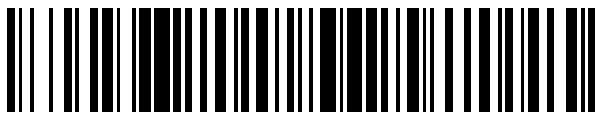




OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 526 824**

⑫ Número de solicitud: 201200830

⑮ Int. Cl.:

A23L 3/015 (2006.01)

⑫

SOLICITUD DE PATENTE

A2

⑬ Fecha de presentación:

09.08.2012

⑭ Fecha de publicación de la solicitud:

15.01.2015

⑬ Solicitantes:

**MITRA SOL TECHMOLOGIES.S.L (100.0%)
C/JUNE, 22. LA ALCAYNA
30500 MOLINA DE SEGURA (Murcia) ES**

⑭ Inventor/es:

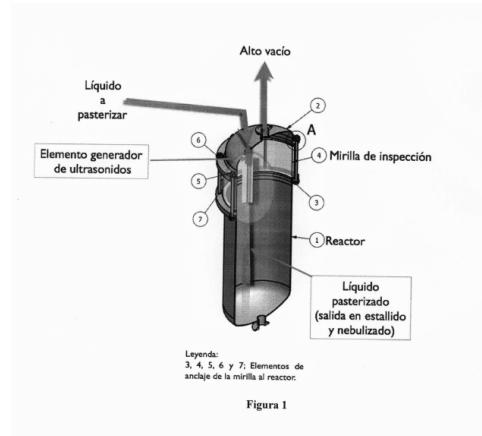
**SAURA LÓPEZ , Domingo ;
MARTÍ BRUÑÁ , Nuria ;
VALERO ROCHE , Manuel y
BERNAL BELDA, Eulalio**

⑮ Título: **Equipo de expansión instantánea a vacío y ultrasonidos**

⑯ Resumen:

Equipo de expansión instantánea a vacío y ultrasonidos.

El equipo objeto de la presente invención consiste en el acoplamiento a un equipo de expansión súbita de un sistema de tratamiento de ultrasonidos, con una sonda diseñada específicamente para que por su interior (o por su superficie) circule el material a tratar justo en el mismo momento en el que el producto es sometido a la expansión súbita a vacío. El resultado de este acoplamiento es un nuevo proceso en el que se combinan ventajosamente los efectos de la cavitación producida por los ultrasonidos y la expansión instantánea a vacío. De esta forma las estructuras biológicas del material son sometidas simultáneamente a enormes presiones y temperaturas por impacto del frente de burbujas de cavitación, y estallidos debido al incremento de volumen del agua contenida en el medio al ser sometida a vacío a las temperaturas de tratamiento. El efecto sinérgico del conjunto es el que hace efectivo al sistema.



Leyenda:
3, 4, 5, 6 y 7; Elementos de anclaje de la mirilla al reactor.

Figura 1

DESCRIPCIÓN

Equipo de expansión instantánea a vacío y ultrasonidos.

5 Campo técnico de la invención

El campo técnico de la presente invención son los aparatos destinados para la conservación de alimentos, la producción de nuevos alimentos y/o alimentos funcionales, la producción de nutracéuticos y extractos, la producción de esencias y 10 aromas, la producción de fármacos, la producción de cosméticos y la mejora de los rendimientos industriales.

Las industrias alimentaria, farmacéutica y cosmética han centrado su atención en la búsqueda de nuevos procesos de producción económicamente viables con tratamientos térmicos moderados. Ejemplos de estos nuevos procesos de producción son 15 el uso de tecnologías emergentes como la aplicación de alta presión, la aplicación de ultrasonidos y a su vez, el uso de cada una de estas dos tecnologías en combinación con tratamientos térmicos. Por otro lado la expansión súbita o instantánea a vacío es un proceso en el que los materiales se calientan con vapor e inmediatamente después son introducidos en una cámara de vacío donde se expanden y disgregan produciéndose una 20 evaporación instantánea de una porción del agua contenida en los tejidos vegetales y los componentes volátiles aromáticos.

Esta invención está basada la realización de un aparato donde se combinan las tecnologías de la expansión súbita o instantánea a vacío y el tratamiento simultáneo con ultrasonidos para diversas aplicaciones en las industrias alimentarias, farmacéutica y 25 cosmética.

Estado de la técnica anterior a la invención

En los últimos años las industrias alimentaria, farmacéutica y cosmética han 30 centrado su atención en la búsqueda de nuevos procesos de producción económicamente viables, con el fin de satisfacer la demanda permanente del consumidor hacia productos novedosos, seguros e imperecederos (Señorans *et al.*, 2003). Ejemplos de estos nuevos procesos de producción son el uso de tecnologías emergentes como la aplicación de alta presión, la aplicación de ultrasonidos y a su vez, el uso de cada una de estas dos

tecnologías en combinación con tratamientos térmicos moderados (Earnshaw 1996; Butz, Fernández García *et al.*, 2003; Knorr *et al.*, 2004; Urrutia-Benet *et al.*, 2004; Ashokkumar *et al.*, 2008).

La expansión súbita a vacío es un proceso en el que los materiales vegetales se 5 calientan a 60-90°C con vapor e inmediatamente después son introducidos en una cámara de vacío (2.10^{-3} a 1.10^{-2} MPa) donde se expanden y disgregan debido a la formación de microcanales dentro de los tejidos. En este proceso se produce una evaporación instantánea de una porción del agua contenida en los tejidos vegetales de constitución y los componentes volátiles aromáticos. A su vez, este proceso de 10 evaporación produce un enfriamiento en el tejido vegetal lo cual produce una desorganización de su estructura, y en consecuencia acelera los fenómenos de difusión o de maceración de sus componentes (Brat, 2001).

Distintos equipos han desarrollado tecnologías en las que se aplica la expansión súbita o instantánea a vacío.

15 La patente WO2006/024762 A1 de describe un proceso de enfriamiento a presión reducida incluyendo la instalación para su puesta en marcha. El método consiste en una instalación de enfriado de vegetales de una temperatura T1 hasta una temperatura T3, inferior, en el cual los vegetales a temperatura T1 están sujetos a una presión reducida para conseguir vaporizar parcialmente el agua endógena y enfriar 20 dichos vegetales hasta una temperatura T3. Se produce un enfriamiento fraccionado: una primera etapa enfriá los vegetales desde la temperatura T1 hasta una temperatura intermedia T2, esto lleva a una primera vaporización en una primera cámara de enfriamiento bajo una presión reducida absoluta P1; una segunda etapa que consiste en enfriar dichos vegetales desde la temperatura T2 a T3 que supone una segunda 25 vaporización en una segunda cámara de enfriamiento bajo una presión reducida absoluta P2, dichos vegetales acaban a temperatura T3 que es inferior a 30°C y preferiblemente inferior a 28°C tras la segunda etapa de enfriado (Merican, 2006)

Otro sistema de enfriamiento de un zumo caliente por evaporación parcial a baja presión es descrito en la patente WO 02/096530 A2. Un zumo caliente es sometido a 30 varias reducciones de presión en al menos 2 compartimentos diferentes, comunicados entre sí a través de una válvula de impulso. El zumo es sometido a 2 reducciones de presión en dichos compartimentos cada uno de los cuales está comunicado con un condensador que condensa el vapor producido por la reducción de presión. Los condensadores, montados en serie o en paralelo, están conectados con una bomba a

vacio a través de una válvula de control que permanentemente puede ajustar la presión en cada condensador hasta un valor inferior a la presión del vapor saturado, correspondiente a la temperatura del vapor creado. La invención es que los 5 compartimentos están superpuestos y comunicados entre sí y a través de dicha comunicación el zumo pasa, siendo dicha posición abierta o cerrada total o parcialmente por la variación del posicionamiento del obturador, creando un efecto de pulsos para eliminar las partículas sólidas del Zumo. (Nadeau, 2002).

