

Proceso para concentrar fluidos por congelación por combinación de crioconcentración en bloque y en película

1. Descripción

1.1 Sector Tecnológico

La presente invención se relaciona con el sector de la física, específicamente con el desarrollo de un nuevo proceso para la concentración de fluidos mediante la congelación. De manera detallada, la presente invención, también corresponde al procesamiento químico y/o físico para separar los líquidos de los sólidos en un alimento.

La presente invención tiene aplicación en el sector de Alimentos, en la industria farmacéutica y cosmética y en el sector industrial para manejo de efluentes.

1.2 Estado del Arte Previo

El proceso de crioconcentración es un proceso que se utiliza para eliminar el agua y/o diferentes fluidos a productos como pulpa de fruta, lácteos, extracto de café, extracto de té, lactosuero, fluidos alimentarios, entre otros. Adicional, se realizan procesos de purificación de efluentes de procesos biotecnológicos y tratamiento de aguas residuales. Actualmente, varias industrias investigan y utilizan este proceso, y más en temas de café, como lo muestra el artículo de ScienceDirect titulado "A process to concentrate coffee extract by the integration of falling film and block freeze-concentration" el cual propone un proceso para concentrar extracto de café mediante concentración por congelación para lograr un sistema viable

industrialmente. Este proceso consta de 7 etapas las cuales se realizan por medio de crioconcentración en película, y crioconcentración en bloque, lo cual, a diferencia de la presente invención tiene más etapas; la invención propuesta cuenta con 6 etapas.

Otro estudio relacionado con el café, titulado “Crioconcentración de extracto acuoso de café: estudio de las técnicas de bloque total y película descendente”. En esta investigación se estudió la crioconcentración en bloque total y en película descendente para la obtención de extractos concentrados de café. Adicional, se realizó el diseño de una unidad de estudios para la crioconcentración, se definió el efecto de las variables operativas de la crioconcentración en bloque y en película sobre la eficiencia de la separación, y se demostró la preservación de los componentes bioactivos, la preservación de los componentes volátiles y de la calidad sensorial del extracto de café. Gracias a este proceso se obtuvieron modelos matemáticos para la predicción del coeficiente de distribución en el hielo que permite predecir el comportamiento de la crioconcentración. Por último, se propuso una estrategia operativa para integración de las técnicas estudiadas, la cual permite obtener eficiencias de separación acordes con los estándares industriales. Este estudio de crioconcentración se desarrolla en 7 o más etapas.

Adicional a los procesos mencionados, otro proceso de concentración divulgado en “Volatile compounds, sensory quality and ice morphology in falling-film and block freeze concentration of coffee extract” muestra cómo se realiza el extracto de café por medio de la técnica de crioconcentración en película y por crioconcentración en bloque; pero este estudio hace una comparación de los dos métodos sin integrarlos. Igualmente, se evidencia que la retención de solutos y la eficiencia de concentración se determinaron después de cada etapa de estos dos procesos. La morfología del hielo se caracterizó por medio de análisis de imágenes y finalmente se realizó una

comparación de los resultados de estas dos técnicas.

Otro de los fluidos en los que la industria de alimentos aplica técnicas de crioconcentración en placa y en bloque corresponde con soluciones de sacarosa, como lo muestra el artículo científico titulado “Integración de las técnicas de crioconcentración en placa y bloque aplicadas a soluciones de sacarosa” el cual, gracias a los datos reportados por Raventós et al., (2007) de soluciones de sacarosa, predice el comportamiento de la concentración de la solución crioconcentrada y del hielo remanente. Los datos utilizados corresponden a una solución de sacarosa de 5% en peso, crioconcentrada en cuatro etapas sucesivas en un crioconcentrador multi-placas. Luego se propone la integración de las tres técnicas: Crioconcentración en placa, deshielo y crioconcentración en bloque, para buscar incrementar la concentración de la solución y al mismo tiempo obtener un efluente final con baja concentración de sacarosa.

La combinación de las técnicas de crioconcentración en bloque y en película representa un aporte al estado de la técnica ya que con el proceso propuesto se dispone de una alternativa económica, que puede ser usada a baja escala y que cumple los requerimientos técnicos de concentración en diferentes productos de la industria alimentaria. Se ha optimizado el uso de las etapas para minimizarlas y tener menores costos operativos respecto a otros procesos del estado del arte.

1.3 Descripción de la Invención

La presente invención se refiere a un proceso para concentrar fluidos por congelación, el cual combina 3 técnicas: crioconcentración en película,

descongelación y crioconcentración en bloque, cada uno con etapas específicas según la concentración inicial del producto a concentrar.

