

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 809 527**

51 Int. Cl.:

B65B 55/14 (2006.01)

B65B 31/04 (2006.01)

A23L 3/00 (2006.01)

B65D 81/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.08.2016 PCT/AU2016/050801**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.03.2017 WO17031552**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.08.2016 E 16838137 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2020 EP 3341298**

54 Título: **Recipiente para uso en el procesamiento de alimentos**

30 Prioridad:

26.08.2015 AU 2015903447

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

04.03.2021

73 Titular/es:

**COMMONWEALTH SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL
RESEARCH ORGANISATION (100.0%)**

**Clunies Ross Street
Acton, ACT 2601, AU**

72 Inventor/es:

KNOERZER, KAI

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 809 527 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Recipiente para uso en el procesamiento de alimentos

Campo técnico

5 La invención se refiere a un recipiente y un sistema para uso en un procesamiento de alta presión a temperatura elevada, y a un procedimiento de procesamiento de alta presión a temperatura elevada usando el recipiente.

Antecedentes de la invención

10 El procesamiento de alta presión (HPP) es una tecnología madura, siendo su aplicación principal la conservación en frío de alimentos (por ejemplo, bebidas), es decir, para la inactivación de organismos vegetativos provocada por la presión en lugar de por la temperatura. El HPP por sí solo no puede inactivar las esporas bacterianas. El enlatado convencional produce productos seguros, pero de baja calidad debido a la necesidad de sobrecalentar significativamente el exterior de las latas durante un período prolongado para garantizar un tratamiento térmico adecuado del centro.

15 El uso de un procesamiento de alta presión y alta temperatura tiene varias ventajas sobre el procesamiento térmico convencional. Estas incluyen una carga térmica reducida debido al calentamiento rápido por compresión (es decir, el aumento de la temperatura en el material procesado causado por la presurización) del material alimenticio durante la presión y el enfriamiento rápido por descompresión (es decir, lo contrario del calentamiento por compresión) durante la liberación de presión. Se ha demostrado que las esporas microbianas muestran inactivación sinérgica cuando se combinan presión y temperatura. Como resultado, se requieren temperaturas más bajas para lograr el mismo grado de inactivación, o se requieren tiempos de proceso más cortos a temperaturas idénticas a la inactivación únicamente térmica. Esto reduce aún más la carga térmica, lo cual es beneficioso para retener las características de calidad de los alimentos, tales como sabor, aroma, color, nutrientes, etc.

20 Hasta la fecha, para realizar un procedimiento térmico de alta presión, se han de usar máquinas de alta presión diseñadas específicamente, las cuales son capaces de calentar el fluido de compresión y las paredes de la vasija. Una temperatura máxima típica que se puede lograr en sistemas de laboratorio y a escala piloto es <100 °C. Esta temperatura es suficiente para algunas aplicaciones, pero para la esterilización, que generalmente se realiza a ~121°C, es todavía demasiado baja.

25 Hasta la fecha, no está disponible un sistema comercial de HPP, que pueda combinar presiones y temperaturas elevadas. Es deseable permitir un procesamiento térmico a alta presión sin la necesidad de calentamiento en la vasija de alta presión, ya sea a través de una pared de vasija calentada de alta presión o un calentador interior en el recipiente; tal calentamiento podría realizarse mediante procedimientos óhmicos, eléctricos, por convección u otros, para mantener la temperatura durante el procedimiento. Si tal sistema de calentamiento estuviera disponible, tenderían a desarrollarse gradientes de temperatura durante el procesamiento térmico a alta presión en un vasija calentado de alta presión como resultado de los diferentes materiales involucrados, incluido el material que se ha de calentar, tal como un alimento, el líquido de procesamiento y el material de vasija de alta presión, que generalmente es metálico, así como pérdidas de temperatura durante el tiempo de retención de presión debido a convección y conducción.

30 Existe la necesidad de un sistema más eficiente y controlable para el procesamiento de alta presión y alta temperatura con el fin de permitir un tratamiento uniforme de temperatura y alta presión y adecuado para el procesamiento a escala comercial de materiales, tales como productos alimenticios.

40 El documento WO 2004/082405 se refiere a una prensa isostática para el tratamiento de alta presión de un producto que tiene una temperatura por debajo de 0°C usando un recipiente que tiene paredes formadas por un material de baja resistencia térmica.

El documento US 5316745 se refiere a un aparato y método de esterilización de alta presión que usa un cilindro y un émbolo que funcionan en una carrera de compresión de potencia.

45 El documento US 2004/033296 se refiere a un procedimiento de tratamiento de gas de alta presión para conservar alimentos.

El documento US 2007/144587 se refiere a un aparato y un método que implica un dispositivo de prensado isostático de alta presión en el que se usa un medio de presión líquido para generar la presión.

El documento US 2002/192109 se refiere a un portador de producto para su uso en sustancias de procesamiento a presión en las que el material aislante tiene propiedades de calentamiento por compresión.

50 El documento WO 84/04037 describe una bolsa de enema para el almacenamiento y la administración de composiciones médicas.

El documento US 2003/228239 describe un método para inactivar priones en un sustrato que implica someter el sustrato a presión ultra elevada con el fin de proporcionar calentamiento adiabático a temperaturas en las cuales los priones son inactivados.

5 El documento JP 55550671 describe un método de esterilización a elevada presión de alimentos en un recipiente de polietileno.

Compendio de la invención

Se proporciona un recipiente multicapa para el procesamiento a elevada temperatura y alta presión de un material dentro del recipiente, usando un líquido de transmisión de presión dentro del recipiente, teniendo el recipiente multicapa una pared de recipiente que comprende una capa interior formada por un plástico para contener el líquido en contacto con el lado interior del mismo y al menos una capa adicional exterior a la capa interior y formado por plástico diferente de la capa interior, en el que la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión al menos tan alto como el coeficiente de calentamiento por compresión del líquido de transmisión de presión en contacto con el lado interior del mismo y la al menos otra capa que tiene una conductividad térmica más baja a presión y temperatura ambiente que la capa interior. La pared de recipiente comprende una pared lateral cilíndrica y una pared extrema sellada en la pared lateral y en el que el recipiente está provisto de un pistón que tiene un borde periférico que se sella con la pared lateral de recipiente y que se puede mover dentro de la pared lateral de recipiente en respuesta a un cambio de presión aplicado exteriormente al pistón desde el recipiente. La al menos otra capa exterior de la capa interior tiene una conductividad térmica de no más de $0,33 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ a 25°C , y la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión a temperatura y presión ambiente de al menos $6 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, en donde la temperatura ambiente es de 25°C .

En un conjunto de realizaciones, al menos la una capa adicional tiene una conductividad térmica de no más de $0,3 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ y más preferiblemente de $0,26 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, a 25°C . La conductividad térmica del plástico es una medida del calor transmitido a través de un espesor unitario del material, en una dirección normal a la superficie del área unitaria debido a un gradiente de temperatura. Ejemplos de plásticos que tienen una conductividad térmica de no más de $0,3 \text{ W}/(\text{m K})$, preferiblemente no más de $0,26 \text{ W}/(\text{m K})$, a 25°C pueden, por ejemplo, seleccionarse del grupo que consiste en poliéster, resina fenólica, nylon, policarbonato, caucho natural, caucho sintético, elastómeros termoplásticos, polimetilmetacrilato, polipropileno, poliolefina halogenada tal como cloruro de polivinilo y politetrafluoroetileno (PTFE), poliimidias y acrílicos.

Se ha averiguado que la compresibilidad de los plásticos utilizados en la capa exterior tiene una influencia significativa sobre la conductividad térmica de alta presión. Por consiguiente, la al menos una capa adicional exterior a la capa interior también tendrá típicamente una compresibilidad más baja que la capa interior de la pared de recipiente.

Además, se proporciona un sistema para el procesamiento a elevada temperatura y alta presión de un material que comprende un recipiente como se describe en la presente memoria y un líquido de transmisión de presión y el material dentro del recipiente.

35 En otro aspecto, se proporciona un procedimiento para el procesamiento térmico a alta presión de un material que comprende;

- (i) Proporcionar un recipiente multicapa como se describió anteriormente;
- (ii) Proporcionar un líquido de transmisión de presión de líquido;
- (iii) Precalentar el recipiente multicapa, el líquido de transmisión de presión y el material;
- 40 (iv) Colocar el material que se ha de procesar dentro del recipiente y proporcionar el líquido de transmisión de presión dentro del recipiente, en asociación con el material, para aplicar presión al material; y
- (v) Aplicar presión al líquido de transmisión de presión dentro del recipiente;

en el que la capa interior proporciona calentamiento por compresión al líquido de transmisión de presión y la al menos una capa adicional reduce la pérdida de calor del recipiente mediante una baja conductividad térmica (aislamiento térmico).

El recipiente multicapa, el medio de transmisión de presión y el material se precalientan preferiblemente a una temperatura que producirá una temperatura objetivo en el material a procesar en el intervalo de 40°C a 150°C y la presión aplicada está en el intervalo de 100 a 1000 MPa. Más preferiblemente, el recipiente multicapa, el líquido de transmisión de presión y el material se precalientan a una temperatura que produce una temperatura de proceso bajo presión en el intervalo de 50°C a 130°C y la presión aplicada está en el intervalo de 300 a 800 MPa.

El recipiente y el procedimiento permiten el uso de máquinas HPP estándar (es decir, frías), lo que permitirá un procesamiento uniforme (con respecto a la presión y la temperatura) a temperaturas elevadas sin la necesidad de equipos HPP especializados, tales como un calentador interior para proporcionar calentamiento del contenido del recipiente durante el procesamiento térmico a alta presión. Además, la regulación eficiente de la temperatura a través

del líquido de transmisión de presión durante el procesamiento de alta presión permite un período de calentamiento más corto y/o temperaturas más bajas que las que hasta ahora se habían requerido en el procesamiento solo térmico. Esto tiene beneficios significativos en el tratamiento de productos alimenticios para los cuales unos tiempos de procesamiento más cortos y unas condiciones menos severas permiten una mayor eficiencia de procesamiento y para que la calidad de los alimentos se retenga de una manera más efectiva.

