse líquido rico en proteína por 331.

El tanque HT4 tiene la salida de su base conectada a una conexión de drenaje 332.

10 En la figura 5, CV indica una válvula de control automáticamente accionable, y V indica una válvula de funcionamiento manual que puede usarse en casos de emergencia y durante procedimientos de sedimentación. Se han omitido los conductos de suministro de aire e igualmente los suministros de ácido y álcali para corrección del pH, como asimismo el suministro de regenerante fresco y un sistema completo de reciclado de agua, a efectos de simplificación.

20 El método realizado en cada tanque es similar al descrito en relación con la figura 4 y es suficiente referirse a la figura 6, que muestra un ciclo completo de funcionamiento.

25 En la figura 6 es de destacar que el líquido contenido en HT1 es parcialmente pasado a HT5 y que al líquido restante en HT1 se añade regenerante fresco, tal como solución de sosa cáustica,

5        antes de que tal líquido sea retirado de HT1 para  
llenar cualquier recipiente reactor. También puede  
retirarse agua de HT6 cuando se requiera para comple-  
mentar la alimentación a cualquier recipiente desde  
HT1.

10        El tanque HT1 contiene siempre una solu-  
ción de proteína en líquido regenerante, cuyo conte-  
nido proteínico pueda ser máximo o mínimo. El tan-  
que HT2 contiene siempre alimentación líquida par-  
cialmente tratada. El tanque HT3 contiene siempre  
regenerante parcialmente consumido. El tanque HT4  
contiene siempre efluente líquido totalmente trata-  
do y es intermitente y parcialmente vaciado hacia  
el drenaje a través del conducto 332.

15        Las bombas P1, P2 y P3 son accionables  
para suministrar líquido desde los tanques HT1, HT2  
y HT3 a los recipientes R1, R2, R3 y R4 en la medi-  
da requerida. El aire a presión aplicado por encima  
del líquido en los recipientes se usa para forzar -  
20        tal líquido a los tanques HT1 a HT4.

25        La figura 7 muestra otra versión de la  
invención, en la que se emplean cinco recipientes  
reactores R1 a R5, junto con dos tanques de reten-  
ción HT1 y HT2 y cinco conos de transferencia C1 a  
C5.

En esta versión, el medio pasa de uno a  
otro recipiente a contraflujo respecto a la dirección

de transferencia del líquido objeto de tratamiento. En la figura 7 las líneas continuas representan tuberías a lo largo de las cuales fluye líquido desde los tanques de retención a los recipientes y viceversa; las líneas discontinuas representan tuberías a lo largo de las cuales fluye suspensión de medio y líquido desde los recipientes a los conos y viceversa; y las líneas de trazos cortos y largos representan tuberías a lo largo de las cuales se suministra aire a presión a los recipientes para forzar líquido al exterior de ellos, o a través de las cuales se expulsa aire de tales recipientes.

Si se considera primeramente una carga particular de alimentación, ésta se muestra pasando a través de la válvula V6 al recipiente R1, donde se mezcla, mediante accionamiento del agitador, con medio parcialmente consumido, para agotar totalmente éste último (es decir, para determinar un contenido máximo de proteína en el mismo). Se reduce así parcialmente el contenido proteínico del líquido de entrada (es decir, se ha efectuado la primera etapa de separación de proteína).

Luego se fuerza la suspensión de medio y líquido mediante aire a presión a C3, pasando casi inmediatamente de C3 a R3. El medio completamente consumido y totalmente cargado de proteína permanece en R3. El líquido pasa al exterior de R3 a

través de V15, mediante aire a presión aplicado al tanque de retención HT1. El líquido fluye luego desde HT1 a R2, donde se mezcla con medio totalmente regenerado (es decir, libre de proteína), de manera que se efectúa la segunda etapa de separación de proteína del líquido. El aire se expulsa de R2 a través del conducto señalado con trazado con líneas de trazos cortos y largos, a la válvula de ventilación V24 durante el flujo hacia R2.

Luego se fuerza la suspensión de medio y líquido mediante aire a presión hacia el interior del cono C1, fluyendo casi inmediatamente a R1. A continuación se abre la válvula V13 y pasa como efluente líquido totalmente tratado al drenaje, mientras se aplica aire a presión sobre la suspensión contenida en el recipiente, para facilitar la filtración. El medio parcialmente consumido, que contiene proteína pero no está totalmente cargado, permanece, siendo retenido por el medio filtrante en R1.

El medio totalmente cargado que quedó en R3, retenido allí por el filtro, es lavado mediante agitación con agua durante la etapa de reacción, simultáneamente con la segunda etapa de separación de proteína del líquido contenido en R2. Seguidamente se transfiere la suspensión de agua y medio, mediante aire a presión, a C4 y casi inmediata

mente a R4, donde es nuevamente agitada. Después se abre la válvula V16 para permitir el flujo del agua de lavado al drenaje bajo la aplicación de aire a presión, mientras el medio totalmente cargado permanece en R4, retenido por la criba.

Luego se pasa regenerante parcialmente consumido (es decir, que contiene alguna proteína disuelta) desde HT2 a R4 y se agita con el medio - para agotar totalmente al regenerante (es decir, elevar al máximo su contenido proteínico). Se efectúa así la primera etapa de separación de proteína del medio, el cual es parcialmente regenerado y contiene ahora una menor cantidad de proteína. Luego se obliga a la suspensión de medio y líquido a pasar, mediante aire a presión, a C5 y desde aquí a R5.