En su aspecto más general, el proceso de la presente invención puede ser utilizado para la concentración de alimentos, como por ejemplo pulpas de fruta, lácteos, extracto de café, extracto de té, lactosuero, entre otros.

Asimismo, el proceso se utiliza para la desalinización del agua, tratamiento de aguas residuales, recuperación de efluentes como suero, suero de tofu, purificación de extractos vegetales con fines farmacéuticos o cosméticos, purificación de colorantes naturales, purificación de residuos industriales que contienen compuestos tóxicos o metales pesados, los cuales son difíciles de tratar mediante tratamientos biológicos como los contaminantes orgánicos de las plantas de celulosa y los efluentes en la refinería petrolera, entre otros.

El proceso de crioconcentración en película incluido en la presente invención forma un cristal único de hielo sobre la superficie de intercambio de calor, facilitando la separación entre el cristal y la solución. En el proceso, la dirección del crecimiento del cristal es paralela a la dirección de la transferencia de calor, lo que posibilita que el hielo siga unido a las placas de intercambio de calor, mientras la solución fluye, permitiendo que se reduzcan las etapas de separación de fases. En el proceso de la presente invención, dentro de la técnica de crioconcentración en película, se utiliza la técnica en placas y progresiva, y dentro de ésta última puede utilizarse de manera vertical o tubular.

En este mismo aspecto de la presente invención, en la fase de descongelación, la temperatura se fija un grado Celsius por debajo de la temperatura de fusión de la muestra para evitar el descongelamiento total,

así, se mantiene la descongelación unidireccional. En este sentido, la solución se calienta hasta la estabilización térmica para recuperar los solutos atrapados hasta fracciones de descongelación entre 30 y 70% para obtener una fracción diluida y una concentrada.

En otro aspecto de la presente invención, en la fase de crioconcentración en bloque, la solución líquida se congela completamente excepto la temperatura del centro del producto, la cual se encuentra por debajo del punto de congelación. Posteriormente, el bloque de hielo es descongelado y la fracción concentrada se separa de la fracción de hielo por gravedad, y en donde se puede incluir otras técnicas complementarias para mejorar su eficiencia.

De manera general, en el proceso de la presente invención, el número de etapas para cada fase principal, depende de la concentración inicial del producto que ingresa. Si éste entra a una concentración baja entre 3 y 15%, el número de etapas en cada fase aumenta y por lo tanto la concentración final aumenta proporcionalmente a la concentración inicial.

Por otro lado, si el producto ingresa a una concentración inicial mayor al 15%, el número de etapas en cada fase es menor y la concentración final del producto aumenta, pero en menor cantidad que el producto que ingresa a una menor concentración inicial.

En su aspecto más general, la invención logra reunir las etapas y las condiciones específicas para la obtención de ventajas probadas, como es el caso de la combinación de las técnicas de crioconcentración en película, descongelación y bloque, que permiten obtener un producto que conserva las propiedades organolépticas de productos alimenticios y que asegura la entrega de un producto altamente concentrado. Por otro lado, es un

proceso que es escalable a nivel industrial, lo cual es una ventaja en términos de costos y rapidez.

1.4 Descripción de las figuras

Figura 1: Proceso de crioconcentración de la presente invención.

1.5 Descripción detallada

La presente invención se relaciona con un proceso para concentrar fluidos por congelación mediante la combinación de las técnicas de crioconcentración en película, descongelación y crioconcentración en bloque.

Preferentemente, el proceso comprende una primera fase de crioconcentración en película, en placas o progresiva, vertical o tubular, en donde el fluido es enfriado a una temperatura entre $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, con caudales de fluido entre 1 y 30 L/min. Mediante la congelación en película, se logra una separación del hielo y el fluido entre el 30 y 60% de la masa inicial en forma de solución concentrada. En la fase inicial del proceso, los fluidos que ingresan en un intervalo de concentración baja entre 3% - 10% (m/m), la concentración aumenta al final del proceso entre 2 y 10 veces la concentración inicial. Sin embargo, si la concentración inicial es mayor al 10% y hasta un 20%, la concentración final será entre 1,5 y 4 veces la concentración inicial. Específicamente, la fase de crioconcentración en película puede durar entre 1 a 3 horas dependiendo de las condiciones operativas.

La presente invención comprende una segunda fase de descongelación, donde los hielos previamente formados en la fase de crioconcentración en

película son descongelados de manera controlada para recuperar los solutos atrapados, hasta fracciones de descongelación de 30 y 70%. La descongelación se realiza a temperaturas entre 1°C y 45°C. Asimismo, la descongelación dura entre 1 a 4 horas dependiendo de las condiciones operativas.