Descripción detallada

La capa interior del recipiente tiene un coeficiente de calentamiento por compresión de al menos tan alto como el líquido de transmisión de presión en contacto con el lado interior del mismo. La capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión a temperatura y presión ambientes de al menos $6 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$. Cuando se usa en la presente memoria, la referencia al coeficiente de calentamiento por compresión o la referencia al coeficiente de calentamiento por compresión con relación a otro material (tal como el líquido de transmisión de presión) se refiere al coeficiente de calentamiento por compresión o coeficientes relativos determinados a presión y temperatura ambientes (25°C). Los coeficientes relativos en términos generales son consistentes a temperatura ambiente con los coeficientes relativos de los materiales en condiciones de operación del sistema y el procedimiento. En general, se entenderá que la elección del material plástico para la capa interior también implicará elegir un material plástico que tenga un punto de fusión más alto que la temperatura de funcionamiento. Así, en general, el plástico tendrá un punto de fusión de más de 60°C, preferiblemente más de 90°C, y más preferiblemente de al menos 120°C.

El coeficiente de calentamiento por compresión de cualquier material puede determinarse según la siguiente ecuación:

$$k_c = f(P, T) = \frac{\alpha_p(P, T)}{\rho(P, T) \cdot C_p(P, T)}$$

donde T indica la temperatura absoluta en K, P la presión en Pa, k_c , el coeficiente de calentamiento por compresión en Pa^{-1} , α_p , el coeficiente de expansión térmica en K^{-1} , ρ la densidad en kg m^{-3} C_p es la capacidad calorífica específica en $\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$.

Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering 98 (2010) 110-119 y Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering 96 (2010) 229-238, establecen un procedimiento específico para determinar el coeficiente de calentamiento por compresión de los materiales en las condiciones de funcionamiento del sistema en función de la presión y la temperatura, y dependiente del coeficiente de expansión térmica, la densidad y la capacidad térmica específica del material presurizado. Para determinar el coeficiente de calentamiento por compresión, el material que se ha de investigar se precalienta a cierta temperatura, luego se aplica presión en el orden de 700-800 MPa. A este nivel de presión, el procedimiento se mantiene hasta que sean iguales unas temperaturas en todo el material a analizar, medido por termopares. Luego se libera la presión en poco tiempo y se registran las presiones y temperaturas. Este perfil de presión/temperatura registrado se evalúa con respecto a la pendiente a diferentes niveles de presión, y mediante la ecuación 3 en la publicación mencionada anteriormente, el coeficiente de calentamiento por compresión se deriva para los niveles respectivos de presión y temperatura. Este procedimiento se repite para diferentes temperaturas iniciales (produciendo diferentes temperaturas bajo presión) hasta que se recopilen suficientes datos que permitan un ajuste bidimensional, produciendo una ecuación para las propiedades de calentamiento por compresión en función de la combinación de presión y temperatura. Si bien este procedimiento puede usarse para confirmar la eficiencia del procedimiento y el comportamiento del material en un amplio intervalo de presiones y temperaturas, los materiales plásticos pueden seleccionarse teniendo en cuenta el coeficiente de calentamiento por compresión a presión atmosférica y temperatura ambiente (25°C).

La conductividad térmica se puede definir como la cantidad de calor transmitido a través de un espesor unitario de un material, en una dirección normal a una superficie de área unitaria, debido a un gradiente de temperatura unitario en condiciones estables. Las tablas de conductividad térmica de materiales comunes a presiones ambientales están disponibles fácilmente tales como en Engineering Toolbox (www.EngineeringToolBox.com) o en la base de datos de materiales en línea www.matbase.com.

La compresibilidad donde se hace referencia en la presente memoria es una medida del cambio de volumen relativo de un sólido en respuesta a un cambio de presión (o tensión media). Los valores de compresibilidad pueden calcularse a partir de información fácilmente disponible sobre la densidad y la velocidad del sonido para materiales específicos donde la compresibilidad (β_s) puede expresarse como:

$$\beta_s = \frac{1}{\rho c^2}$$

donde ρ es la densidad y c es la velocidad del sonido.

Cuando los términos "comprenden", "comprende", "compuesto" o "que comprende" se usan en esta memoria (incluidas las reivindicaciones) deben interpretarse como que especifican la presencia de las características, números enteros, pasos o componentes declarados, pero sin excluir la presencia de una o más características, números enteros, pasos o componentes, o grupos de los mismos.

5 Breve descripción de los dibujos

En los dibujos:

La figura 1 es una vista esquemática en sección transversal de un recipiente multicapa según la invención.

10 La figura 2 muestra una sección longitudinal de un sistema para procesamiento térmico a alta presión según la invención que comprende un recipiente multicapa según la figura 1 alojado en una vasija a presión que puede ser de tipo conocido para HPP.

La figura 3 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de PTFE de pared sencilla durante el procesamiento térmico a alta presión durante 15 minutos.

15 La figura 4 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de dos capas (capa exterior de PTFE, capa interior de PP) según la invención. durante el procesamiento térmico a alta presión durante 15 min.

20 La figura 5 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de tres capas (capa exterior de PTFE, capa central de PP y capa interior de HDPE) según la invención durante el procesamiento térmico a alta presión durante 15 min.

La figura 6 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de dos capas (capa exterior de PTFE, capa interior de HDPE) según la invención durante el procesamiento térmico a alta presión a una temperatura de esterilización objetivo durante 15 min.

25 La figura 7 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de tres capas (capa exterior de PTFE, capa central de PP y capa interior de HDPE) según la invención durante el procesamiento térmico a alta presión a una temperatura de esterilización objetivo durante 15 min.

30 La figura 8 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de tres capas (capa exterior de PVC, capa central de PP y capa interior de HDPE) según la invención durante el procesamiento térmico a alta presión a una temperatura de esterilización objetivo durante 15 min.

35 La figura 9 es un gráfico que muestra la variación en el tiempo de la temperatura del agua (utilizada como líquido de transmisión de presión) en la parte superior, media e inferior de un recipiente de tres capas (capa exterior de PTFE, capa central de PP y capa interior de HDPE) según la invención durante el procesamiento térmico a alta presión a una temperatura de pasteurización objetivo durante 15 min.

40 La invención proporciona un recipiente multicapa y un sistema para el procesamiento a elevada temperatura y alta presión de un material dentro del recipiente, usando un líquido de transmisión de presión dentro del recipiente, teniendo el recipiente multicapa una pared de recipiente que comprende una capa interior formada por un plástico para contener el líquido en contacto con el lado interior de la misma y al menos una capa adicional exterior a la capa interior y formada por plástico diferente del de la capa interior, en donde la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión al menos tan alto como el líquido de transmisión de presión en contacto con el lado interior del mismo, es decir, que experimenta al menos el mismo calentamiento por compresión al nivel de presión específico, y al menos una capa adicional tiene una compresibilidad más baja y, por lo tanto, una conductividad térmica bajo presión más baja, que la primera capa.

45 La capa interior de la pared de recipiente tiene un coeficiente de calentamiento por compresión al menos tan alto como el coeficiente de calentamiento por compresión del líquido de transmisión de presión en contacto con el lado interior del mismo. La capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión a temperatura y presión ambientes de al menos $6 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$. Al hacer funcionar el recipiente durante el procesamiento de alta presión a temperatura elevada, se evita el gradiente de temperatura que puede conducir a pérdida de calor del líquido de transmisión de presión a la capa, o si el coeficiente de calentamiento por compresión de la capa interior es mayor que el líquido de transmisión de presión, el recipiente proporcionará calor de la capa al líquido durante el procesamiento de alta presión.

50 En un conjunto de realizaciones, el coeficiente de calentamiento por compresión (k_c) de la capa interior es al menos $6,2 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ a temperatura y presión ambientes, preferiblemente al menos $8 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ a temperatura y presión

ambientes. Se muestra en la Tabla 1, el coeficiente de calentamiento por compresión (a 25°C y presión ambiente) de una serie de plásticos (y agua) fácilmente disponibles.

Tabla 1

Material	Coefficiente de expansión térmica (K ⁻¹)	Capacidad térmica específica (J kg ⁻¹ K ⁻¹)	Kc (Pa ⁻¹)
Agua	2.6 10 ⁻⁰⁴	4181	6.2 10 ⁻¹¹
PTFE	1.3 10 ⁻⁰⁴	1000	5.9 10 ⁻¹¹
PP	1.5 10 ⁻⁰⁴	1800	8.8 10 ⁻¹¹
HDPE	2.0 10 ⁻⁰⁴	1900	1.1 10 ⁻¹⁰
PVC	8.5 10 ⁻⁰⁵	1250	4.8 10 ⁻¹¹
PMMA	7.5 10 ⁻⁰⁵	1450	4.4 10 ⁻¹¹
Polycarbonato	6.6 10 ⁻⁰⁵	1200	4.6 10 ⁻¹¹
ABS	1.0 10 ⁻⁰⁴	1400	6.9 10 ⁻¹¹
PEEK	5.5 10 ⁻⁰⁵	1340	3.1 10 ⁻¹¹
PET	5.9 10 ⁻⁰⁵	1000	4.2 10 ⁻¹¹
PES	5.6 10 ⁻⁰⁵	1100	3.7 10 ⁻¹¹
PI	5.0 10 ⁻⁰⁵	1090	3.2 10 ⁻¹¹
PVDF	1.1 10 ⁻⁰⁴	1200	5.1 10 ⁻¹¹
PFA	1.4 10 ⁻⁰⁴	1000	6.5 10 ⁻¹¹

5 La conductividad térmica de la al menos una capa adicional exterior a la capa interior no es mayor que 0,33 W m⁻¹ K⁻¹, preferiblemente no más de 0,3 W m⁻¹ K⁻¹ y, más preferiblemente, no más de 0,26 W m⁻¹ K⁻¹ a 25°C. En una realización particularmente preferida, la conductividad térmica de la al menos una capa adicional exterior a la capa interior no es mayor que 0.2 W m⁻¹ K⁻¹ a 25°C.