Se abre la válvula V17 para permitir el paso de licor regenerante rico en proteína a otro tanque 500, bajo aplicación de aire a presión para facilitar la filtración. El tanque 500 tiene un control 501 del nivel de líquido para agente regenerante fresco, tal como solución de sosa cáustica, e incluye asimismo un paso de salida 502, de manera que pueda retirarse licor rico en proteína para su subsiguiente tratamiento. Se introduce en dicho tanque seguidamente solución fresca de sosa cáustica - para restablecer un mínimo de concentración proteí-

5 nica. Luego se pasa el regenerante fresco a R5 desde el tanque 300 y se mezcla con el medio para efectuar la segunda etapa de regeneración de éste último, es decir, la segunda etapa de separación de proteína.

10 A continuación se transfiere la suspensión a C2, a través de la válvula V22, hasta R2. Se abre la válvula V14 para permitir el flujo de regenerante parcialmente consumido a HT2, con aplicación de aire a presión. El medio queda así totalmente regenerado.

15 El licor regenerante parcialmente consumido contiene la última porción de la proteína de la carga de líquido de entrada primeramente considerada. Se pasa desde HT2 a R4, donde se mezcla con medio que contiene proteína, procedente de la siguiente carga de líquido de entrada a tratar. Finalmente, el licor regenerante, ahora totalmente cargado de proteína, pasa con el medio, bajo aire a presión, a 20 C5 y desde aquí a R5. Luego pasa el licor desde el medio, a través de V17, al tanque de producto 500, bajo aplicación de aire comprimido. Esto completa la separación de proteína de una carga de entrada de líquido a tratar.

25 La figura 7 muestra tres etapas generales:

Etapa 1, en la que tienen lugar interac

ciones, concretamente la primera etapa de absorción de proteína mediante cambio iónico entre líquido de entrada crudo y medio, parcialmente consumido en R1; la segunda etapa de absorción de proteína mediante cambio iónico entre líquido parcialmente tratado y medio totalmente regenerado en R2; lavado de medio en R3; primera etapa de separación de proteína del medio en R4 mediante cambio iónico con líquido regenerante; y segunda etapa de separación de proteína del medio mediante cambio iónico con líquido regenerante en R5.

Situación

1. Conos C1, C2, C3, C4 y C5 - vacíos
2. Tanques de retención de licor HT1 y HT2 - cargados
3. Sistema de alimentación de eluante (regenerante) cargado.

Acciones

1. Cierre de todas las válvulas
2. Apertura de las válvulas V6, V7, V8, V9, V10 y V24
3. Los controles de nivel en los reactores R1, R3 y R5 definen el comienzo del período de reacción
4. Puesta en funcionamiento de los agitadores
5. Tiene lugar la operación durante el período de reacción.
6. Cierre de todas las válvulas.

La etapa de lavado separa la lactosa in-  
deseada y otros contaminantes solubles y partículas  
seltas del medio. El método descrito en 2:1:2.

Etapa II, en la que se transfiere suspensión de me-  
dio desde los conos a los recipientes y viceversa.

5

Comprende dos fases:

Fase A:

Situación

10

1. Todos los productos de reacción es-  
tán en los reactores R1, R2, R3, R4  
y R5
2. Tanques HT1 y HT2 de retención de li-  
cor vacíos.

Acciones

15

1. Cierre de todas las válvulas
2. Apertura de las válvulas V18, V19,  
V20, V21, V22 y V23
3. Rotación de los agitadores
4. Tras la transferencia total (P de pre-  
sión de los conductos de aire), cierre  
de todas las válvulas.

20

Fase B:

Situación

25

1. Todos los productos de reacción en C1,  
C2, C3, C4 y C5
2. Tanques de retención de líquido HT1 y  
HT2 vacíos
3. Reactores R1, R2, R3, R4 y R5 vacíos

Acciones

1. Cierre de todas las válvulas
2. Apertura de V24

3. Apertura de las válvulas V1, V2, V3, V4 y V5
4. Rotación de los agitadores
5. Después de la descarga total, cierre de todas las válvulas.

5

Etapa III: en ella, se transfiere líquido desde los recipientes, parte a los tanques de retención, y des de éstos a los recipientes.

10

- Situación
1. Todos los productos de reacción en los reactores R1, R2, R3, R4 y R5
  2. Conos de transferencia C1, C2, C3, C4 y C5 vacíos.

15

- Acciones
1. Cierre de todas las válvulas
  2. Apertura de las válvulas V13, V14, V15, V16 y V17
  3. Apertura de V23
  4. Parada de los agitadores
  5. Tras una completa transferencia (P de la presión de los conductos), cierre de todas las válvulas.

20

En la figura 7 los tanques de retención son más altos que los recipientes, de manera que el flujo es por gravedad desde los tanques.