La patente francesa 2813010 describe un proceso de fabricación de un extracto de cítricos rico en pectinas, utilizando el procedimiento de baja presión. Se procede 10 como sigue: Se elimina el Flavedo mediante raspado, se calienta la fruta a una temperatura inferior a 110°C y en menos de 3 segundos el cítrico caliente se somete a una presión reducida. Finalmente se obtiene un producto rico en pulpa del que obtendremos el extracto rico en pectinas solubles.

La invención E.P.0727948 (A1) está relacionada con el tratamiento de 15 materiales vegetales hidratados y más concretamente en el campo de la extracción de zumos y aromas de diferentes sustratos como frutas, vegetales u hojas. Se relaciona en particular con una planta en la que no es necesaria la adición de agua exógena para calentar o escaldar dichos materiales. Es una planta de funcionamiento en continuo que 20 se compone de una cámara de calentamiento, una cámara de descompresión y vaporización que se conecta con la anterior y con un condensador que a su vez está conectado con una bomba de vacío (Cogat, 1996).

Esta tecnología se basa en los desarrollos descritos en las patentes USP 3293046 de Werther (1966), la francesa 263833 de Cogat, Hunez y Pieribattesti de 1988 y la francesa 2656547 de Cogat (1989).

25 Esta tecnología ha dado lugar a múltiples aplicaciones. En concreto las aplicaciones de la tecnología de expansión súbita son las siguientes.

La expansión instantánea a vacío se ha utilizado en la obtención de compuestos volátiles a partir de puré de fruta de la pasión (maracuyá). El proceso de calentamiento por vapor ofrece un puré con una mayor concentración de compuestos volátiles totales, 30 en particular, ésteres, en comparación con un puré de referencia, debido a la incorporación en el puré de parte de la corteza. Después de la expansión al vacío, el puré se empobrece en componentes volátiles debido a la evaporación instantánea de agua cuando las frutas se introducen en la cámara de vacío. La mayoría de estos compuestos volátiles se recuperan en los licores aromáticos generados por el paso al

vacio de expansión, los cuales podrían agregarse al puré (Brat *et al.*, 2000). También mediante la aplicación de la expansión súbita a un puré de fruta de la pasión púrpura se obtiene un producto intermedio entre el zumo y el puré dando lugar a un nuevo producto alimentario con un rendimiento 2 veces superior al proceso de obtención convencional. La alta viscosidad de la papilla tiene que ver con su contenido en residuos insolubles en alcohol sin almidón (Brat, 2001).

En comparación con las técnicas convencionales, el proceso de tratamiento de las uvas antes de la fermentación vírica mediante la tecnología de expansión súbita, dio un marcado incremento en la cantidad de pigmentos. La cantidad de fenoles totales pueden ser 50% mayor que la observada en los vinos de control. Este aumento del contenido de polifenoles es estable durante años. El peso seco total se incrementó hasta un máximo de 30 g / L. Los vinos producidos son menos susceptibles al deterioro oxidativo (Moutounet y Escudier 2000).

Asimismo, el tratamiento de las uvas mediante la tecnología de expansión súbita (ES) resulta en mostos y zumos enriquecidos en todas las clases de compuestos fenólicos, sin embargo su concentración se reduce drásticamente a lo largo de la fermentación cuando se aplica el tratamiento de prensado después de la expansión súbita. Los vinos obtenidos después de la fermentación de mostos tratados con expansión súbita tienen una mayor concentración de flavonoides, catequinas, antocianinas y proantocianidinas que los vinos control y cantidades ligeramente inferiores de ácidos hidroxicinámicos. El mantenimiento de las uvas a alta temperatura antes del tratamiento de ES también incrementa el grado de extracción de compuestos fenólicos. Por otro lado el tratamiento a altas temperaturas también incrementa la reactividad de los compuestos fenólicos y en especial la conversión de las antocianinas a pigmentos mas coloreados. La ES incrementa la relación tanino-antocianina y la formación de complejos taninos-antocianina que favorecen la estabilidad del color del vino (Morel-Salmi *et al.*, 2006).

La tecnología de la expansión súbita por vacío, aplicada a cortezas de limón, naranja, pomelo y mandarina (calentamiento con vapor seguido de un paso rápido a un tanque a vacío) permite la obtención de los aceites esenciales mediante el acoplamiento de un condensador y posterior separación en centrífugas. Los rendimientos obtenidos fueron de 2.41, 1.43, 0.64 y 0.73 k/ton fruta para limón, naranja, mandarina y pomelo respectivamente. Los aceites obtenidos estaban enriquecidos en limoneno y otros monoterpenos. Las cantidades relativas de monoterpenos (linalool, alfa terpineol, beta

citronellol, nerol, geraniol) y aldehídos (neral, geranal) eran más bajas comparadas con los valores originales obtenidos de la corteza originariamente. Los valores de aceites esenciales obtenidos de cortezas de cítricos, aplicando la expansión súbita, tiene rendimientos comparables a los obtenidos con la maquinaria extractora FMC "In Line" 5 al procesar estas frutas cítricas. Los aceites obtenidos eran ricos en monoterpenos y correlativamente empobrecidos en constituyentes volátiles oxigenados (Brat *et al.*, 2001).

Otra de las tecnologías alternativas con proyección de futuro en la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética es el uso de ultrasonidos de alta intensidad. Las 10 ondas ultrasónicas producen la conversión de la energía eléctrica en vibración mecánica lo cual produce a su vez una intensa agitación de la molécula en el medio tratado. Muchos de los mecanismos específicos del ultrasonido siguen sin conocerse, pero se ha demostrado que la mayoría de ellos pueden estar relacionados con procesos como, la 15 cavitación (formación de burbujas y violento colapso de las mismas), el calentamiento (absorción específica de energía acústica), la agitación dinámica, turbulencia (microcorrientes), y otros. Por lo general, las ondas de gran amplitud (10 kHz - 1 MHz) son las más adecuadas para aplicaciones tales como la limpieza, la perforación, la emulsificación, la soldadura, fines terapéuticos, y aplicaciones químicas y biológicas. 20 Por otro lado, las ondas de baja amplitud son más eficaces para aplicaciones tales como sistemas de seguridad, instrumentación médica, y test de materiales. En la elaboración de alimentos, los ultrasonidos se puede aplicar a la limpieza, emulsión, mezcla, fermentación de alcohol, la extracción, corte, secado, pulverización, desgasificación, y la ruptura celular (Koo Min *et al.*, 2002).

La tecnología de ultrasonidos procede del descubrimiento por el matrimonio 25 Curie del efecto piezoelectrónico en 1880. La mayor parte de los aparatos de ultrasonidos actuales están equipados con transductores que se basan en este efecto y convierten las señales eléctricas en mecánicas y viceversa. La mayor parte de los desarrollos actuales están orientados hacia el diseño de estos equipos y el de los circuitos electrónicos e informáticos, a la sombra de la comprensión del fenómeno de la cavitación y de su 30 impacto. Por tanto la corriente eléctrica alterna de alta frecuencia puede convertirse en ondas ultrasónicas a través de un transductor ultrasónico (Mason, 1998). Estas ondas pueden ser amplificadas y aplicadas mediante una sonda de ultrasonidos o un baño de ultrasonidos. Esta sonda a su vez puede sumergirse en un medio líquido a tratar o en el caso del baño este se llena con el líquido a tratar. El efecto antimicrobiano de los

ultrasonidos es debido a la cavitación, es decir, la creación extremadamente rápida y posterior colapso de las burbujas formadas por ondas ultrasónicas en un medio (Earnshaw, 1998). La cavitación produce cambios locales de presión y temperatura lo cual produce la ruptura de las paredes celulares, la perturbación y la reducción de las membranas celulares, y daños en el ADN a través de la producción de radicales libres (Earnshaw *et al.*, 1995; Sala *et al.*, 1995).