10 La al menos una capa de recipiente exterior a la capa interior tiene preferiblemente una menor compresibilidad que la capa interior. La compresibilidad más baja ayudará a proporcionar una conductividad térmica más baja que la de la capa interior bajo presión. La compresibilidad de la al menos una capa exterior de la capa interior es preferiblemente no mayor que 2,5 x 10⁻¹⁰ Pa⁻¹. En un conjunto de realizaciones, la compresibilidad no es mayor que 2 x 10⁻¹⁰ Pa⁻¹.

15 La combinación de baja compresibilidad y baja conductividad térmica proporcionará típicamente un buen aislamiento térmico durante el tiempo de retención de presión para contrarrestar posibles pérdidas de calor (debidas a un gradiente de temperatura significativo) hacia las paredes y material fríos de vasija a elevada presión, tal como un líquido de presurización que rodea el recipiente.

Se muestra en la Tabla 2 la compresibilidad y la conductividad térmica (a 25°C y presión ambiente) de varios plásticos disponibles (y agua).

Tabla 2

Material	Densidad (kg m ⁻³)	Velocidad del sonido (m s ⁻¹)	Compresibilidad (Pa ⁻¹)	Conductividad térmica (W m ⁻¹ K ⁻¹)
Agua	1000	1482	4.6 10 ⁻¹⁰	0.6
PTFE	2200	1400	2.3 10 ⁻¹⁰	0.25
PP	950	2400	1.8 10 ⁻¹⁰	0.2
HDPE	930	1900	3.0 10 ⁻¹⁰	0.5
PVC	1420	2395	1.2 10 ⁻¹⁰	0.19
PMMA	1180	3350	7.6 10 ⁻¹¹	0.2
Polycarbonato	1200	2270	1.6 10 ⁻¹⁰	0.19
ABS	1040	2250	1.9 10 ⁻¹⁰	0.17
PEEK	1320	2580	1.1 10 ⁻¹⁰	0.15
PET	1400	2400	1.2 10 ⁻¹⁰	0.15
PES	1370	2300	1.4 10 ⁻¹⁰	0.13
PI	1420	2500	1.1 10 ⁻¹⁰	0.2
PVDF	1780	2560	8.6 10 ⁻¹¹	0.1

- 5 Ejemplos de materiales adecuados que tienen la conductividad térmica y la compresibilidad necesarias para la capa exterior a la capa interior incluyen al menos un plástico seleccionado del grupo que consiste en poliéster, nylon, policarbonato, caucho natural, caucho sintético tal como ABS, resina fenólica, tereftalato de polietileno (PET), polietersulfona (PES), poliimidias (PI), polifluoroalcoxicano (PFA), elastómeros termoplásticos, acrílicos tales como el polimetilmetacrilato (PMMA), polipropileno (PP), poliolefina halogenada tal como el cloruro de polivinilo (PVC), difluoruro de polivinilideno (PVDF) y politetrafluoroetileno (PTFE). En un conjunto de realizaciones, la capa exterior se selecciona del grupo que consiste en PMMA, PVDF, PP y PTFE. PMMA y PVDF se prefieren particularmente debido a la baja compresibilidad y baja conductividad térmica.
- 10 En un conjunto de realizaciones, la capa interior es un polietileno de densidad media o alta, y el recipiente comprende además al menos dos capas exterior a la capa interior, en donde las al menos dos capas exteriores se seleccionan del grupo que consiste en poliéster, nylon, policarbonato, caucho natural, caucho sintético, resina fenólica, elastómeros termoplásticos, polimetilmetacrilato, polipropileno, poliolefinas halogenadas tales como cloruro de polivinilo y politetrafluoroetileno (PTFE), poliimidias y acrílicos. En un conjunto de realizaciones, las capas exteriores de la capa interior incluyen una capa de PP o ABS y una capa de plástico seleccionada de entre PTFE, PVC, PVDF y PMMA.
- 15 En un conjunto de realizaciones, la pared de recipiente comprende al menos tres capas que son preferiblemente contiguas, comprendiendo la capa interior un plástico que proporciona un calentamiento por compresión mayor que el agua, teniendo una capa intermedia un calentamiento por compresión menor que la capa interior, pero una compresibilidad media, proporcionando así calentamiento por compresión (más que la capa exterior) y aislamiento térmico (mejor que la capa interior) y una tercera capa, exterior a la capa intermedia de calentamiento por compresión inferior que la capa intermedia. En un conjunto de realizaciones, la capa interior es polietileno de alta densidad (HDPE), la capa intermedia es polipropileno (PP) y la capa exterior de la capa intermedia se selecciona del grupo que consiste en PMMA, PVC, PET, PES, PI, PVDF y PTFE. En un conjunto de realizaciones, la capa exterior de la capa intermedia es PMMA o PVDF.
- 20 Ejemplos específicos de recipientes de paredes múltiples incluyen aquellos recipientes que tienen una pared que comprende capas (desde el interior progresivamente hasta capas más exteriores a la capa interior): HDPE/PP/PMMA, HDPE/PP/PVDF, HDPE/PP/PTFE, HDPE/PP, HDPE/PMMA, HDPE/PVDF, HDPE/PP/PEEK, HDPE/PP/PI, HDPE/ABS, HDPE/ABS/PMMA y HDPE/ABS/PVDF.
- 25 La pared multicapa comprende preferiblemente una disposición contigua de una pared interior, intermedia y adicional. Las paredes pueden estar fusionadas o pueden formar una disposición muy ajustada de capas separables, por ejemplo, de capas cilíndricas de diferentes diámetros adaptadas para acoplarse de manera deslizante.
- 30

El grosor de las capas de la pared de recipiente puede seleccionarse teniendo en cuenta las dimensiones del recipiente y la extensión del aislamiento térmico y el calentamiento por compresión requeridos. En un conjunto de realizaciones, las capas tienen un grosor en el intervalo de 1 mm a 50 mm.

5 El recipiente comprenderá generalmente una pared lateral y una pared base que comprende las construcciones multicapa. La pared de recipiente puede estar preparada con una variedad de formas y dimensiones. El recipiente comprende una pared lateral cilíndrica y una pared extrema cerrada sellada en la pared lateral. La pared lateral cilíndrica y preferiblemente también la pared extrema son de construcción multicapa. El recipiente en un conjunto de realizaciones está provisto de una abertura opuesta a la pared extrema sellada y desde la cual se aplica presión a un líquido de transmisión de presión dentro del recipiente. El recipiente está provisto de un pistón que tiene un borde periférico que se sella contra el interior de la pared lateral de recipiente y es móvil en respuesta a presión aplicada al pistón (para aplicar presión al líquido de transmisión de presión) desde el exterior del recipiente. El pistón puede ser de construcción sencilla o multicapa y en un conjunto de realizaciones comprende una construcción multicapa como se describió anteriormente en la presente memoria. En un conjunto preferido de realizaciones, el pistón es una capa única compuesta de un material de calentamiento por compresión que puede ser el mismo que el de la capa interior del recipiente.

20 Generalmente se prefiere que el recipiente comprenda una pared lateral cilíndrica y una pared extrema que forme el recipiente multicapa adaptado para encajarse en una cámara cilíndrica de alta presión, tal como una cámara cilíndrica de alta presión de mayor diámetro. El recipiente multicapa está provisto de un pistón móvil dentro de la pared lateral cilíndrica en respuesta a presión aplicada exteriormente al recipiente y dentro de la cámara de alta presión. El pistón tiene un borde periférico que forma una junta contra la pared lateral del recipiente. El uso de un pistón que se sella contra el lado interior de la pared lateral de recipiente evita la entrada de presurización. El pistón puede estar formado por el plástico de calentamiento por compresión presente como la capa interior del recipiente. El pistón también puede ser de construcción multicapa, pero en general se ha averiguado que es adecuada una construcción de capa única.

25 En un conjunto de realizaciones se proporciona un sistema para el procesamiento a elevada temperatura y alta presión de un material que comprende un recipiente como se describió anteriormente, un líquido de transmisión de presión y el material dentro del recipiente.

30 En un conjunto de realizaciones, el recipiente está alojado dentro de una cámara de presión para aplicar una presión alta al líquido de transmisión de presión. La cámara de presión contendrá preferiblemente un medio de presurización de líquido separado del líquido de transmisión de presión dentro del recipiente por el pistón en respuesta a la presión ejercida por el medio de presurización para transferir presión al líquido de transmisión de presión y al material que se ha de procesar.

En otro aspecto, se proporciona un procedimiento para el procesamiento térmico a alta presión de un material que comprende;

- (i) Proporcionar un recipiente multicapa como se describe en la presente memoria;
- 35 (ii) Proporcionar un líquido de transmisión de presión de líquido;
- (iii) Precalentar el recipiente multicapa, líquido de transmisión de presión y material;
- (iv) Colocar el material que se ha de procesar dentro del recipiente y proporcionar el líquido de transmisión de presión dentro del recipiente en asociación con el material para aplicar presión al material; y
- (v) Aplicar presión al líquido de transmisión de presión dentro del recipiente;
- 40 en el que la capa interior proporciona calentamiento por compresión al líquido de transmisión de presión y la al menos una capa adicional reduce la pérdida de calor del recipiente.