25

En los métodos anteriormente descritos la manipulación del medio es tal que se reduce al mínimo la degradación por fricción y presión. O no se mueve en absoluto el medio del recipiente en el

que interactúa con el líquido o bien es transferido usando aire a presión a los conos, en los que el medio permanece sólo brevemente. En ellos se produce poca o ninguna sedimentación y la suspensión del medio es pasada muy rápidamente al siguiente recipiente y agitada una vez más para mantener sus óptimas características físicas. Esto es especialmente importante con medio de cambio iónico celulósico, acerca de cuyos detalles, así como de los relativos a su preparación para su uso, puede consultarse a The Viscose Development Company Ltd., de Inglaterra, que suministra un medio adecuado bajo el nombre comercial de "Vistec". Puede disponerse de medio tanto de tipo aniónico como catiónico y, aunque los métodos anteriormente descritos se destinan especialmente a la recuperación de proteína de suero lácteo, usando medio aniónico, los métodos son generalmente aplicables al tratamiento de muchas corrientes líquidas, ya sea sólo a efectos de limpieza para adecuar el efluente a su descarga en ríos, etc., o también para la recuperación de valiosos materiales orgánicos contenidos en el líquido, tales como proteínas, enzimas y otras sustancias macromoleculares.

El recipiente reactor con fondo filtrante anteriormente descrito ha sido sometido a ensayos y ha resultado ser satisfactorio después de 2000 ciclos de funcionamiento, usando tela metálica de 50  $\mu$

llas. Como variante, puede usarse una criba de alambre en cuña, como se menciona anteriormente, o algún otro tipo de medio filtrante.

5 El ulterior tratamiento del líquido rico en proteína retirado del tanque de producto, como queda descrito, no se expone con detalle, sino que bastará indicar que la solución es concentrada mediante ultrafiltración o bien por evaporación directa, requiriendo probablemente este último proceso la previa cristalización de impurezas antes de la evaporación y secado finales. La ultrafiltración permite el paso de impurezas desde la proteína; también es factible el lavado del producto dentro de la unidad de ultrafiltración, si se requiere.

15 El líquido de entrada crudo puede someterse a pretratamiento si fuese necesario para separar partículas sólidas bastas, grasa u otros ingredientes que pudieran reducir la eficiencia de las etapas de cambio iónico y lavado.

20 En las anteriores descripciones se ha omitido el exponer las acciones de limpieza periódicas requeridas para asegurar unas condiciones de operación higiénicas y limpias, de manera que la proteína recuperada ofrezca condiciones de seguridad y esté libre de cualquier contaminación nociva. Esta precaución es típicamente necesaria en la manipulación de líquido de suero lácteo en las plantas

de tratamiento.

El método descrito con referencia a la figura 6 presenta la adicional ventaja de que el medio es repetidamente retirado de los recipientes - reactores, de manera que resulta fácilmente factible una continua supervisión o comprobación en laboratorio de las propiedades físicas, químicas, biológicas y otras del medio. Esto significa que pueden mantenerse unos niveles de seguridad muy elevados. El medio puede extraerse fácilmente del ciclo y reponerse cuando sea necesario.

Usando los métodos anteriormente descritos pueden manipularse grandes cantidades de materiales, por ejemplo del orden de 60.000 galones (227.118 litros) al día.

Los recipientes reactores de fondo filtrante se han descrito en el sentido de recibir aire a presión por encima de la suspensión durante el filtrado, para facilitar el drenaje del líquido a través del dispositivo filtrante. Puede emplearse sin embargo una filtración ayudada por vacío en lugar de por aire a presión positiva.

Los métodos anteriormente descritos a modo de ejemplos pueden modificarse para cambiar el número de etapas de absorción de proteína, separación de proteína del medio o lavado del mismo. En caso necesario pueden introducirse también etapas de la-

vado del medio después de la regeneración.

5 Son posibles muchos y diferentes planes de operación, todos ellos basados en el uso de uno o más recipientes reactores de fondo filtrante del tipo descrito, en los que permanece continuamente el medio o entre varios de los cuales es transferido éste. Como variante, el medio puede permanecer en un recipiente durante más de una etapa y pasarse luego a otro durante las etapas subsiguientes.

10 En los métodos anteriormente descritos, el medio es separado del líquido en el mismo recipiente en que tienen lugar las interacciones o bien es sometido a separación del líquido antes de que sea totalmente consumido. En el método descrito con  
15 referencia a la figura 7, la secuencia básica es la siguiente: agitación de la suspensión, transferencia de la misma, filtración para separar líquido del medio y paso del líquido al recipiente al que se transfiera la suspensión. Es factible un método variante  
20 en el que la secuencia es como sigue: agitación de la suspensión, filtración en el mismo recipiente para separar líquido del medio, paso de líquido al mismo recipiente y transferencia de la resultante suspensión.

25 En el aparato anteriormente descrito, las válvulas de control del proceso pueden accionarse automáticamente bajo el control de un controlador

principal programable. Tal como queda dicho, son también necesarias válvulas de funcionamiento manual, pero se han omitido de la figura 7 a efectos de simplificación. Se han mencionado controles para los niveles de líquido y para supervisar los valores de pH, siendo factible incorporar tales controles y otros que puedan ser necesarios en un sistema automáticamente controlado.

Los materiales, forma, tamaño y disposición de los elementos serán susceptibles de variación, siempre que ello no suponga una alteración en la esencialidad del invento.

Los términos en que se ha redactado esta memoria deberán ser tomados siempre en sentido amplio, no limitativo.