Hay distintos desarrollos basados en esta tecnología. La combinación de tratamiento con ultrasonidos y alta presión conducen a la inactivación microbiana. A temperatura y presión ambiental, los ultrasonidos tienen poco efecto letal sobre los microorganismos (Raso *et al.*, 1998; Pagan *et al.*, 1999). Altas intensidades de tratamiento puede causar la inactivación microbiana, pero a la vez producen cambios sensoriales adversos en los alimentos (Sala *et al.*, 1995). Un tratamiento mucho más suave pero eficaz, es la llamada mano-sonicación (MS). Este tratamiento utiliza dosis moderadas de ultrasonidos bajo presión leve. A su vez, la mano-termo-sonicación (MTS) describe un proceso de mano-sonicación que se lleva a cabo a temperaturas elevadas (Hayden, 1991; Ordoñez *et al.*, 1992 y Williams 1994). Raso *et al.*, (Raso, Pagan *et al.*, 1998) estudiaron la inactivación de *Y. enterocolitica* mediante la combinación de ultrasonidos, presión y calor. El efecto letal de los ultrasonidos (20 kHz, 150 Am) aumentó con el incremento progresivo de la presión hasta alcanzar un valor óptimo de 400 kPa. Los niveles de destrucción de esporas de *B. subtilis* con MTS (20 kHz, 117 Am) siguieron una tendencia similar bajo una creciente presión, con la inactivación máxima a una presión de 500 kPa (Raso *et al.*, 1998b). Pagan *et al.* (1999) también demostró la inactivación de *L. monocytogenes* por aplicación de ultrasonido (20 kHz, 117 Am), esta inactivación se incrementó drásticamente cuando se incrementó la presión desde ambiente hasta 200 kPa. Sin embargo, el incremento de la tasa de inactivación se hizo cada vez más pequeño, cuando los valores de presión se elevaron desde 200 hasta 400 kPa. Los autores teorizaron que la letalidad más alta de ultrasonido con una presión moderada se debió a la mayor intensidad de la cavitación. Cabe aclarar que las presiones aplicadas durante mano-sonicación (por ejemplo, 200-600 kPa) no están en el alcance letal de las presiones aplicadas durante el tratamiento Altas presiones (por ejemplo, 50-1000 MPa; Williams, 1994). Sala *et al.*, (1995) demostró que la letalidad de los tratamientos de MTS para las células bacterianas, esporas y hongos fue 6.30 veces mayor que los tratamientos térmicos sin aplicación de ultrasonido y presión y concluyó que los efectos combinados de ultrasonidos, la presión y el calor eran

sinérgicas. Raso *et al.*, (1998a) y Pagan *et al.*, (1999) también señalaron que la inactivación microbiana se incrementó cuando MS se combinó con temperaturas superiores a 50 °C. Sin embargo, la letalidad de la MS en combinación con el calor, fue únicamente aditivo y no sinérgico lo cual parece ser debido a que ambos tratamientos 5 actúan mediante dos mecanismos diferentes e independiente, a diferencia de la sinergia entre el ultrasonido y la presión.

Pagan *et al.*, (1999) hallaron que el efecto del tratamiento con ultrasonido (20 kHz, 117 Am) de *Listeria monocytogenes* bajo niveles de presión sub-letales (200 kPa) no se vio influenciado por una reducción de pH de 7 a 4. Las condiciones de acidez 10 tiene un efecto mucho mayor sobre la resistencia del organismo al calor que sobre su sensibilidad a los ultrasonidos. Hallazgos similares fueron reportados mucho antes por Kinsloe *et al.*, (1954), quien expuso las células bacterianas y de levadura para un campo sonoro en las suspensiones salinas de diferente pH. La reducción del pH de neutro a 4,0 no alteró las tasas de mortalidad de *Pseudomonas aeruginosa* o *Saccharomyces* 15 *cerevisiae* en ultrasonidos. Para *E. coli*, *Serratia marcescens* y *Micrococcus varians*, mayores tasas de mortalidad se observaron sólo cuando la temperatura del tratamiento fue superior a 45 °C y se combinó con ultrasonidos y menores valores de pH (Kinsloe *et al.*, 1954).

La combinación de tratamiento con ultrasonidos y agentes antimicrobianos 20 también resulta eficaz. Arce-García *et al.*, (2002) lograron reducir la intensidad y la duración del tratamiento con ultrasonido necesarios para inhibir *Zygosaccharomyces rouxii* un 67% y un 33%, respectivamente, mediante la incorporación de sorbato de potasio, benzoato de sodio o de eugenol en el medio de recuperación. Los autores sugieren que los diferentes modos de acción de los ultrasonidos, el calentamiento suave 25 (45 °C) y los antimicrobianos fueron los responsables de la inhibición observada. Ahmed y Russell (1975) hallaron que la combinación de ultrasonidos y el peróxido de hidrógeno resultó mucho más letal para *Bacillus* y esporas de *Clostridium* que cualquier tratamiento aplicado por separado. Estos autores postularon que las ondas ultrasónicas mejoran la letalidad del peróxido de hidrógeno mediante el aumento de la permeabilidad 30 de las células, aumentando la velocidad de reacción entre el peróxido de hidrógeno y los componentes de la célula, y la dispersión de los agregados de células lo cual redunda en un incremento de la superficie de contacto (Ross *et al.*, 2003).

En resumen, lo recogido del estado de la técnica sobre estas tecnologías nos permite establecer los siguientes.

Efecto de los ultrasonidos: Aunque el tratamiento térmico sigue siendo la técnica de pasteurización más ampliamente empleada, existe un creciente interés en el desarrollo de alternativas técnicas de conservación que produzcan cambios mínimos en propiedades organolépticas y nutritivas. Las técnicas de procesado no térmico que 5 tienen potencial incluyen campos eléctricos o magnéticos, las radiaciones ionizantes, Pulso de luz blanca, las altas presiones hidrostáticas y el empleo de ultrasonidos. Los ultrasonidos se ha identificado como una tecnología con un gran potencial para cumplir con los requisitos de la *Food and Drug Administration* (FDA) de los EE.UU. de una reducción logarítmica de 5 en la supervivencia de microorganismos pertinentes que se 10 pueden encontrar en los zumos de fruta. Cuando los ultrasonidos de alta potencia se propagan en un líquido, se generan las burbujas de cavitación debido a los intensos cambios de presión. Estas micro burbujas colapsan violentamente en sucesivos ciclos de compresión / vacío que se propagan en la onda sónica, formando un tren de cavitación de intensos efectos destructivos. Hay diversos estudios sobre los efectos de los 15 ultrasonidos en la inactivación microbiana de zumos de frutas.

Efecto del proceso de expansión súbita: Durante este tratamiento se somete el material a tratar a un proceso de calentamiento suave, de tal forma que el agua contenida en el interior de las células y de las estructuras incrementa su temperatura y cuando súbitamente es introducida en un recipiente a alto vacío, esta temperatura es 20 suficiente para provocar el tránsito inmediato del estado líquido al de vapor, provocando el estallido de células y estructuras. Lógicamente en el estallido de las estructuras celulares pueden incluirse también los microorganismos, quedando así el material esterilizado. Esta situación teórica viene distorsionada por el efecto protector que ciertas estructuras vegetales ejercen sobre los microorganismo y que impiden la total 25 efectividad de este principio.

De ahí el objeto de esta invención; al introducir el impacto de los trenes de burbujas ultrasónicas en el instante mismo de someter el material a la expansión súbita a vacío, incrementando la desestructuración del material y facilitando el acceso del vacío a las estructuras celulares y al impacto sobre los microorganismos.