La presente invención comprende una tercera fase de crioconcentración en bloque, donde las fracciones diluidas son sometidas a crioconcentración en bloque total a una temperatura entre -10 °C y -20 °C. En esta fase, se obtienen fracciones de descongelación entre 30 y 70% de la masa total del hielo. La descongelación dura entre 1 a 4 horas dependiendo de las condiciones operativas.

Específicamente, las etapas de cada una de las fases del proceso de la presente invención dependen de la concentración inicial de los productos. Es decir que a concentraciones iniciales bajas entre 3 y 10%, la fase de crioconcentración en película puede comprender entre 5 y 6 etapas, la fase de descongelación entre 4 y 5 etapas y la fase de crioconcentración en bloque entre 1 y 2 etapas. Por otra parte, si la concentración inicial del producto es alta entre 10 y 20%, la fase de crioconcentración en película puede comprender entre 4 y 5 etapas, la fase de descongelación entre 3 y 4 etapas y la fase de crioconcentración en bloque entre 1 y 2 etapas. En este sentido, las etapas de la fase de crioconcentración en película están en una proporción alrededor de 1:1 con las etapas de la fase de descongelación; y las etapas de la fase de crioconcentración en bloque están en una proporción entre 1:3 y 1:4 con respecto a las etapas de la fase de crioconcentración en película y las etapas de descongelación.

1.6 Modalidades preferidas

En la modalidad preferida de la presente invención, el proceso comprende 3 fases fundamentales de crioconcentración en película, descongelación y crioconcentración en bloque.

En la modalidad preferida de la presente invención, la crioconcentración en película, el fluido inicial es enfriado a una temperatura entre -10°C y -20°C , con caudales de fluido entre 5 y 30 L/min. Mediante la congelación se logra una separación entre 30% y 60% de la masa inicial en forma de solución concentrada. En esta misma modalidad, los fluidos que ingresan en un intervalo de concentración entre el 3 y 10% (m/m), la concentración al final del proceso se aumenta el doble de la concentración inicial. Sin embargo, si la concentración inicial es del 10 al 20%, la concentración final subirá a 1,5 veces la concentración inicial.

En la modalidad preferida de la presente invención, los hielos son descongelados de manera controlada para recuperar los solutos atrapados, hasta fracciones de descongelación de 30 y 70%. La descongelación se realiza a temperaturas entre 1°C y 45°C . Asimismo, las fracciones de descongelación en esta fase varían entre 30% y 70% de la masa total del hielo.

En la modalidad preferida de la presente invención, la crioconcentración en bloque, las fracciones diluidas son sometidas a una temperatura entre -10°C y -20°C . En esta fase, las fracciones de descongelación son entre 30 y 70% de la masa total del hielo.

En la modalidad preferida de la presente invención, los fluidos con concentraciones iniciales entre 3 y 10%, pasan por 6 etapas de crioconcentración en película, 5 etapas de descongelación y 2 etapas de crioconcentración en bloque. En la misma modalidad preferida de la

presente invención, los fluidos con una concentración inicial entre 10 y 20%, pasan por 5 etapas de crioconcentración en película, 4 etapas de descongelación y 1 etapa de crioconcentración en bloque.

En la modalidad preferida de la presente invención, las etapas de crioconcentración en película están en una proporción alrededor de 1:1 con las etapas de descongelación; y las etapas de crioconcentración en bloque están en una proporción entre 1:3 y 1:4 con las etapas de crioconcentración en película y las etapas de descongelación, respectivamente.

1.7 Ejemplos

1.7.1 Realización práctica de la invención

Se tomó como ejemplo un fluido alimentario y se sometió al proceso de crioconcentración de la presente invención. Para cada etapa se evaluó la concentración inicial del fluido en porcentaje (m/m) y la concentración final de la solución concentrada (tabla 1).