REIVINDICACIONES

Se reivindica como de propia y nueva invención, a favor de CLARKE CHAPMAN LIMITED, domiciliada en Victoria Works, Gateshead, Tyne and Wear (Inglaterra), lo especificado en las siguientes reivindicaciones:

1.- Método para la realización de cambio iónico entre un medio de cambio iónico celulósico y un líquido que contenga material proteínico, en el curso del cual se mezclan el medio y el líquido mediante agitación, después de lo cual el medio es separado del líquido, se mezcla con regenerante mediante agitación y se separan el medio y el regenerante; caracterizándose tal método porque después de separarse el medio y el líquido, el primero se mezcla con líquido de lavado mediante agitación y el medio y el líquido de lavado se separan, y porque todas las operaciones de mezclado, de cambio iónico y de separación se realizan por lo menos en un recipiente (10) que contenga un filtro (16) y un agitador (12) situado por encima del filtro, y porque para facilitar la separación del medio respecto de uno de los líquidos, se aplica aire a presión diferencial a través del filtro (16).

2.- Método para la realización de cambio iónico entre un medio de cambio iónico, celulósico y un líquido que contenga material proteínico,

MCE

según la reivindicación 1, caracterizado porque todas las operaciones de mezclado, de cambio iónico, de lavado y de separación se realizan en el mismo recipiente.

5                   3.- Método para la realización de cambio iónico entre un medio de cambio iónico, celulósico y un líquido que contenga material proteínico, según la reivindicación 1, caracterizado porque se usan varios recipientes similares (10), en cada uno  
10 de los cuales tienen lugar las operaciones siguientes: mezclado de líquido que contenga material proteínico con medio; cambio iónico para enriquecer el medio; separación de líquido del medio; mezclado de líquido de lavado con medio; lavado del medio; separación de líquido de lavado del medio; mezclado de  
15 regenerante con medio; cambio iónico para enriquecer el regenerante y regenerar el medio y separación de regenerante del medio.

20                   4.- Método para la realización de cambio iónico entre un medio de cambio iónico, celulósico y un líquido que contenga material proteínico, según la reivindicación 1, caracterizado porque se usan varios recipientes similares (10) y porque se mezcla medio mediante agitación, en un primer recipiente (R1), con líquido crudo que contenga material  
25 proteínico, después de lo cual el medio totalmente cargado se pasa a otro recipiente (R3) en el que se

M. C. E.

separa de líquido y se mezcla y lava mediante agita  
ción con líquido de lavado, tras de lo cual el medio  
se pasa a otro recipiente (R4), en el que se separa  
de líquido de lavado y en el que dicho medio se mez  
5 cla mediante agitación con regenerante para efectuar  
una primera etapa de separación de material proteí-  
nico de tal medio, pasándose luego éste último a otro  
recipiente (R5), en el que se separa de líquido rege  
nerante y se mezcla mediante agitación con líquido  
10 regenerante fresco para efectuar una segunda etapa  
de separación de proteína del medio, después de lo  
cual el medio se pasa a otro recipiente (R2) en el  
que se mezcla por agitación con líquido que ha per-  
dido ya algún material proteínico y en el que tiene  
15 lugar una primera etapa de carga del medio, pasándo  
se seguidamente de nuevo el medio al primer recipien  
te (R1) para completar el ciclo.

5.- Aparato para realizar el cambio ión-  
nico según el método de la reivindicación 1, que -  
20 comprende por lo menos un recipiente de reacción do  
tado de un agitador y dispuesto para recibir líqui-  
do de uno o más tanques y para pasar líquido a uno  
o más tanques, caracterizado porque el recipiente  
(10) contiene un filtro (16) por debajo del agitador  
25 y porque el recipiente (10) está conectado a una fuen  
te de suministro de aire a presión o a una fuente de  
vacío para permitir la aplicación de aire a presión

ME

diferencial a través del filtro.

5 6.- Aparato según la reivindicación 5,  
caracterizado porque una bomba de recirculación  
(220) está conectada entre una salida situada en  
el extremo inferior del recipiente, por debajo del  
filtro (16), y una entrada dispuesta por encima de  
este filtro.

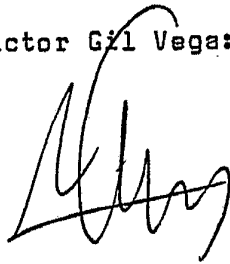
10 7.- "METODO PARA LA REALIZACION DE CAMBIO IONICO ENTRE UN MEDIO DE CAMBIO IONICO, CELULOSICO Y UN LIQUIDO QUE CONTENGA MATERIAL PROTEINICO Y APARATO PARA SU APLICACION".

15 Tal y como se deja descrito en la memoria precedente, que consta de treinta y ocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y planos de forma y tamaño reglamentarios.