30 La experiencia del grupo de inventores, acumulada y basada en diferentes experiencias desarrolladas anteriormente (ensayos con la empresa Electricité de France (EDF) R&D con zumo de naranja y un equipo de ultrasonidos que permitió pasterizar zumo con tratamientos térmicos a baja temperatura (50°C) [Effects of ultrasonic treatments in orange juice processing. M. Valero, N. Recrosio, D. Saura, N. Muñoz, N.

Martí, V. Lizama. *Journal of Food Engineering* 80 (2007) 509–516] pero a tiempos demasiado largos. Ensayos con un equipo de expansión súbita a nivel semi-industrial (1000 kg / hr), y con un equipo piloto de vidrio apto para procesar 10-20 kg / h), llevó al planteamiento de los diseños y construcción de un equipo que complementara ambas actuaciones. Se ha diseñado y construido un equipo capaz de dar un tratamiento de ultrasonidos al mismo tiempo que se somete a expansión súbita a vacío en continuo, el material a tratar.

Bibliografía

10

Ashokkumar et al., (2008). "Modification of food ingredients by ultrasound to improve functionality: A preliminary study on a model system." *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 9(2): 155-160.

15 Brat, P. (2001). "Application of flash-release, a new extraction procedure (juice, pulp, essential oil)." *Fruitrop* 85: 11-13.

Brat, et al., (2000). "Free Volatile Components of Passion Fruit Puree Obtained by Flash Vacuum-Expansion." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 48(12): 6210-6214.

20 Brat, et al ., 2001. Essential Oil obtained by flash vacuum-expansion of peels, from lemon, sweet orange, mandarine and grapefruit. *Fruits*, vol 56, 395-402.

Bridgman, P. W. (1914). "The Coagulation of albumen by pressure." *Journal of Biological Chemistry* 19(4): 511-512.

Brillouet et al ., 2001 "Preparation of Passion Fruit Puree by Flash Vacuum-Expansion" *Journal of Food Science*, 66 (4): 558-562.

25 Butz, et al., (2003). "Influence of ultra high pressure processing on fruit and vegetable products." *Journal of Food Engineering* 56(2-3): 233-236.

Certes, A. A. (1884). De l'action des hautes pressions sur les phénomènes de la putréfaction et sur la vitalité des micro-organismes d'eau douce et d'eau de mer. *Comptes Rendus*, Gauthier-Villars.

30 Cogat Pierre Olivier et all. Aurore Development SA, et Centre de Cooperation Internationale en Recherché Agronomique pour le Development – Fr. " Procede de Fabrication d'un extract d'agrumes reiche en pectine , et extract obtenu par ce procede".

Earnshaw, R. (1996). "High pressure food processing." *Nutrition & Food Science* 96(2): 8-11.

35 Hayden, S.M. 1991. Apparatus and method for treatment of various liquid or slurry by ultrasonication in conjunction with heat and pressure. US 5026564.

Hendrickx, et al., (1998). "Effects of high pressure on enzymes related to food quality." *Trends in Food Science & Technology* 9(5): 197-203.

40 Hite, B. H. (1899). The effect of pressure in the preservation of milk. A preliminary report, West Virginia University. Agricultural Experiment Station.

Institut Nationale de la Propriété intellectuelle. Pub. 2 813010 / reg. 0010646

- 1 Cogat Pierre Olivier. "Apparatus for processing hydrated biological materials".E.P 0727948 (A1)– 1996-08-28. European patent office.
- 2 Knorr, *et al.*, (2004). "Applications and potential of ultrasonics in food processing." *Trends in Food Science & Technology* 15(5): 261-266.
- 5 Koo Min *et al.*, (2002). "Physicochemical properties of sonicated mung bean, potato, and rice starches." *Cereal Chemistry* 79(5): 631-633.
- 6 Matser *et al.*, (2004). "Advantages of high pressure sterilisation on quality of food products." *Trends in Food Science & Technology* 15(2): 79-85.
- 10 Merican, F. 2006 "Reduced – Pressure cooling method and installation for implementation same". Demande Internationale de la Propriété intellectuelle, WO2006/024762 A1.
- 11 Messens *et al.*, (1997). "The use of high pressure to modify the functionality of food proteins." *Trends in Food Science and Technology* 8(4): 107-112.
- 15 Morel-Salmi *et al.*, (2006). "Effect of Flash Release Treatment on Phenolic Extraction and Wine Composition." *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 54(12): 4270-4276.
- 16 Moutounet, M. and J. L. Escudier (2000). "Pretreatment of grapes by flash release under vacuum. Effect on wine quality." *Bulletin de l'O.I.V* 73: 827-282.
- 20 Nadeau, Jean-Pierre. "System for cooling a heated Juice by Partial Low – Pressure evaporation. WO 02 096530 A2. Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle"
- 25 Ordoñez Pereda, J.A.; Burgos González, J.; Raso Pueyo, J.; Lopez Buesa, P.; Condon Uson, S. y Sala Trepant, F.J. (1992). "Procedimiento para la destrucción de microorganismos y enzimas mediante la aplicación combinada de calor y ultrasonidos bajo presión: proceso MTS (Mano-Termo-Sonicación)". ES 2046944.
- 30 Pagan *et al.*, (1999). "Resistance of Listeria monocytogenes to ultrasonic waves under pressure at sublethal (manosonation) and lethal (manothermosonation) temperatures." *Food microbiology* 16(2): 139-148.
- 35 Pierre Brat, Didier Ollé, Anne – Laure Gancel, Max Reynes and Jean – Marc Brillouet 2001 "Essential Oils obtained by flash vacuum – expansion of peels from lemons, sweet orange, mandarin and grapefruit" *Fruits*, vol, 56: 395 -402
- 40 Raso *et al.*, (1998). "Influence of Temperature and Pressure on the Lethality of Ultrasound." *Applied and Environmental Microbiology*. 64(2): 465-471.
- 45 Raso *et al.*, (1998b). "Inactivation of *Bacillus subtilis* spores by combining ultrasonic waves under pressure and mild heat treatment." *Journal of Applied Microbiology* 85(5): 849-854.
- 50 Ross *et al.*, (2003). "Combining nonthermal technologies to control foodborne microorganisms." *International Journal of Food Microbiology* 89(2-3): 125-138.
- 55 Sala *et al.*, (1995). Effect of heat and ultrasound on microorganisms and enzymes New Methods of Food Preservation. G. W. Gould. London, Springer.
- 60 Señorans *et al.*, (2003). "New Trends in Food Processing." *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 43(5): 507-526.

Urrutia-Benet et al., (2004). "High pressure-low temperature processing. Suggested definitions and terminology." Innovative Food Science & Emerging Technologies 5(4): 413-427.

5 Williams, A. (1994). "New technologies in food processing: Part II." Nutrition and Food Science 94(1): 20-23.

Descripción detallada de la invención

10 El aparato objeto de la presente invención consiste en el acoplamiento a un equipo de expansión súbita de un sistema de tratamiento de ultrasonidos con una sonda altavoz o trompeta diseñado específicamente para que por su interior (o por su superficie) circule el material a tratar justo en el mismo momento en el que el producto es sometido a la expansión súbita a vacío. El principio de funcionamiento del aparato se muestra en la figura 1. El resultado de este acoplamiento es un nuevo proceso en el que se combinan ventajosamente los efectos de la cavitación producida por los ultrasonidos y la expansión instantánea a vacío. De esta forma en las estructuras biológicas, al mismo tiempo que se dan los impactos de las burbujas de cavitación, con los efectos concomitantes de elevadísimas presiones por impacto del frente de ondas de burbujas y 15 el posterior por succión al atravesar la burbuja de sonido el material, unidos a la elevada temperatura generada por tales impactos, se produce una desestabilización que se ve acentuada por las tensiones debidas a que, a la temperatura de tratamiento, el agua contenida en ellas se encuentra enormemente dilatada camino de su gasificación. De esta forma las estructuras biológicas del material son sometidas simultáneamente a 20 enormes presiones de impacto y succión, enormes temperaturas por impacto y estallidos debido al incremento de volumen del agua contenida en el medio al ser sometida a vacío. El efecto sinérgico del conjunto es el que hace tan efectivo al sistema.