La temperatura de precalentamiento utilizada antes de someter el recipiente y el contenido a un procesamiento de alta presión es determinada para el material a procesar y se basa en el nivel de presión y la temperatura objetivo. La temperatura objetivo está en el intervalo de 40°C a 150°C. Preferiblemente, la temperatura de precalentamiento producirá temperaturas de procedimiento en el intervalo de 50°C a 130°C y más preferiblemente de 60°C a 121°C. Las presiones durante el procedimiento pueden ser, por ejemplo, de 100 MPa a 1000 MPa (1000 y 10000 bar), tal como 400 MPa a 800 MPa. Los tiempos de retención de presión pueden ser de 1 segundo a 30 minutos. En un conjunto preferido de realizaciones, la presión se mantiene en el intervalo de 30 segundos a 5 minutos. Si bien la temperatura de precalentamiento dependerá de las condiciones bajo las cuales operará el sistema, incluida la presión, la temperatura objetivo y las propiedades de calentamiento por compresión del material procesado, el fluido de presurización y la capa interior elegida en un conjunto de realizaciones, la temperatura de precalentamiento está en el intervalo de 30°C a 100°C, preferiblemente de 40°C a 90°C y lo más preferiblemente de 40°C a 70°C. En un conjunto de realizaciones, el líquido de transmisión de presión es un líquido acuoso, el material es un producto alimenticio y la temperatura de precalentamiento está en el intervalo de 30°C a 100°C, preferiblemente de 40°C a 90°C y lo más preferiblemente 40°C a 70°C y la temperatura obtenida durante el procesamiento de alta presión está en el intervalo de 40°C a 150°C, más preferiblemente de 50°C a 130°C y lo más preferiblemente de 60°C a 121°C.

5 En un conjunto preferido de realizaciones, la temperatura del medio de transmisión de presión y el material se mantiene a una temperatura de no menos que 5°C menos que la temperatura objetivo después de la presurización; es decir, durante el tiempo de retención de presión, como resultado del calentamiento por compresión. De esta manera, el sistema puede funcionar sin la necesidad de calentar adicionalmente el contenido del recipiente a través de paredes de vasija de alta presión calentadas o de cualquier otra forma de calentamiento aplicada exteriormente o implementada en el recipiente, para mantener la temperatura del contenido en el nivel requerido durante un período más largo de lo que de otra manera sería posible.

10 El sistema de recipiente puede usarse en el tratamiento de una gama de materiales, por ejemplo, productos farmacéuticos, productos alimenticios (incluidos productos alimenticios líquidos, semisólidos y sólidos), material químico y/o biológico y reactivos para llevar a cabo reacciones químicas o biológicas en unas condiciones dentro del recipiente. El material puede, en un conjunto de realizaciones, mezclarse, disolverse o suspenderse en el líquido de transmisión de presión.

15 En un conjunto particularmente preferido de realizaciones, el material a tratar en el recipiente es un material alimenticio y el medio de transmisión de presión es un medio acuoso. En esta realización, puede proporcionarse el perfil de presión y temperatura para obtener pasteurización o esterilización del producto alimenticio.

20 Con referencia a los dibujos, en la figura 1 se muestra una sección transversal esquemática de un recipiente 1 que comprende una pared que incluye una pared lateral cilíndrica 2, una pared base 3 y un pistón de compresión móvil 4 que define un espacio interior 5 para recibir un medio de transmisión de presión y material para el procesamiento a elevada presión y alta temperatura. El lado 2 y la pared base 3 están formados por tres capas contiguas que incluyen una capa interior 6 formada por un material plástico, particularmente polietileno de alta densidad (HDPE), para el calentamiento por compresión, una capa intermedia 7 que tiene un coeficiente de calentamiento por compresión y una compresibilidad (es decir, menor conductividad térmica bajo presión) más baja que la capa interior, y una capa exterior 8 de baja conductividad térmica, tal como una conductividad térmica de no más de 0,3 W/(m K), preferiblemente no más de 0,26 W/(m K), a 25°C y menor compresibilidad que las capas 6 y 7 para mantener una baja conductividad térmica bajo presión. El pistón 4 está formado por plástico para el calentamiento por compresión, tal como HDPE.

En un aspecto, el procedimiento implica los siguientes pasos:

1. precalentar un producto alimenticio, incluyendo el fluido de compresión en el recipiente 1 todas las capas del recipiente (6,7 y 8) a la temperatura inicial requerida (que puede dar la temperatura objetivo en el líquido de transmisión de presión y el material que se ha de tratar después de la presurización); ya sea juntos o por separado;
- 30 2. si está separado, combinar todas las capas (6,7 y 8) del recipiente y llenar el espacio interior (5) con líquido de transmisión de presión precalentado, tal como un líquido acuoso y un producto alimenticio; y cerrar con la tapa precalentada (pistón móvil) 4, hecha del mismo material que la capa interior en contacto con el fluido de compresión y el producto alimenticio;
3. transferir el recipiente al interior de la máquina de alta presión;
- 35 4. aplicar alta presión (a la presión objetivo y el tiempo de retención de presión requerido) al recipiente, lo que llevará a que el pistón 4 se mueva dentro de la cámara de recipiente debido al gradiente de presión y, por lo tanto, a la presurización del líquido de transmisión de presión y el material que se ha de procesar en el recipiente;
5. liberar presión (a presión ambiente);
6. retirar el recipiente de la máquina de alta presión;
- 40 7. descargar el producto alimenticio del recipiente.

45 La figura 2 muestra una realización de un sistema 10 para el procesamiento térmico a alta presión de un material en un líquido de transmisión de presión 11 dentro de un recipiente cilíndrico 12 que tiene una construcción multicapa según la figura 1 y que comprende una base 13, una lateral pared 14 y un extremo abierto 15. Un pistón 16 forma una junta con el lado interior de la pared lateral de recipiente 14 y se puede mover dentro del recipiente 12 en respuesta a una presión aplicada durante el procesamiento. El pistón es preferiblemente una sola capa de material que se corresponde con la capa interior del recipiente 12 (véase el pistón 4) y capa interior 6 de la figura 1.

Durante el funcionamiento del sistema, el recipiente 12 está colocado en una vasija a presión 17 que tiene una pared lateral 18, unas paredes extremas 19, 20 y una abertura 21 para un fluido a presión.

50 En funcionamiento, el fluido a presión 22 es forzado bajo presión hacia el interior de la vasija a presión 17 a través de la abertura 21 para aplicar presión al recipiente 12 y empujar el pistón 16 hacia la base 13 del recipiente multicapa 12 aplicando así presión al líquido de transmisión de presión 11.

La presión aplicada al recipiente 12 y al pistón 16 a través del fluido a presión 22 y el líquido de transmisión de presión 11 dentro del recipiente 12 da como resultado un calentamiento adiabático del recipiente 12 y, en particular, de la capa interior (figura 1 (6)) del recipiente 12.

La vasija 17 y el recipiente 12 pueden disponerse en cualquier orientación adecuada, tal como horizontal, vertical u otra orientación. Se conocen en la técnica las vasijas a presión y los sistemas adecuados para aplicar presión al recipiente.

- 5 Ahora se hará referencia a experimentos que incorporan los principios generales anteriores de la presente invención. Sin embargo, se entenderá que la siguiente descripción no limita la generalidad de la descripción anterior.

EJEMPLOS

Ejemplo 1: Estudio experimental del procesamiento térmico a alta presión en un sistema estándar (frío) de alta presión

Los ensayos se realizaron en una máquina de alta presión Avure 35 L. La temperatura del sistema se mantuvo a temperatura ambiente (~ 18°C); el fluido de compresión entrante estuvo a ~ 15°C.

- 10 Se investigaron tres sistemas de recipiente utilizando un recipiente de paredes cilíndricas descrito con referencia a la figura 1, pero que difieren del ejemplo comparativo y el Sistema 1 al tener menos capas:

Sistema comparativo - una sola capa (PTFE);

Sistema de la invención 1: dos capas (capa exterior de PTFE, capa interior de PP); y

Sistema de la invención 2: tres capas (capa exterior de PTFE, capa intermedia de PP y capa interior de HDPE).

- 15 La presión se ajustó a 600 MPa, el tiempo de retención de presión se ajustó a 15 min; mientras que un procedimiento comercial raramente duraría más de 5 minutos (lo típico es 3 minutos), el propósito del tiempo de retención extendido fue probar la invención bajo las condiciones de un caso relativamente severas.

- 20 La temperatura de precalentamiento para el (los) material(es) del recipiente y el agua dentro del recipiente se ajustó a 56-58°C, lo que da bajo presión (a 600 MPa) una temperatura objetivo predicha (en condiciones de calentamiento por compresión, es decir, sin pérdida de calor durante la presurización) según Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering 96 (2010) 229-238 y Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering, 98 (2010) 110-119.

- Agua: 78,5 y 81°C, respectivamente
- PTFE: 78 y 80°C, respectivamente
- PP: 81 y 83°C, respectivamente
- 25 • HDPE: 86 y 89°C, respectivamente

- 30 Como se puede ver a partir de estos datos, la capa exterior (PTFE) experimenta el menor calentamiento por compresión, ligeramente menor que el contenido (agua) del recipiente, la capa intermedia (PP) muestra calentamiento por compresión justo por encima del contenido del recipiente, mientras que la capa interior (HDPE) en contacto con el agua muestra un calentamiento por compresión mayor que el contenido del recipiente, por lo tanto, no solo es capaz de contrarrestar las pérdidas de calor mediante las propiedades aislantes del material, sino que al mismo tiempo actúa como un calentador interior, contrarrestando aún más la pérdida de temperatura durante el tiempo de retención de presión.

- 35 Las figuras 3, 4 y 5 muestran los perfiles de temperatura obtenidos dentro del recipiente a lo largo del procedimiento en la ubicación superior, media e inferior del recipiente, utilizando un termo-huevo, un registrador de datos estable frente a presión y temperatura, como se describe en Knoerzer y otros, Food Engineering Reviews 2 (2010) 216-225, para configuración de 1 capa (PTFE), configuración de 2 capas (PTFE, PP) y configuración de 3 capas (PTFE, PP, HDPE), respectivamente. En las figuras 3 a 9, cuando los gráficos se separan en la región de alta temperatura de los gráficos, las ubicaciones de recipientes superior, media e inferior se corresponden con los gráficos superior, medio e inferior, respectivamente.