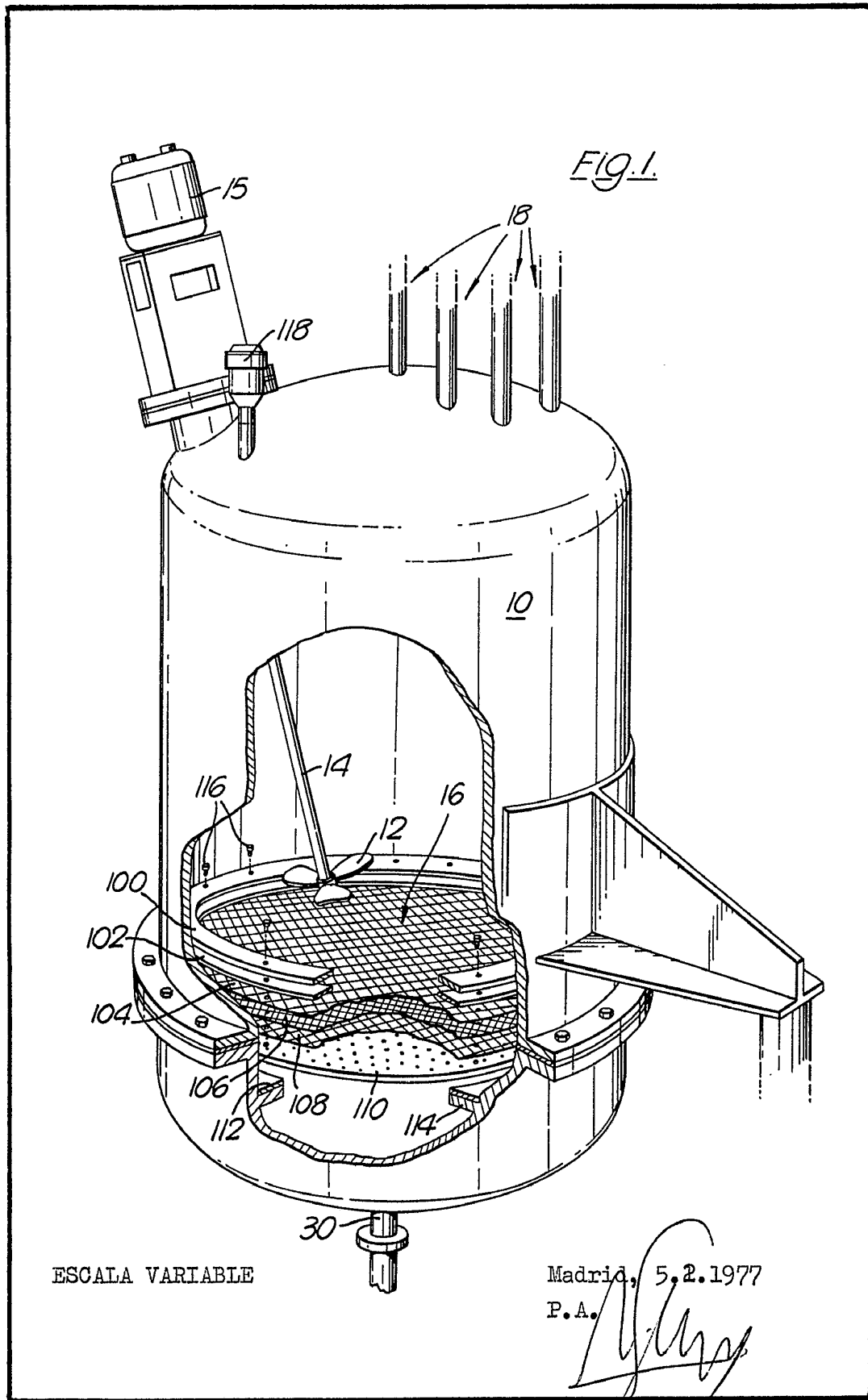
Madrid, 5 de Febrero de 1.977

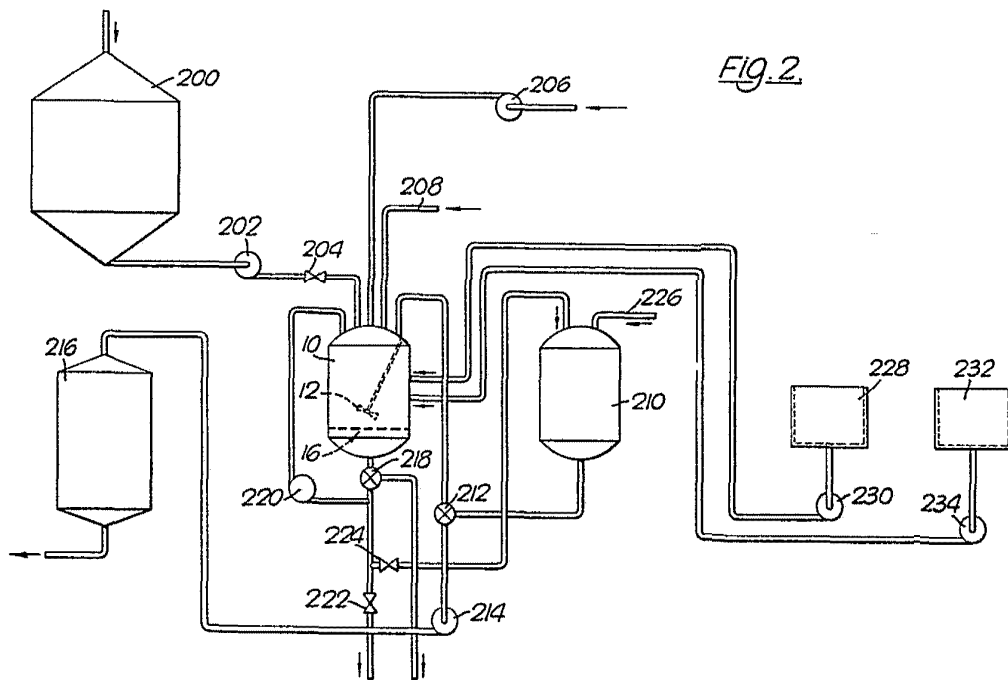
P.A. de CLARKE CHAPMAN LIMITED

Victor Gil Vega:



mge





ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.2.1977

P.A.

Fig. 3a.