25 La invención consiste en un aparato capaz de combinar ventajosa y simultáneamente los efectos de la expansión súbita a vacío y los ultrasonidos. De esta forma el aparato es capaz de provocar en el material tratado, que su contenido en agua se expande bruscamente en vacío y al mismo tiempo impacten sobre él burbujas de cavitación de ultrasonidos. Al mismo tiempo el material a tratar se dispersa en gotas uniformes de alrededor de 40-90 micras de diámetro con lo que el efecto tanto del súbito vacío como de las burbujas de ultrasonidos resulta facilitado. Por tanto la 30 innovación resulta del ensamblaje de elementos conocidos que permite poner en marcha 35

un equipo objetivamente nuevo y mejorado. Las características del equipo son las siguientes.

La invención se ha desarrollado inicialmente en la forma de 3 aparatos. Los esquemas posibles de los aparatos y su montaje se muestran a en las figuras 2, 3 y 4.

- 5 Los 3 aparatos tienen una parte común que se corresponde con la siguiente descripción. En la figura 2 se muestra un aparato en la que el efecto descrito en esta patente ha podido ser observado. Ello no implica que constituya la única alternativa o que su inclusión en la presente memoria de patente restrinja las aplicaciones de esta invención.

El equipo consiste en un intercambiador de calor (3 en las figuras 2, 3 y 4) que 10 se encarga de calentar el material a tratar. Este intercambiador se encuentra acoplado a través de una válvula neumática manual a un reactor cilíndrico de acero inoxidable termostatizado (5 en las figuras 2, 3 y 4), alimentado a presión normal (mediante una bomba, 9 en figuras 2, 3 y 4) que actúa como cámara donde se genera vacío mediante una bomba de vacío refrigerada (11 en las figuras 2, 3 y 4). Los vapores condensados se 15 recogen en un separador de gotas (4 en figuras 2, 3 y 4). El aparato está equipado con un elemento deflector (6 en figuras 2, 3 y 4) que evita que las burbujas penetren en el separador de gotas. Los licores aromáticos, generado por la evaporación instantánea de agua y sustancias volátiles, son recogidos en un depósito de condensados (10 en figuras 2, 3 y 4), después de pasar por un intercambiador en forma de serpentín (12 en figuras 2, 20 3 y 4) refrigerado con agua glicolada (con entrada y salida en 13 y 14 en figuras 2, 3 y 4). El equipo consta de dos sistemas de desagüe, el del reactor a vacío (16 en figuras 2, 3 y 4) por el que obtenemos el material tratado, y el del depósito de condensados, por el que se recogen los gases condensados (15 en las figuras 2, 3 y 4). Separador de gotas y serpentín se encuentran conectados mediante un conector inclinado. Hasta aquí el 25 diseño es común en los 3 aparatos. La diferencia consiste en la forma de aplicación de los ultrasonidos. Adicionalmente describimos los 2 aparatos restantes.

En el aparato A (figura 2) el material a tratar pasa por el interior de una sonda (8 en la figura 2) donde es sometido a ultrasonidos. En el interior de la sonda el material es 30 también sometido a vacío. La salida de la sonda de ultrasonidos es hacia el interior del reactor a vacío donde la muestra termina saliendo en forma de gotitas dispersas (diámetro de 90 micras) en forma de nube que estallan al completarse el vacío (en la figura 1 se esquematiza el funcionamiento de este equipo). El equipo de ultrasonidos lo complementan el transductor (7 en figura 2) y el generador de ultrasonidos (1 en figura 2).

En el aparato B (figura 3) el material a tratar es introducido en el interior del reactor a vacío de tal forma que es depositado en forma de una fina lámina sobre las superficies planas de la sonda generadora de ultrasonidos. La sonda esta diseñada de tal forma que los ultrasonidos generan una fina nube de microgotitas (diámetro de 40-90 5 micras) a partir de la lámina de alimentación del material a tratar. En este equipo el impacto de las burbujas de cavitación impactan sobre el material a tratar al mismo tiempo que se generan la microgotitas y el material entra en contacto con el vacío instantáneo. El equipo de ultrasonidos lo complementan el transductor (7 en figura 2) y el generador de ultrasonidos (1 en figura 2).

10 En el aparato C (figura 4) el material a tratar pasa por el interior de una sonda (8 en la figura 4), como en el caso del diseño del aparato A. La diferencia consiste en que en este aparato, la nube de microgotitas impacta sobre una segunda sonda, formada por un grupo de sondas de ultrasonidos planas (18 en figura 4), de tal forma que el material es sometido a un nuevo tratamiento de cavitación por ultrasonidos en el dispositivo 15 formado por el grupo de sondas colocado justo enfrente de la salida de la primera sonda (8 en la figura 4) en presencia del vacío del reactor. El equipo de ultrasonidos lo complementan los transductores (7 para la 1^a sonda, y 17 para la 2^a en la figura 4) y los generadores de ultrasonidos (1 para la 1^a sonda y 2 para la 2^a en la figura 4).

20 Descripción detallada de las figuras

Figura 1: Muestra el principio en el que se basa el nuevo sistema en el que la aplicación de ultrasonidos en el mismo instante en el que se desencadena el vacío hace que los efectos sobre el material se multipliquen de forma sinérgica. Las leyendas 25 numeradas de la figura que se corresponden con el número 1, se refiere al reactor a vacío, el número 2 al elemento separador en la parte superior del reactor, los números 3, 4, 5, 6 y 7 son los elementos de anclaje de la mirilla a la cámara de expansión.

Figura 2: Muestra una forma de realización de la invención, el aparato tipo A, en 30 el que el tratamiento de ultrasonidos se produce en el interior de la sonda donde también se produce el vacío. El material se introduce en el reactor a vacío a través de la sonda. Las leyendas numeradas en la figura se corresponden con la siguiente identificación: 1- corresponde al generador de ultrasonidos; 3, corresponde al intercambiador de calor; 4,

corresponde al separador de gotas; 5, corresponde al reactor de expansión; 6, corresponde al deflector previo al separador de gotas; 7, corresponde al elemento transductor de ultrasonidos; 8, corresponde a la sonda de ultrasonidos, donde el producto penetra por el interior de la sonda desde donde sale en forma de nebulizado; 9, 5 corresponde a la bomba de alimentación; 10, corresponde al depósito de condensados; 11, corresponde a la bomba de vacío, 12, corresponde a la intercambiador en forma de serpentín de enfriamiento de los vapores; 13, corresponde a la salida del líquido refrigerante; 14, corresponde a la entrada de líquido refrigerante; 15, corresponde al depósito de condensados y 16, corresponde al sistema de desagüe del producto tratado.

10

Figura 3: Muestra una forma de realización de la invención, el aparato tipo B, en el que el tratamiento de ultrasonidos se produce en la superficie de la sonda donde también se produce el vacío. El material se introduce en el reactor a vacío mediante una alimentación lateral sobre las superficies planas de la sonda. Las leyendas numeradas en 15 la figura se corresponden con la siguiente identificación: 1- corresponde al generador de ultrasonidos; 3, corresponde al intercambiador de calor; 4, corresponde al separador de gotas; 5, corresponde al reactor de expansión; 6, corresponde al deflector previo al separador de gotas; 7, corresponde al elemento transductor de ultrasonidos; 8, corresponde a la sonda de ultrasonidos, donde el producto al salir a 5 se deposita sobre 20 la superficie de la sonda desde donde se nebuliza; 9, corresponde a la bomba de alimentación; 10, corresponde al depósito de condensados; 11, corresponde a la bomba de vacío, 12, corresponde al intercambiador en forma de serpentín de enfriamiento de los vapores; 13, corresponde a la salida del líquido refrigerante; 14, corresponde a la entrada de líquido refrigerante; 15, corresponde al depósito de condensados y 16, 25 corresponde al sistema de desagüe del producto tratado.