- 40 Como se puede ver en la figura 3, mientras que la temperatura objetivo casi se puede alcanzar al final de la subida de la presión, aparte de la ubicación superior, las temperaturas están cayendo casi instantáneamente después del comienzo del tiempo de retención de presión. La ubicación superior puede mantenerla durante aproximadamente 1-2 minutos, ya que el agua más cálida sube a la parte superior mientras que el agua más fría se mueve hacia el fondo debido a las diferencias de densidad del agua a diferentes temperaturas. Esto finalmente conduce a una estratificación de densidad pronunciada, y diferencias significativas en la temperatura de hasta 6°C de arriba a abajo, y una pérdida máxima general de temperatura de casi 12°C en la ubicación inferior. La causa de las pérdidas de calor se debe a la conducción térmica a través de la capa de PTFE y al pronunciado gradiente de temperatura entre el contenido del recipiente y el fluido de compresión exterior y las paredes de vasija de >60°C. Esta configuración de capa única puede ser adecuada para el procesamiento de alta presión a temperaturas solo ligeramente elevadas y sólo para tiempos de retención muy cortos.

La figura 4 muestra una mejor retención del calor. Se alcanza la temperatura objetivo de ~ 79°C y luego se mantiene durante aproximadamente 5 minutos en el procedimiento (se pierde ~0,5°C durante ese tiempo, pero la distribución sigue siendo uniforme). Después de eso, se produce la estratificación de densidad y se desarrollan diferencias de

temperatura de arriba a debajo de $> 3^{\circ}\text{C}$; la pérdida de temperatura global al final del tiempo de retención de presión en la ubicación más fría es de $>5^{\circ}\text{C}$.

5 La figura 5 muestra una muy buena retención de temperatura incluso al final del tiempo de retención de presión, es decir, después de 15 minutos, que es significativamente más largo que cualquier procedimiento de alta presión económicamente factible. Se pierde un máximo de $\sim 1^{\circ}\text{C}$ en el lugar más frío. Las temperaturas siguen siendo uniformes y a la temperatura objetivo durante 10 minutos dentro del tiempo de retención de presión. Se puede observar un ligero aumento de temperatura durante los primeros minutos, que está causado por la temperatura más alta de la capa interior (HDPE) que demuestra la función de esta capa para actuar como un calentador interior.

10 Estos ejemplos prueban el concepto del concepto de recipiente de múltiples capas, que puede usarse, dependiendo de las condiciones del procedimiento requeridas para una aplicación específica, en configuraciones de capa sencilla, doble y triple.

Ejemplo 2: Estudio de modelado numérico para demostrar que la invención funciona con el propósito de procesamiento térmico a alta presión en un sistema estándar (frío) de alta presión

15 Se realizó un estudio de modelado numérico utilizando un paquete de software comercial, COMSOL Multiphysics (COMSOL AB Estocolmo, Suecia) para evaluar el potencial de retención de calor a temperaturas de hasta la temperatura de esterilización común (es decir, 121°C). El procedimiento aplicado fue como se describe, por ejemplo, en Knoerzer y otros AIChE Journal 2007 vol. 53 No 11, 2996-3010 y Knoerzer y Chapman, Journal of Food Engineering, 104 (2011) 404-413.

Se seleccionaron las siguientes condiciones de procedimiento:

- 20
- Temperatura inicial (antes de la presión): 90°C
 - Presión objetivo: 600 MPa
 - Temperatura objetivo bajo presión (después del calentamiento por compresión):
 - Agua: $120,6^{\circ}\text{C}$
 - PTFE: 114°C
 - PP: 119°C
 - HDPE: 126°C
 - Tiempo de retención: 5 min
 - Convección natural en el dominio de fluido (es decir, fluido del procedimiento en el recipiente)
 - Transferencia de calor por conducción y convección
 - Temperatura ambiente (es decir, en el exterior de la capa exterior): 20°C
- 25
- 30

Se encontró que la configuración de 1 capa muestra una pérdida de calor significativa y el desarrollo de estratificación de densidad (es decir, un área fría en el fondo, un área más cálida en la parte superior del recipiente). Esto también se puede considerar en cierta medida como la configuración de 2 capas, aunque significativamente menos pronunciada.

35 La configuración de 3 capas muestra una distribución de temperatura uniforme cerca de la temperatura objetivo de $120,6^{\circ}\text{C}$, incluso al final del tiempo de retención de presión.

40 La Tabla 3 muestra las temperaturas promedio, máxima y mínima en el recipiente al final del tiempo de retención de presión para los tres escenarios. La configuración de 1 capa (solo PTFE) lleva a una pérdida de temperatura en el punto más frío de $25,6^{\circ}\text{C}$ y, en promedio, a una pérdida de $16,7^{\circ}\text{C}$, causada en cierta medida, para empezar, por la pared de recipiente más fría ya que el calentamiento por compresión máximo del PTFE es menor que el del agua contenida, pero también se debe a pérdidas térmicas significativas por conducción y convección durante el tiempo de retención de presión.

45 Esto es significativamente menos pronunciado para la configuración de 2 capas (capa interior de PP/capa exterior de PTFE), que muestra una pérdida de calor promedio de solo $2,6^{\circ}\text{C}$ y una pérdida de calor máxima (en el fondo del recipiente) de $8,6^{\circ}\text{C}$.

La configuración de 3 capas (capa interior de HDPE/capa intermedia de PP/capa exterior de PTFE) retiene mejor el calor, con una caída de temperatura promedio de solo $0,6^{\circ}\text{C}$ y una caída de temperatura máxima de $2,6^{\circ}\text{C}$.

Tabla 3: Temperaturas promedio, máxima y mínima en el recipiente para un procedimiento térmico de alta presión a 600 MPa, temperatura objetivo de $120,6^{\circ}\text{C}$ y después de 5 minutos de tiempo de retención.

50

	$T_{\text{promedio en agua}}$	T_{max}	T_{min}
PTFE	103,9°C	109°C	95°C
PP/PTFE	118°C	120°C	112°C
HDPE/PP/PTFE	120°C	120,5°C	118°C

5 También este ejemplo se demuestra el concepto del recipiente y su uso para el procesamiento térmico a alta presión en una máquina estándar (fría) de alta presión, incluso a gradientes de temperatura muy alta de ~100°C entre el contenido del recipiente y el fluido de compresión y la pared de la vasija de alta presión exterior al recipiente.

Ejemplo 3: Estudio experimental de procesamiento térmico a alta presión en un sistema estándar (frío) de alta presión a temperaturas de esterilización comercial

Los ensayos se realizaron en una máquina de alta presión Avure 35 L. La temperatura del sistema se mantuvo por debajo de la temperatura ambiente (~18°C); el fluido de compresión entrante estuvo a ~12°C.

10 Se investigaron tres sistemas de recipiente utilizando un recipiente de paredes cilíndricas:

Sistema de la invención 4 - dos capas (capa exterior de PTFE, capa interior de PE); y

Sistema de la invención 5 - tres capas (capa exterior de PTFE, capa intermedia de PP y capa interior de HDPE).

Sistema de la invención 6 - tres capas (capa exterior de PVC, capa intermedia de PP y capa interior de HDPE).

15 La presión se ajustó a 600 MPa, el tiempo de retención de presión se ajustó a 15 min; mientras que un procedimiento comercial raramente duraría más de 5 minutos (lo típico es 3 minutos), el propósito del tiempo de retención extendido fue probar la invención bajo condiciones de caso relativamente severas.

20 La temperatura de precalentamiento para el(los) material(es) del recipiente y el agua dentro del recipiente se ajustó a ~94°C, lo que da bajo presión (a 600 MPa) una temperatura objetivo predicha (en condiciones de calentamiento por compresión, es decir, sin pérdida de calor durante la presurización) según las características de calentamiento por compresión determinadas siguiendo el procedimiento descrito en Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering, 98 (2010) 110-119.

Agua: 124,5°C, respectivamente

PTFE: 118°C, respectivamente

PVC: 115°C, respectivamente

25 PP: 123,4°C, respectivamente

HDPE: 130,5°C, respectivamente

30 Como se puede ver a partir de estos datos, la capa exterior (PTFE) experimenta el menor calentamiento por compresión, menor que el del contenido del recipiente (agua), la capa intermedia (PP) muestra un calentamiento por compresión justo debajo del del contenido de recipiente, mientras que la capa interior (HDPE) en contacto con el agua muestra un calentamiento por compresión mayor que el del contenido de recipiente, siendo capaz, por lo tanto, no solo de contrarrestar las pérdidas de calor mediante las propiedades aislantes del material, sino que al mismo tiempo actúa como un calentador interior, contrarrestando aún más las pérdidas de temperatura durante el tiempo de retención de presión.

35 Las figuras 6, 7 y 8 muestran los perfiles de temperatura obtenidos dentro del recipiente a lo largo del procedimiento en la ubicación superior, media e inferior del recipiente, utilizando un termo-huevo, un registrador de datos de presión y temperatura estable, como se describe en Knoerzer y otros, Food Engineering Reviews 2 (2010) 216-225, para los Sistemas de la Invención 4, 5 y 6, respectivamente. Cuando los gráficos se separan en la región de alta temperatura de los gráficos, las ubicaciones de recipiente superior, media e inferior se corresponden con los gráficos superior, medio e inferior, respectivamente.

40 Como se puede ver en la figura 6, la temperatura objetivo se alcanza al final de la subida de presión, y las temperaturas se pueden mantener por encima de 121°C (temperatura objetivo para la esterilización térmica comercial) durante >3 min (que es suficiente para un procedimiento comercialmente factible); después de aproximadamente 5 min, la ubicación media e inferior ha perdido aproximadamente 3,5°C; más allá de 5 minutos, las temperaturas en la ubicación media y superior caen por debajo de las temperaturas de esterilización comerciales. La pérdida continua de

temperatura conduce finalmente a una pronunciada estratificación de densidad, y a diferencias significativas en la temperatura de $>6^{\circ}\text{C}$ de arriba a abajo, y una pérdida máxima general de temperatura de aproximadamente 15°C en la ubicación inferior al final de la retención de 15 min.