Tabla 1. Intervalos de concentración logrados para fluidos alimentarios por etapas

Fluido	# Etapas	Etapas de Película		Etapas de descongelación		Etapas de Bloque	
		Concentración	Concentración	Concentración	Concentración	Concentración	Concentración

		Alimenta ción	solución concentr ada	Alimenta ción	solución concentr ada	Alimenta ción	solución concentr ada
		% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
Fluido alimentari o	1	3-5	6-9.5	0.3-0.9	1.5-2.0	1.3-1,7	2-2,9
Fluido alimentari o	2	6-9.5	11-14	1.5-2.0	3.5-4.5	0,6-1	1.3-1,7
Fluido alimentari o	3	11-14	15-18	3.5-4.5	5.5-6.3		
Fluido alimentari o	4	15-18	19-22	5.5-6.5	8-9,6		
Fluido alimentari o	5	19-22	23-26	8-9,6	13-14.5		
Fluido alimentari o	6	23-26	27-30	13-14.5	17-19.5		

1.7.2 Prueba de eficiencia de concentración y pureza con varios productos

Se utilizaron muestras de extracto de café y soluciones de sacarosa para evaluar su eficiencia de concentración y su pureza al final del proceso de crioconcentración (tabla 2). Se observa que la eficiencia fue mejor en la muestra del extracto de café al igual que la concentración del fluido. Sin embargo, en términos de pureza, observada mediante la concentración del efluente, vemos que fue superior la solución de sacarosa.

Tabla 2. Resultados de la aplicación del proceso de crioconcentración por etapas para extractos de café, soluciones modelo de sacarosa y soluciones modelo de cloruro de sodio.

Fluido a concentrar	Número de etapas película	Número de etapas descongelación	Número de etapas bloque	Eficiencia de separación	Concentración de fluido concentrado	Concentración de efluente
				$\text{Eff} = (\text{Cs}_{\text{liq}} - \text{Cs}_{\text{ice}} / \text{Cs}_{\text{liq}}) \times 100$	% (m/m)	% (m/m)
Extracto de café	7	0 - 7	0 - 2	90,1 - 99,20%	32,60	0,27
Soluciones de sacarosa	6	0 - 4	0 - 1	86,1 - 98,50%	19,8	0,31

1.7.3 Prueba de la preservación de la calidad sensorial, funcional y organoléptica de los productos tratados.

Se evaluaron diferentes variables de las muestras de extractos de café antes y después de realizar el proceso de crioconcentración (tabla 3). El patrón es la bebida de café sin crioconcentrar; la muestra 1, es la bebida de café preparada a partir del fluido concentrado proveniente de la crioconcentración en bloque; la muestra 2, es la bebida de café preparada a partir del fluido concentrado proveniente de la crioconcentración en película; la muestra 3, es la bebida de café preparada a partir de los hielos de película (etapa de descongelación) proveniente de la crioconcentración en película y la muestra 4, es la bebida de café preparada a partir de los hielos de la etapa de bloque.

Tabla 3. Análisis sensorial y cuantitativo de las muestras de extractos de café crioconcentrados en una etapa de crioconcentración en película y bloque.

DESCRIPTOR	MUESTRA 1		MUESTRA 2		MUESTRA 3		MUESTRA 4		PATRÓN		p*
	n	X±S	n	X±S	n	X±S	n	X±S	n	X±S	
Acidez	24	5,8±1,0	27	5,8±1,0	27	5,6±1,2	18	5,8±1,1	21	6,0±0,7	0,5808
Amargo	24	4,9±0,9	27	5,6±0,8	27	4,7±0,8	18	5,1±0,9	21	5,0±0,6	0,0016
Aroma de la Bebida	24	6,3±1,4	27	6,4±1,1	27	6,4±0,9	18	6,6±0,6	21	7,0±0,6	0,2209
Cuerpo	24	5,0±1,0 ^a	27	5,6±0,7 ^a	27	5,3±1,0 ^a	18	5,4±0,9 ^a	21	6,2±0,5	0,0001
Dulce	24	1,8±0,4	27	1,9±0,6	27	1,9±0,6	18	1,9±0,7	21	1,9±0,4	0,9625
Floral	24	2,0±0,9	27	2,2±0,6	27	1,9±0,7 ^a	18	1,8±0,5 ^a	21	2,5±0,7	0,0082
Frutal	24	2,5±1,2	27	2,5±0,7	27	2,6±0,7	18	2,3±0,8	20	2,4±0,7	0,8779
Impacto global	24	7,0±0,8 ^a	27	7,1±1,0 ^a	27	7,1±1,0 ^a	18	7,0±0,8 ^a	21	8,0±0,4	0,0013
Sabor residual	24	2,4±0,9	27	2,6±0,6	27	1,9±0,4	18	2,7±0,8	21	2,2±0,6	0,0011
Tabacal	24	1,7±0,6	26	2,2±0,7	27	1,9±0,5	18	2,2±0,5	21	1,9±0,9	0,0273

X±S: Promedio ± Desviación estándar

* Análisis de varianza. Pos test Prueba de Dunnett

^a Diferencias significativas en cada descriptor con relación a la muestra patrón