Figura 4. Se muestra el esquema del aparato tipo C en el se combinan los dos sistemas de sondas de ultrasonidos complementarias. Las leyendas numeradas en la figura se corresponden con la siguiente identificación: 1- corresponde al primer 30 generador de ultrasonidos; 2, corresponde con el segundo generador de ultrasonidos; 3, corresponde al intercambiador de calor; 4, corresponde al separador de gotas; 5, corresponde al reactor de expansión; 6, corresponde al deflector previo al separador de gotas; 7, corresponde al primer elemento transductor de ultrasonidos; 8, corresponde a la primera sonda de ultrasonidos, donde el producto al salir a 5 se nebuliza sobre la

superficie de la segunda sonda de ultrasonido, donde recibe un segundo tratamiento de ultrasonidos; 9, corresponde a la bomba de alimentación; 10, corresponde al depósito de condensados; 11, corresponde a la bomba de vacío, 12, corresponde a la intercambiador en forma de serpentín de enfriamiento de los vapores; 13, corresponde a la salida del líquido refrigerante; 14, corresponde a la entrada de líquido refrigerante; 15, corresponde al depósito de condensados; 16, corresponde al sistema de desagüe del producto tratado; 17, corresponde con la segunda sonda de ultrasonidos, que recibe el nebulizado generado por la primera sonda de tal forma que el producto recibe el impacto de un segundo tratamiento de ultrasonidos, y 18, corresponde con el segundo elemento transductor de ultrasonidos.

Modo de realización preferente de la invención

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, que no pretenden ser limitativos de su alcance.

En todos los ejemplos se utilizó el aparato tipo B según el diseño descrito en la figura 3 por ser el intermedio entre el A y el C. En todos los ejemplos el recuento de microorganismos se realizó según el siguiente protocolo. Se prepararon cultivos en crecimiento activo en caldo triptona soja (TSB), para *E. coli* CECT 515, y caldo patata dextrosa (PDB), para *S. cerevisiae* RJ-11 Rouge Jeune, incubados durante 18-42 h a 37°C y 25°C, respectivamente. Los cultivos se centrifugaron a 10000xg durante 10 min a 4°C. Los sedimentos se resuspendieron y diluyeron en tampón fosfato pH 5.7 y tampón citrato 3.2, según se tratara de bacterias o levaduras, hasta obtener una concentración final de 10^6 unidades formadoras de colonias (UFC)/mL. Para el recuento en superficie de microorganismos viables antes y después del procesado se utilizaron placas de agar Sabouraud dextrosa con cloranfenicol (SDCA) y agar eosina azul de metileno (EMB).

Ejemplo 1

30

En este ejemplo se procesa un fluido conteniendo una población inicial de levaduras de la especie *Saccharomyces cerevisiae* utilizando para ello el aparato descrito en la figura 3.

Las características del fluido son las siguientes; tampón ácido cítrico / citrato sódico a pH 3,2, preparado de la siguiente forma 43,7 mL de una disolución 0,1 M de ácido cítrico y 6,3 mL de una disolución 0,1 M de citrato sódico, diluido en un total de 100 mL. La población inicial de inóculo microbiano fue 106 UFC / mL.

- 5 En estas condiciones se procesó una muestra de 5,120 Kg de volumen que fueron calentados a 50° C en el intercambiador de calor (3 en la figura 3). Posteriormente esta muestra fue introducida en el reactor (5 en la figura 3) a través de un sistema de alimentación orientado de tal forma que el fluido se desliza por la superficie de la sonda de ultrasonidos (8 en la figura 3), provocando su atomización.
- 10 10 Esta atomización se produce por el impacto de la generación de ultrasonidos en la superficie de la sonda a una frecuencia de 20 KHz y a una potencia de 750 Watt. Al mismo tiempo el líquido se hace fluir en el reactor en unas condiciones de volumen constante y vacío de hasta 0,07 bares. El vacío se consigue mediante la bomba de vacío (11 en la figura 3).
- 15 Bajo estas condiciones se consigue una reducción logarítmica > 5 Log UFC / mL. Lo que implica una pasterización completa.

Ejemplo 2

- 20 En este ejemplo se procesa un fluido conteniendo una población inicial de enterobacterias de la especie *Escherichia coli* utilizando para ello el equipo descrito en la figura 3.

Las características del fluido son las siguientes; tampón ácido fosfórico / fosfato sódico a pH 5,7, preparado de la siguiente forma 93,5 mL de una disolución 0,2 M de fosfato sódico monobásico y 6,5 mL de una disolución 0,2 M de fosfato sódico dibásico, diluido en un total de 200 mL. La población inicial de inóculo microbiano fue 106 UFC / mL.

- En estas condiciones se procesó una muestra de 4,930 Kg de volumen que fueron calentados a 50° C en el intercambiador de calor (3 en la figura 3). Posteriormente esta muestra fue introducida en el reactor (5 en la figura 3) a través de un sistema de alimentación orientado de tal forma que el fluido se desliza por la superficie de la sonda de ultrasonidos (8 en la figura 3), provocando su atomización. Esta atomización se produce por el impacto de la generación de ultrasonidos en la superficie de la sonda a una frecuencia de 20 KHz y a una potencia de 750 Watt. Al

mismo tiempo el líquido se hace fluir en el reactor en unas condiciones de volumen constante y vacío de 0,05 bares. El vacío se consigue mediante la bomba de vacío (11 en la figura 3).

Bajo estas condiciones también se consigue una reducción logarítmica de 5 Log 5 UFC / mL. Lo que implica una pasterización completa.

Reivindicaciones

1. Aparato para el tratamiento de materiales biológicos o químicos **caracterizado porque** comprende:

- 5 (a) Un intercambiador de calor en el que los materiales son sometidos a calentamiento previo;
- 10 (b) Un reactor a vacío donde se alimenta el material previamente calentado, y donde se vaporiza una porción determinada del agua contenida en el material, asimismo el intercambiador y el reactor a vacío se encuentran conectados de tal forma que se mantenga la diferencia de presión entre el reactor a vacío y el intercambiador;
- 15 (c) Una sonda de ultrasonidos que actúa sobre el material a tratar en el interior del reactor a vacío de forma simultánea al instante en que el material es introducido al interior de dicho reactor a vacío.
- (d) El reactor a vacío asimismo se encuentra conectado a un sistema de condensación que a su vez se encuentra conectado a una fuente de vacío.

2. Aparato según la reivindicación 1, **caracterizado porque** actúa una sonda de ultrasonidos por cuyo interior se hace circular el material a tratar que de esta forma se alimenta al reactor a vacío.

25 3. Aparato según la reivindicación 1, **caracterizado porque** actúa una sonda de ultrasonidos sobre cuyas superficies se hacen incidir las corrientes de alimentación del material a tratar que de esta forma se alimenta al reactor a vacío.

30 4. Aparato según la reivindicación 2, **caracterizado porque** además incluye una segunda sonda de ultrasonidos que colocada enfrente de la primera en el interior del reactor a vacío, actúa sobre la corriente de salida ejerciendo un segundo tratamiento de ultrasonidos sobre el material a tratar.