5 La figura 6 muestra una retención significativamente mejor del calor a temperaturas de esterilización comerciales. Se alcanza la temperatura objetivo de $\sim 124^{\circ}\text{C}$ (a una temperatura inicial de 94°C), y después de 5 minutos en el procedimiento, se pierde menos de un 1°C en la parte superior, y solo se pierden aproximadamente 2.5°C en la ubicación inferior y media; todavía a una temperatura mayor que las temperaturas de esterilización comerciales. Después de eso, se produce la estratificación de la densidad y se desarrollan diferencias de temperatura de arriba a abajo de alrededor de 6°C ; la pérdida de temperatura global al final del tiempo de retención de presión en el lugar más frío es $>12^{\circ}\text{C}$. Si bien esto suena significativo, debe recordarse que la diferencia de temperatura entre el contenido y la máquina HPP es $>100^{\circ}\text{C}$. Esto también se compara bien con el Ejemplo 2 (estudio de modelado numérico); obsérvese que las diferencias en precalentamiento y, por lo tanto, en temperaturas objetivo al inicio del procedimiento de $\sim 4^{\circ}\text{C}$.

15 Tabla 4: Comparación de modelo y experimento a temperaturas de esterilización después de 5 minutos de tiempo de retención Tobjetivo, modelo = $120,6^{\circ}\text{C}$; Tobjetivo, experimento = $124,5^{\circ}\text{C}$).

	Tinicial	Tmax/superior	Tmin/inferior	$\Delta\text{TSuperior}$	$\Delta\text{TInferior}$
Estudio de modelado	$120,6^{\circ}\text{C}$	$120,5^{\circ}\text{C}$	118°C	$0,1^{\circ}\text{C}$	$2,6^{\circ}\text{C}$
Estudio experimental	$124,8^{\circ}\text{C}$	$124,2^{\circ}\text{C}$	$122,2^{\circ}\text{C}$	$0,6^{\circ}\text{C}$	$2,6^{\circ}\text{C}$

20 La figura 8 muestra el mismo procedimiento con 3 capas, pero con la capa exterior de PTFE reemplazada por una capa de PVC. Las temperaturas iniciales fueron algo más bajas, alrededor de 92°C , por lo tanto, la temperatura objetivo del contenido también fue más baja a 122°C . Se puede observar un comportamiento similar, aunque con una pérdida de calor ligeramente mayor en el transcurso del tiempo de retención de presión. Además, las pérdidas de calor después de 5 minutos son algo mayores, aunque las temperaturas de esterilización comerciales pueden mantenerse durante 5 minutos.

Estos ejemplos demuestran aún más el concepto del concepto de recipiente de varias capas, que puede, dependiendo de las condiciones del procedimiento requeridas para una aplicación específica, ser utilizado en diversas configuraciones de capa (tanto desde varias capas como desde la perspectiva del material de capa).

25 Ejemplo 3: Estudio experimental del procesamiento térmico a alta presión en un sistema estándar (frío) de alta presión a temperaturas de pasteurización comercial

Los ensayos se realizaron en una máquina de alta presión Avure 35 L. La temperatura del sistema se mantuvo por debajo de la temperatura ambiente ($\sim 18^{\circ}\text{C}$); el fluido de compresión entrante estuvo a $\sim 12^{\circ}\text{C}$.

Se investigó un sistema de recipiente utilizando un recipiente de paredes cilíndricas:

30 Sistema de la invención 7: tres capas (capa exterior de PTFE, capa intermedia de PP y capa interior de HDPE).

La presión se ajustó a 600 MPa, el tiempo de retención de presión se ajustó a 15 min; mientras que un procedimiento comercial raramente duraría más de 5 minutos (lo típico es 3 minutos), el propósito del tiempo de retención extendido fue probar la invención bajo condiciones de caso relativamente severas.

35 La temperatura de precalentamiento para el(los) material(es) de recipiente y el agua dentro del recipiente se ajustó a $\sim 94^{\circ}\text{C}$, lo que da bajo presión (a 600 MPa) una temperatura objetivo predicha (en condiciones de calentamiento por compresión, es decir, sin pérdida de calor durante presurización) según características de calentamiento por compresión determinadas siguiendo el procedimiento descrito en Knoerzer y otros, Journal of Food Engineering, 98 (2010) 110-119.

Agua: $93,7^{\circ}\text{C}$, respectivamente

40 PTFE: $92,8^{\circ}\text{C}$, respectivamente

PP: $94,6^{\circ}\text{C}$, respectivamente

HDPE: $101,2^{\circ}\text{C}$, respectivamente

45 Como puede verse a partir de estos datos, la capa exterior (PTFE) experimenta menos calentamiento por compresión, ligeramente inferior al del contenido del recipiente (agua), la capa intermedia (PP) muestra un calentamiento por compresión ligeramente mayor que el del contenido del recipiente, mientras que la capa interior (HDPE) en contacto con el agua muestra un calentamiento por compresión significativamente mayor que el del contenido del recipiente,

siendo capaz, por lo tanto, no solo de contrarrestar las pérdidas de calor a través de las propiedades aislantes del material, sino que al mismo tiempo actúa como calentador interior, contrarrestando aún más la pérdida de temperatura durante el tiempo de retención de presión.

5 La figura 9 muestra los perfiles de temperatura obtenidos dentro del recipiente a lo largo del procedimiento en la ubicación superior, media e inferior del recipiente, usando un termo-huevo, un registrador de datos de presión y temperatura estable, como se describe en Knoerzer y otros, Food Engineering Revisiones 2 (2010) 216-225, para el Sistema de la invención 7. Cuando los gráficos se separan hacia el final del tiempo de retención de presión, las ubicaciones de recipiente superior, media e inferior se corresponden con los gráficos superior, medio e inferior, respectivamente.

10 Como se puede ver en la figura 9, la temperatura objetivo se alcanza al final de la subida de presión, y las temperaturas se pueden mantener por encima de 90°C (temperatura objetivo para la pasteurización térmica comercial) durante casi todo el tiempo de retención de 15 minutos. Se observa una caída de temperatura prácticamente insignificante dentro del tiempo de retención de presión de 3-5 minutos económicamente factible. La estratificación de la densidad se puede ver hasta cierto punto hacia el final del tiempo de retención de presión, con diferencias en las temperaturas de menos de 2°C de arriba a abajo, y una pérdida máxima de temperatura global de aproximadamente 4,5°C en la ubicación inferior al final del tiempo de retención de 15 minutos; lo cual es notable dada la diferencia de temperatura entre el contenido de recipiente y el medio de presión que entra en la vasija de HPP de aproximadamente 80°C.

Este ejemplo demuestra aún más el concepto de recipiente de multicapa para temperaturas de pasteurización térmica comercial.

20

REIVINDICACIONES

1. Un recipiente multicapa para procesamiento a elevada temperatura y alta presión de un material dentro del recipiente, usando un líquido de transmisión de presión dentro del recipiente, teniendo el recipiente multicapa una pared de recipiente que comprende una capa interior formada por un plástico para contener el líquido en contacto con el lado interior de la misma y al menos una capa adicional exterior a la capa interior y formada por plástico diferente del de la capa interior, en el que la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión al menos tan alto como el coeficiente de calentamiento por compresión del líquido de transmisión de presión en contacto con el lado interior del mismo y la al menos una capa adicional tiene una conductividad térmica más baja a presión y temperatura ambientes que la capa interior, y en el que la pared de recipiente comprende una pared lateral cilíndrica y una pared extrema sellada en la pared lateral y en el que el recipiente está provisto de un pistón que tiene un borde periférico que se sella contra la pared lateral de recipiente y que es móvil dentro de la pared lateral de recipiente en respuesta a un cambio en la presión aplicada exteriormente al pistón desde el recipiente;
- 5 en el que la al menos una capa adicional exterior a la capa interior tiene una conductividad térmica de no más de $0,33 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ a 25°C ;
- 15 en el que la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión a temperatura y presión ambientes de al menos $6 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$; y
- en el que la temperatura ambiente es de 25°C .
2. Un recipiente multicapa según la reivindicación 1, en el que la al menos una capa adicional exterior a la capa interior tiene una conductividad térmica de no más de $0,3 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, a 25°C , preferiblemente no más de $0,26 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, a 25°C .
- 20 3. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la capa interior tiene un coeficiente de calentamiento por compresión a temperatura y presión ambientes de al menos $8 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$.
4. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que la compresibilidad de la al menos una capa exterior a la capa interior no es más que $2,5 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$ y preferiblemente no más de $2 \times 10^{-10} \text{ Pa}^{-1}$.
- 25 5. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la al menos una capa exterior a la capa interior está formada por al menos un plástico seleccionado del grupo que consiste en poliéster, nylon, policarbonato, caucho natural, caucho sintético, elastómeros termoplásticos, polimetilmetacrilato, poliolefinas cloradas, poliimidas y acrílicos.
- 30 6. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la capa interior está formada por polietileno, preferiblemente polietileno de densidad media o alta, y lo más preferiblemente polietileno de alta densidad.
7. Un recipiente multicapa según la reivindicación 6, en el que la al menos una capa exterior a la capa interior se selecciona del grupo que consiste en polipropileno, PTFE, PMMA, PVC, PEEK, PET, PI y PVDF, preferiblemente PMMA y PVDF.
- 35 8. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la al menos una capa adicional comprende una capa intermedia adyacente a la capa interior y una capa adicional exterior a la capa intermedia en el que la capa intermedia tiene una conductividad térmica, una compresibilidad y un coeficiente de calentamiento por compresión más bajos que los de la capa interior y más altos que los de la al menos una capa exterior a la capa intermedia.
- 40 9. Un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las capas son contiguas.
10. Un sistema para el procesamiento térmico a alta presión de un material, que comprende un recipiente según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, un líquido de transmisión de presión y el material dentro del recipiente, preferiblemente en el que el material que se ha de procesar es un material alimenticio y el líquido de transmisión de presión es un líquido acuoso.
- 45 11. Un sistema según la reivindicación 10, en el que el recipiente está alojado dentro de una cámara de presión para aplicar alta presión al líquido de transmisión de presión, en el que la cámara de presión contiene un medio de presurización líquido separado del líquido de transmisión de presión dentro del recipiente por un pistón que se sella contra el interior del recipiente y responde a la presión ejercida por el medio de presurización para transferir presión al líquido de transmisión de presión.
- 50 12. Un procedimiento para procesamiento térmico a alta presión de un material que comprende;
- (i) Proporcionar un recipiente multicapa según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores;