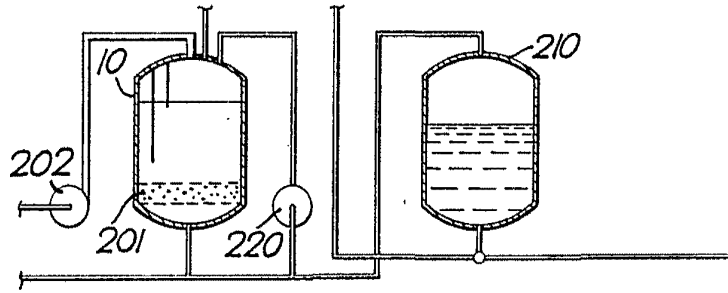


Fig. 3b.

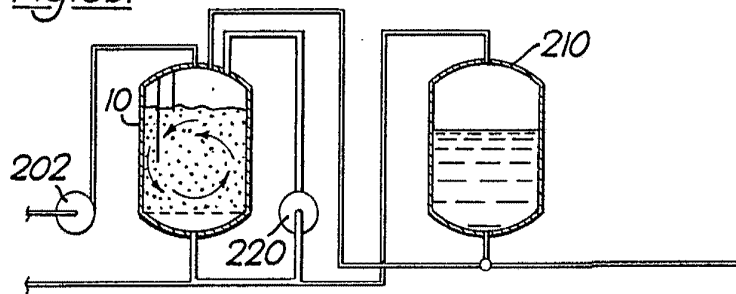


Fig. 3c.

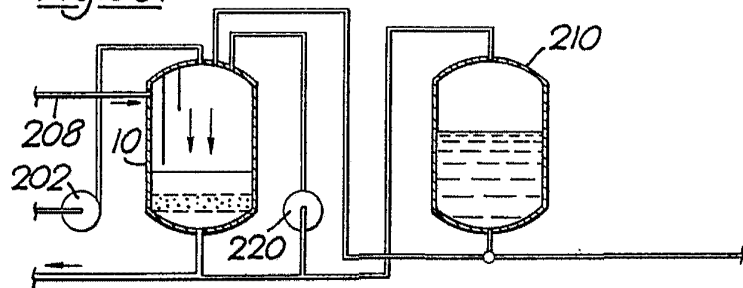
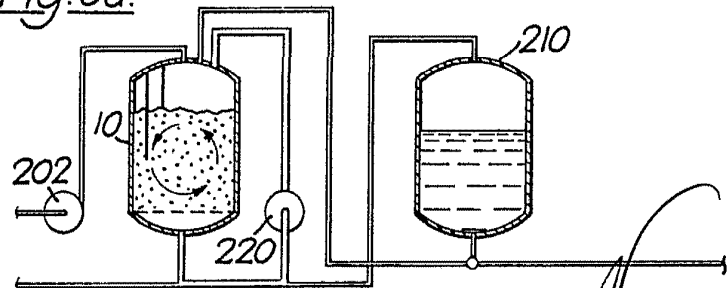


Fig. 3d.



ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.2.1977

P.A.

Fig. 3e.

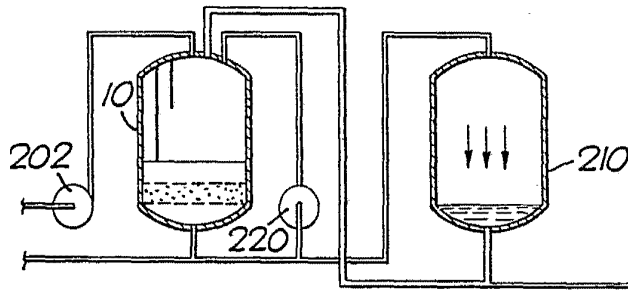


Fig. 3f.

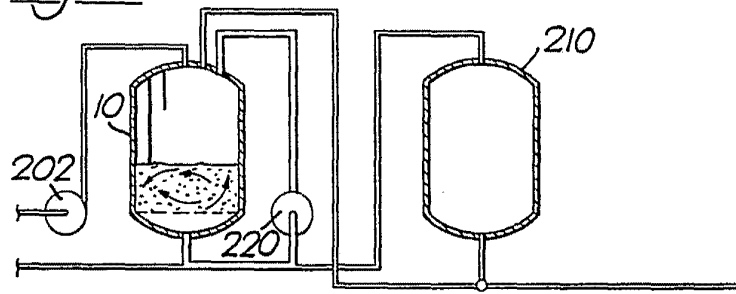
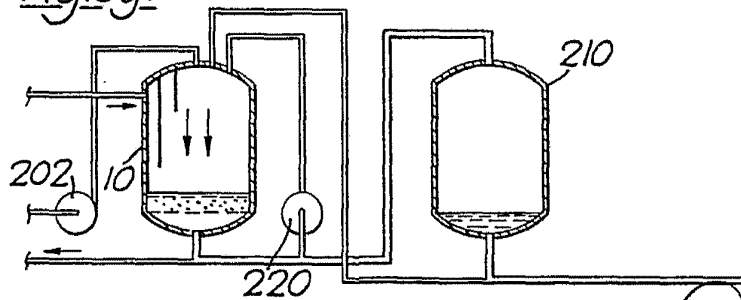