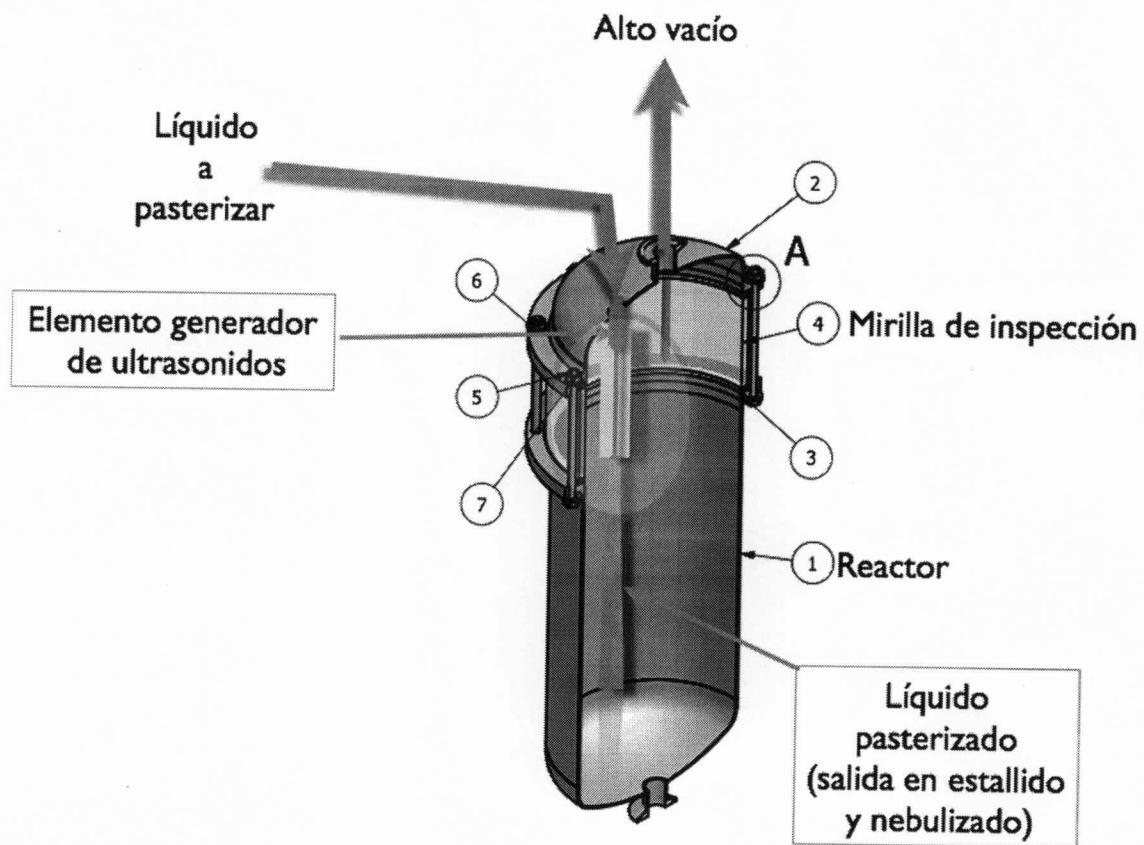
5. Aparato según las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4, **caracterizado porque** comprende un sistema de recuperación de los materiales tratados y de los vapores condensados.

6. Aparato según las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4, **caracterizado porque** comprende un sistema de condensación constituido por:

- 5 (a) Un cilindro conectado a la parte superior del reactor a vacío y que constituye el separador de gotas, con el suficiente tamaño para impedir que el material a tratar pueda acompañar a los vapores hacia la bomba de vacío.
- 10 (b) Un equipo intercambiador refrigerante por el que transcurren los vapores enfriándose hasta su temperatura de condensación.
- 10 (c) Un depósito de condensados donde son recogidos los vapores condensados y separados de la corriente gaseosa hacia la bomba de vacío.

7. Procedimiento para el tratamiento de materiales biológicos o químicos, 15 **caracterizados por** la utilización de forma combinada y simultánea del vacío instantáneo a una temperatura regulada y la cavitación por ultrasonidos.

20 8. Uso del aparato según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5 **caracterizado por** utilizar estos aparatos para la pasteurización y esterilización de materiales biológicos o químicos.



Leyenda:
3, 4, 5, 6 y 7; Elementos de anclaje de la mirilla al reactor.