(ii) Proporcionar un líquido de transmisión de presión de líquido;

(iii) Precalear el recipiente multicapa, el líquido de transmisión de presión y el material, produciendo preferiblemente una temperatura de proceso (bajo presión) en el intervalo de 40°C a 150°C, y la presión aplicada está en el intervalo de 100 a 1000 MPa;

5 (iv) Colocar el material que se ha de procesar dentro del recipiente y proporcionar el líquido de transmisión de presión dentro del recipiente en asociación con el material para aplicar presión al material; y

(v) Aplicar presión al líquido de transmisión de presión dentro del recipiente;

10 en el que la capa interior proporciona calentamiento por compresión al líquido de transmisión de presión y la al menos una capa adicional reduce la pérdida de calor del recipiente, y preferiblemente en el que el material es un material alimenticio y el líquido de transmisión de presión es un líquido acuoso.

13. Un procedimiento según la reivindicación 12, en el que el recipiente multicapa, el medio de transmisión de presión y el material se precalientan a una temperatura que produce una temperatura de proceso después del calentamiento por compresión en el intervalo de 50°C a 130°C, y la presión aplicada está en el intervalo de 300 MPa a 800 MPa.

15 14. Un procedimiento según la reivindicación 12 o la reivindicación 13, en el que la presión se mantiene durante un período en el intervalo de 1 segundo a 30 minutos, preferiblemente de 30 segundos a 5 minutos.

15. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, en el que la temperatura del medio de transmisión de presión y el material se mantiene a una temperatura no inferior a 5°C menos que la temperatura objetivo/temperatura del proceso después de la presurización como resultado del calentamiento por compresión durante la aplicación de presión.