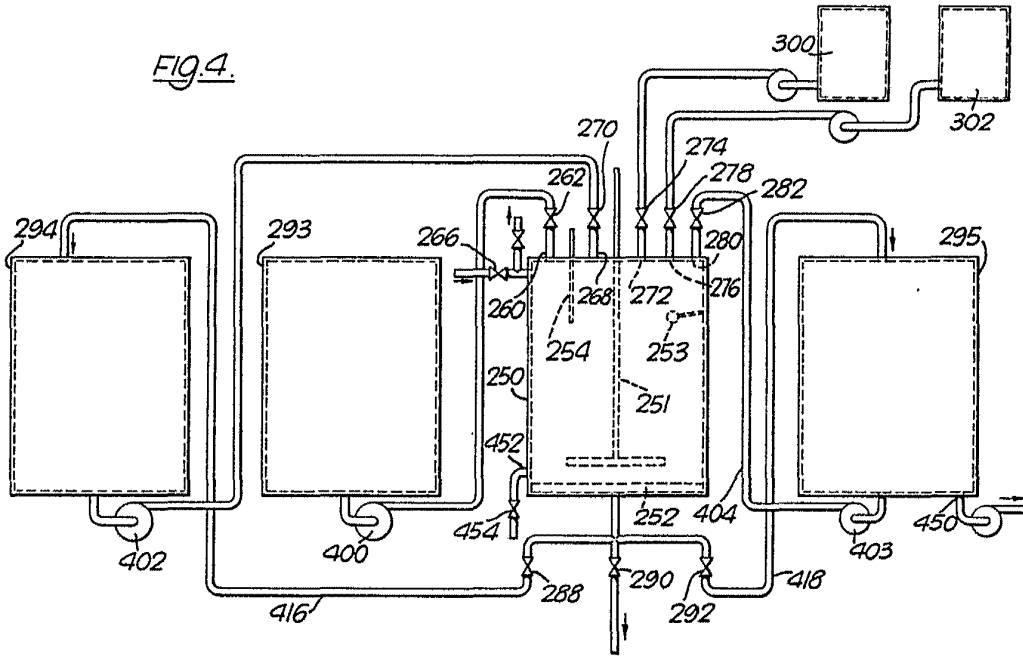
Fig. 3g.



ESCALA VARIABLE

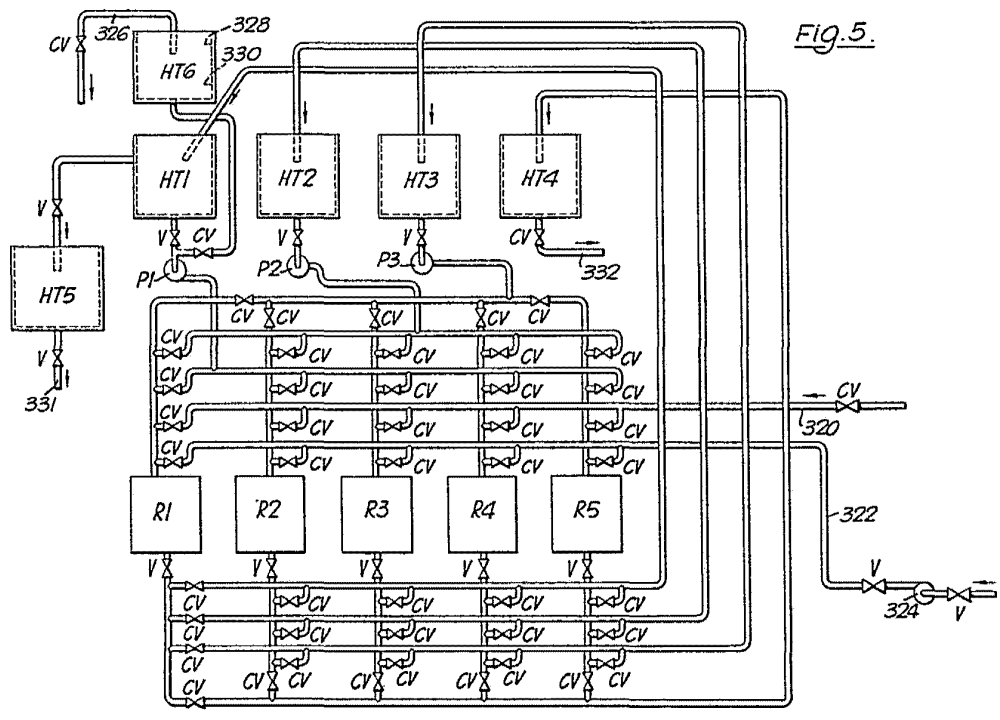
Madrid, 5.2.1977  
P.A.

FIG.4.



ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.2.1977  
P.A.