Figura 1

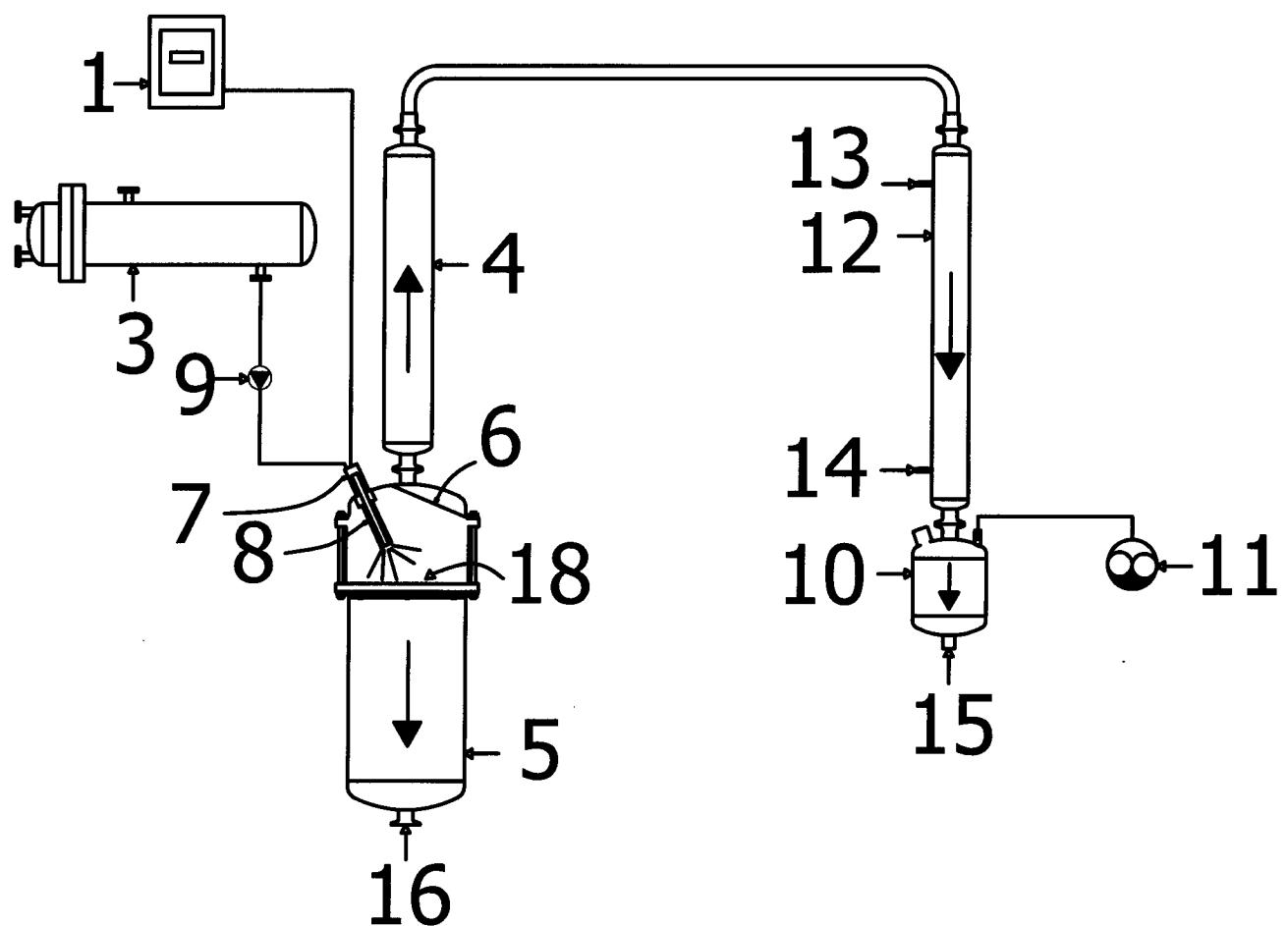


Figura 2

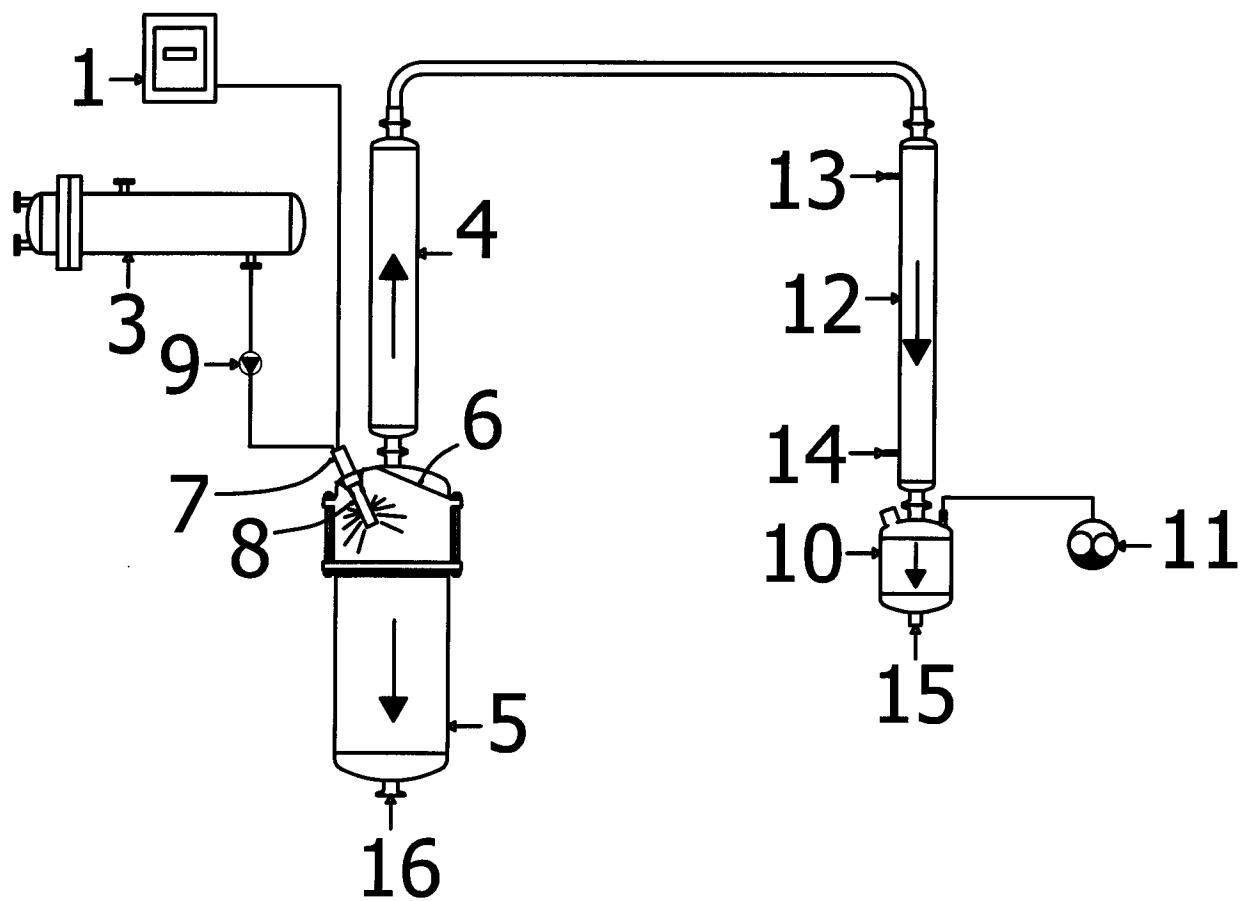


Figura 3

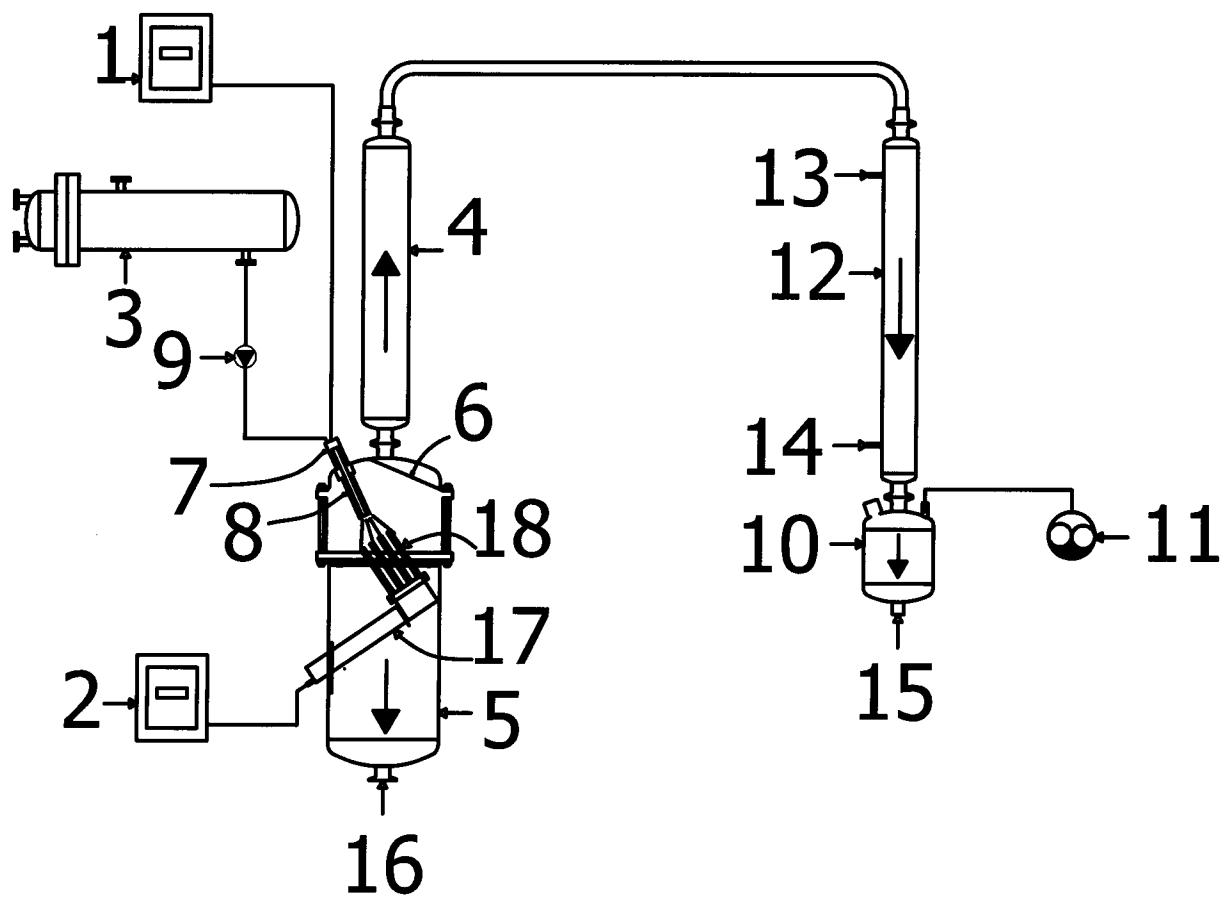


Figura 4