20

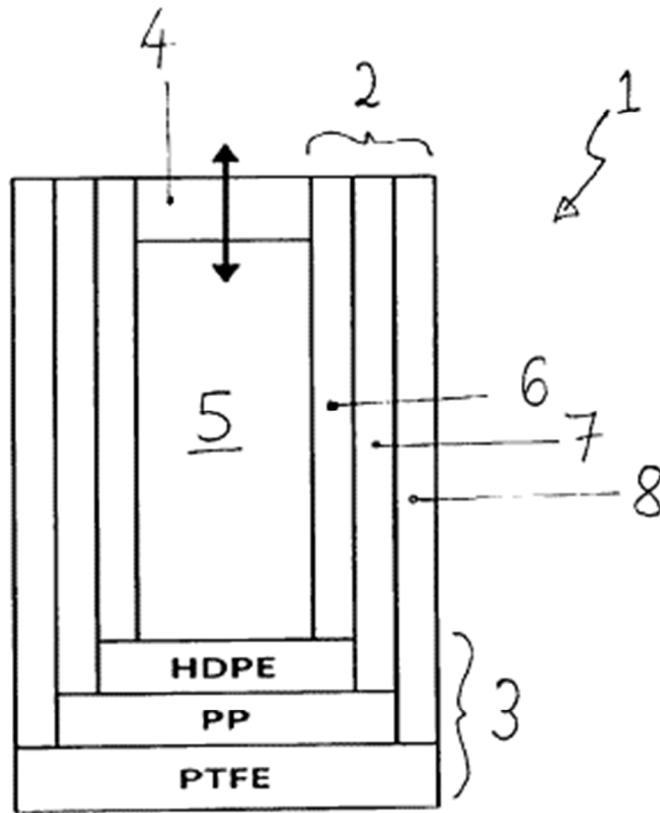


Figura 1

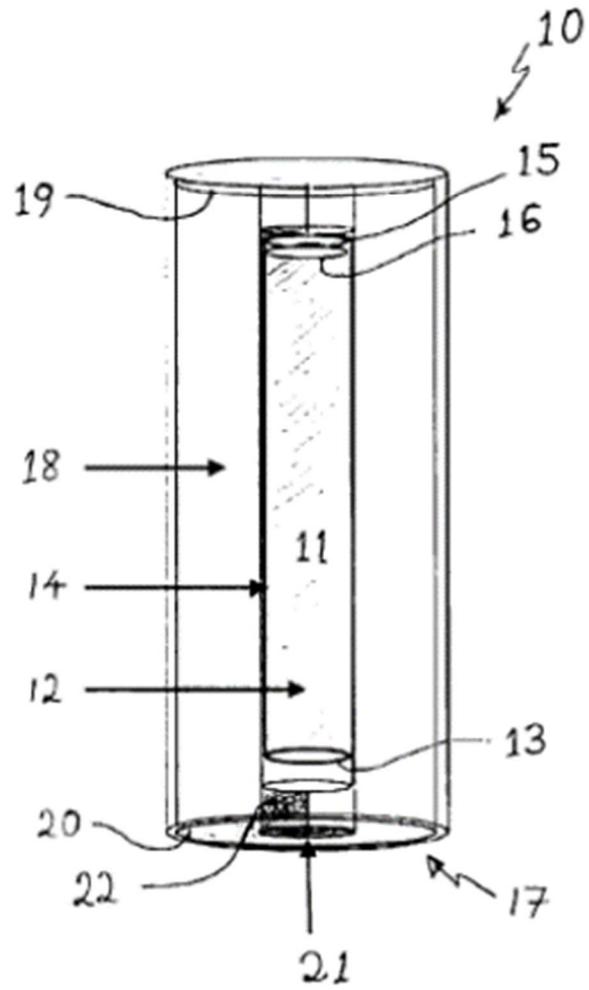


Figura 2

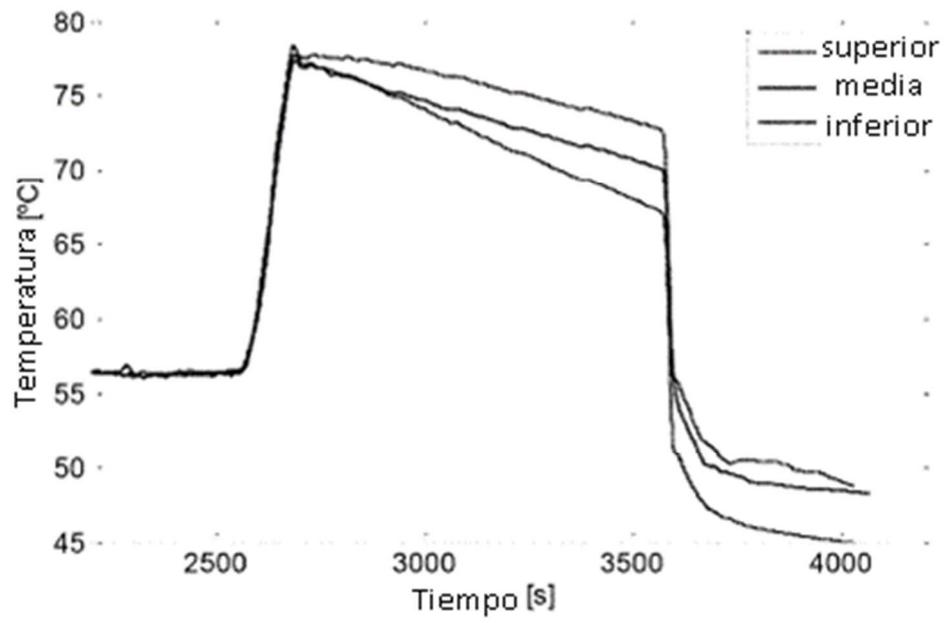


Figura 3

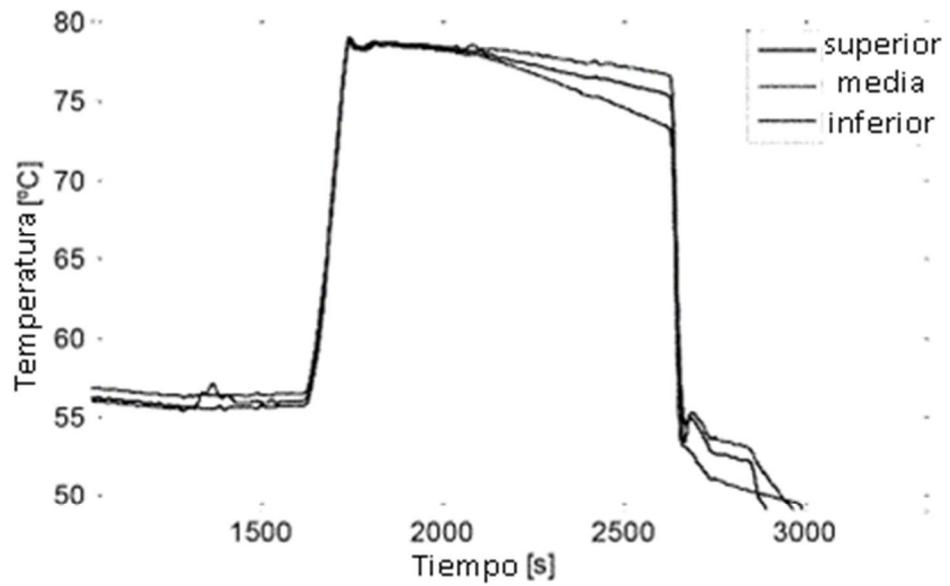


Figura 4

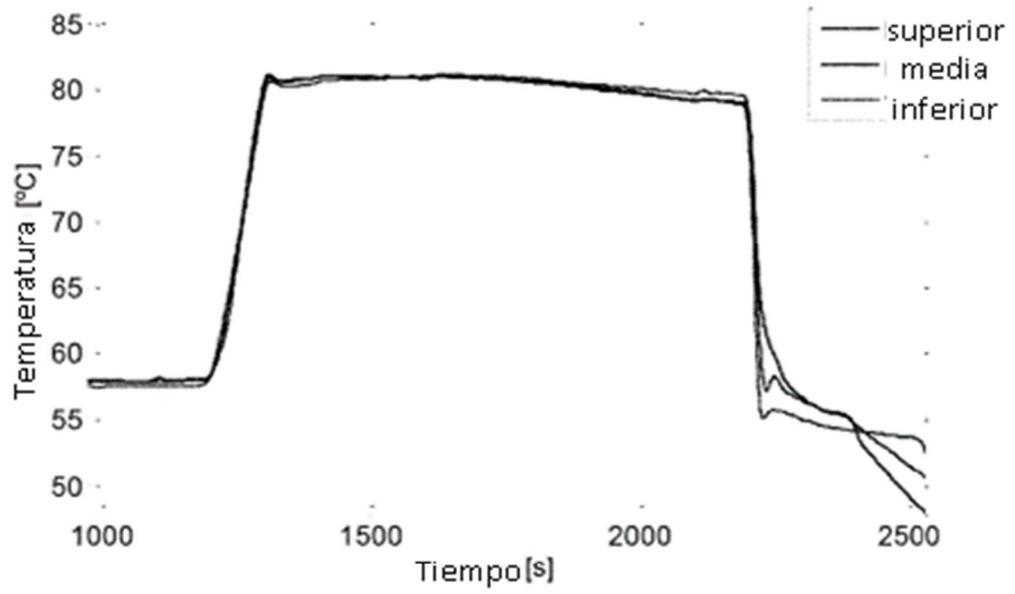


Figura 5

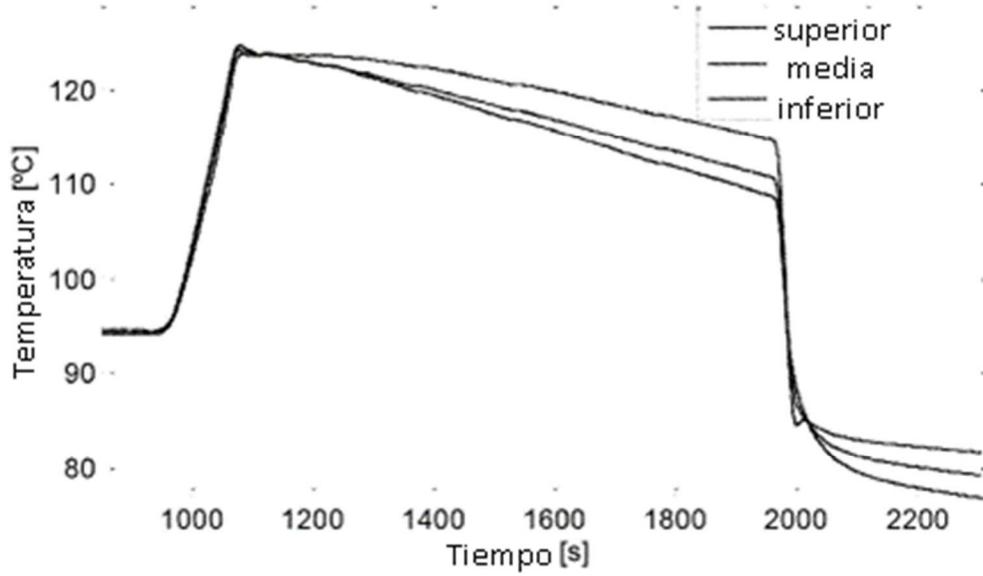


Figura 6

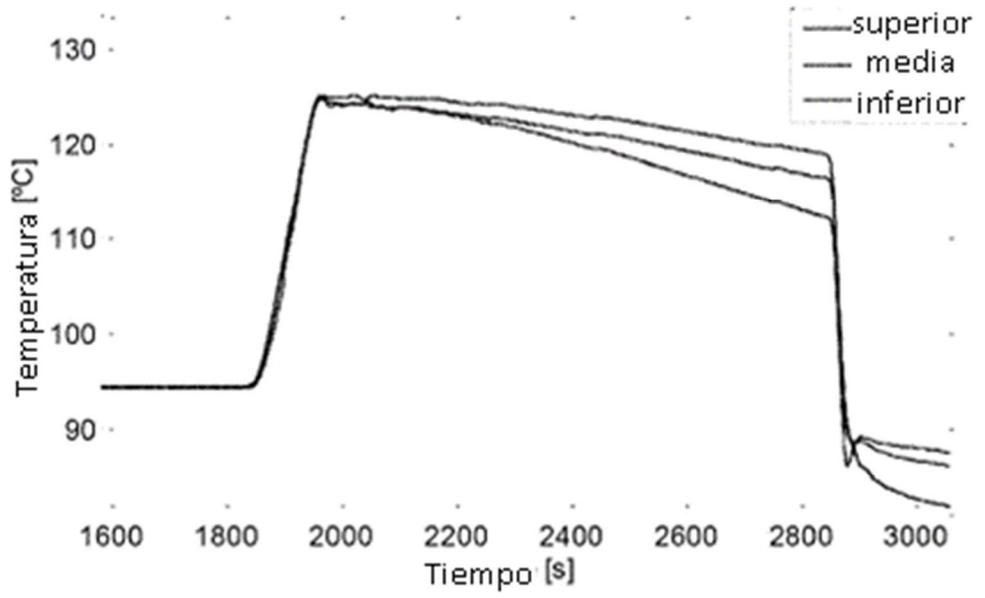


Figura 7

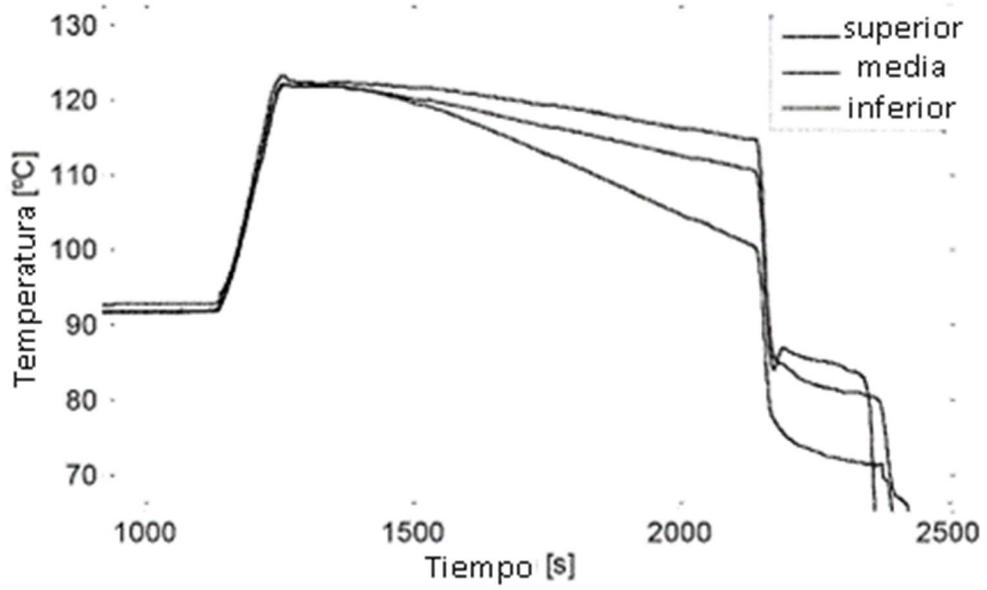


Figura 8

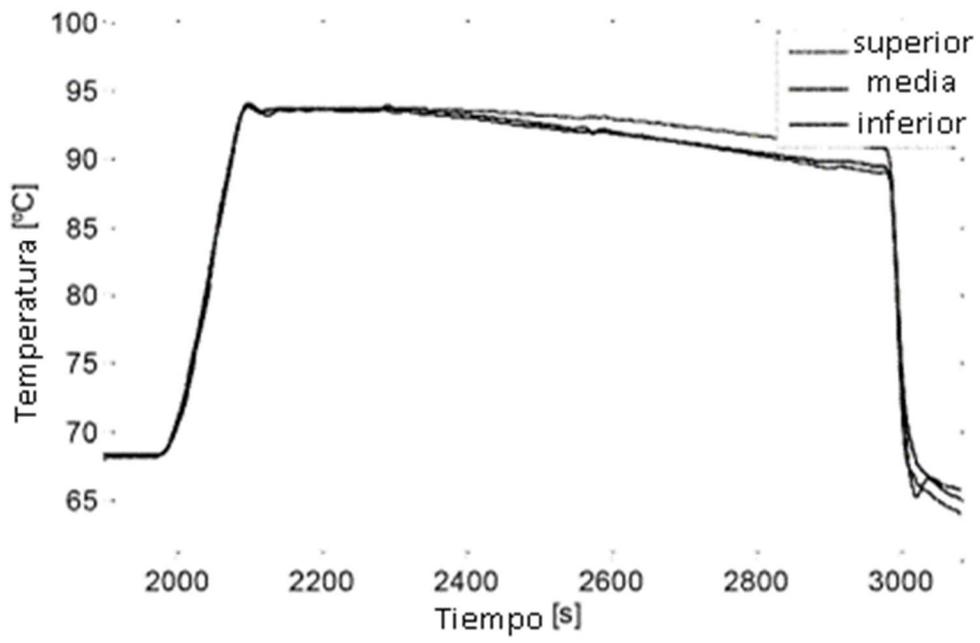


Figura 9