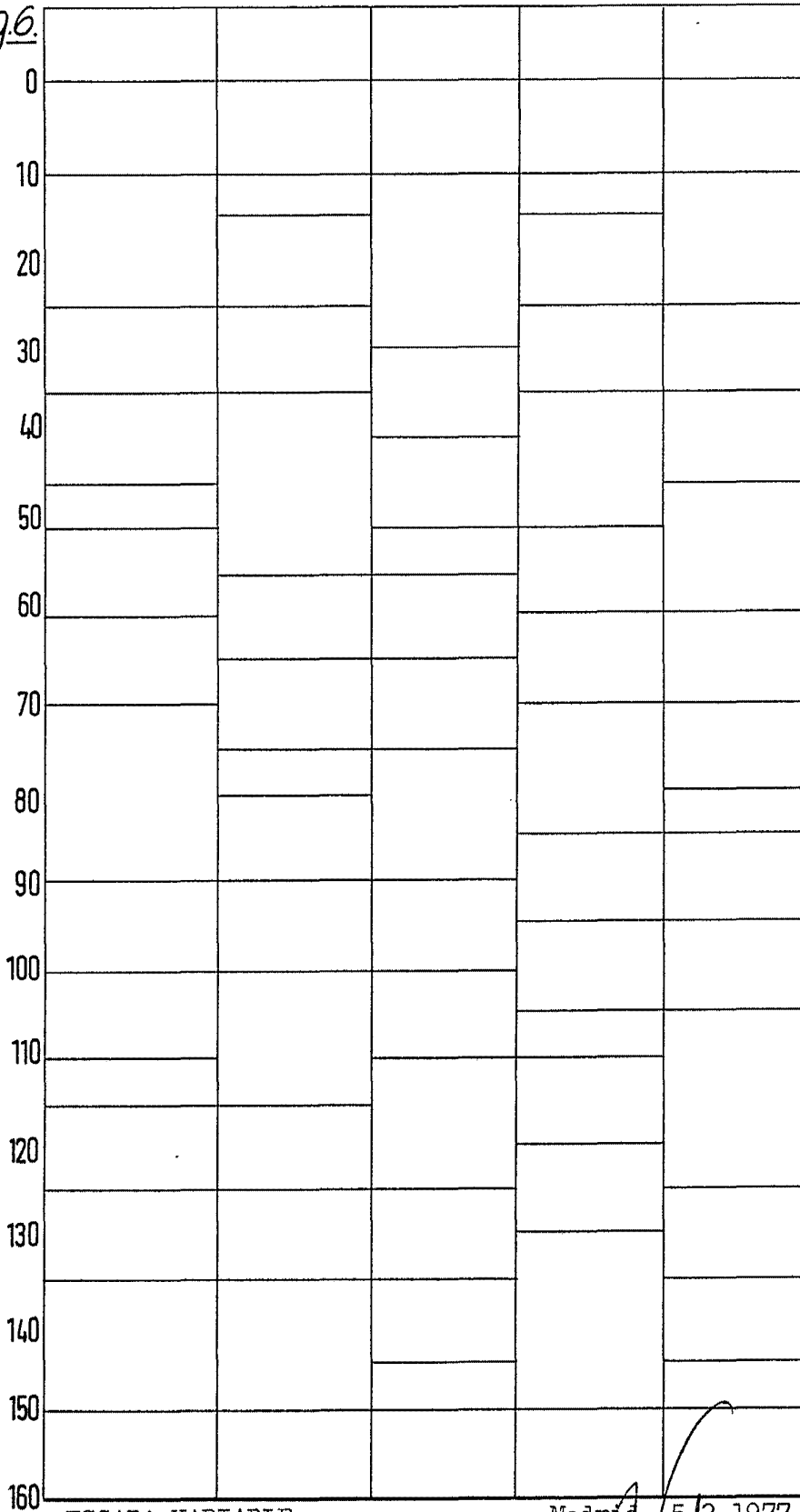


ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.2.1977

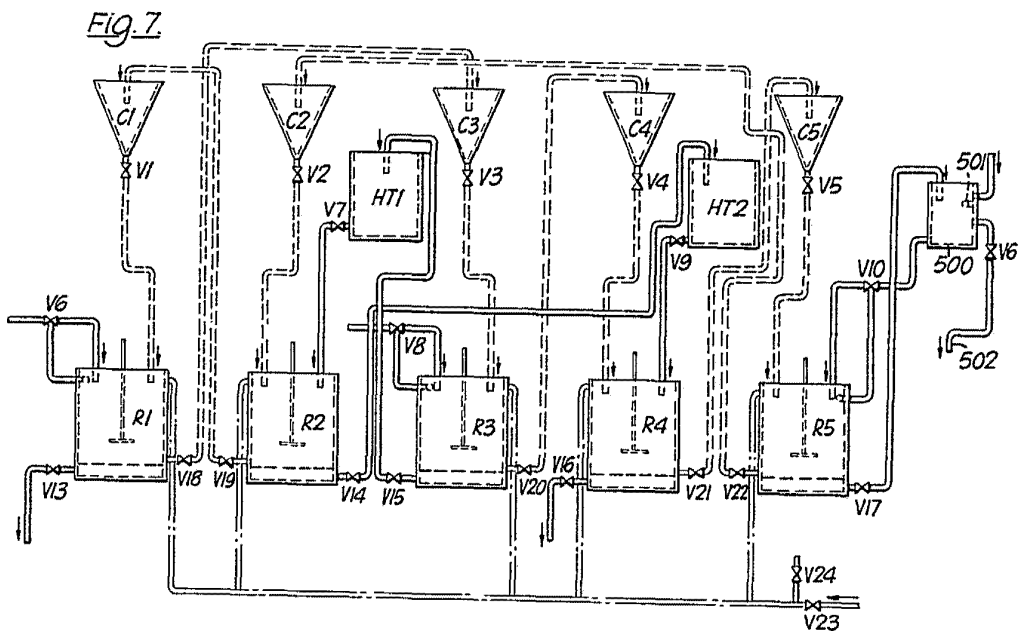
P.A.

Fig.6.



ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.2.1977



ESCALA VARIABLE

Madrid, 5.8.1977

P. A.