

DOCTORA:

EDNA MARCELA RAMÍREZ OROZCO

DIRECTORA NUEVAS CREACIONES

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

E. S. D.

REF. EXPEDIENTE No.: NC2017/0010870.
SOLICITUD PATENTE: PROCESO PARA CONCENTRAR FLUIDOS
POR CONGELACIÓN POR COMBINACIÓN
CRIOCONCENTRACIÓN EN BLOQUE,
SOLICITANTE: DESCONGELACIÓN Y CRIOCENTRACIÓN EN
PELÍCULA.
UNIVERSIDAD DE LA SABANA.

RESPUESTA A REQUERIMIENTO OFICIAL OFICIO NO. 978 NOTIFICADO EL 23
DE ENERO DE 2020.

CLAUDIA LUCIA CARO RAMIREZ, mayor de edad, domiciliada en Bogotá D.C.,
identificada con cedula No 40.017.374, en mi condición de apoderada de la
UNIVERSIDAD DE LA SABANA, por el presente escrito y estando dentro del término
legal para hacerlo, doy respuesta al oficio arriba referenciado, de acuerdo con lo
siguiente:

En respuesta al oficio No. 978, a continuación, encuentran:

- i. Respuesta a los puntos del requerimiento
 - Respuesta punto por punto a los requerimientos del examinador.
- ii. Adjunto a este memorial se presentan los siguientes documentos
 - Capítulo reivindicatorio con control de cambios.
 - Capítulo reivindicatorio en limpio.
 - Capítulo descriptivo con control de cambios.
 - Capítulo descriptivo en limpio.
 - Nueva figura 1

1. De la solicitud de patente.

Reivindicaciones

- El examinador objeta la reivindicación 8 porque esta contiene la expresión “(...) *en donde el fluido que ingresa al proceso a concentraciones entre 3 y 10%, aumentan su concentración final entre 2 y 10 veces. Asimismo, el fluido que ingresa a concentraciones iniciales entre 10 y 20% aumenta su concentración final entre 1,4 y 4 veces*” el cual corresponde a un resultado a alcanzar que no permite definir de manera correcta el proceso que se reivindica.

El solicitante ha eliminado la reivindicación 8 del nuevo pielgo de reivindicaciones.
El solicitante entiende que la objeción ha sido subsanada.

- El examinador objeta la reivindicación 1 porque emplea el término “al menos” el cual es impreciso y no restringe de manera adecuada el proceso que se reivindica.

El solicitante ha eliminado el termino impreciso objetado de la nueva reivindicación 1. El solicitante entiende que la objeción se ha subsanado.

- El examinador objeta la reivindicación 1 porque, aunque esta reivindica un proceso, las etapas que se definen son generales y no presentan características técnicas.

El solicitante ha modificado la redacción de la nueva reivindicación 1, definiendo en cada una de las etapas las características técnicas a las que se lleva cada etapa.

- El examinador objeta el preámbulo de las reivindicaciones 1 a 8 porque es general al utilizar el término fluidos.

El solicitante ha incluido en el cuerpo de la reivindicación los fluidos a los que se hace referencia y que tienen sustento en el capítulo descriptivo. El Solicitante ha

modificado el preámbulo de la nueva reivindicación 1 limitando los fluidos a fluidos alimentarios.

Descripción

- El examinador objeta el capítulo descriptivo porque en este, no se muestra claramente un efecto técnico sorprendente en relación al estado de la técnica, no siendo claro cuál es el aporte de la invención al estado de la técnica. Dado que, de la explicación del proceso, se deduce que a mayor número de etapas la concentración obtenida será mayor, sin embargo, no se refiere a la ventaja que supone una reducción en el número de etapas y el rendimiento del producto concentrado obtenido.

El solicitante quisiera resaltar que la presente invención revela un proceso para concentrar fluidos por congelación por combinación de crioconcentración en bloque y en película la cual gracias combinación de las técnicas de crioconcentración en bloque y en película aportan al campo tecnológico 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, entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, entre cuatro a cinco etapas de descongelación y entre una a cuatro etapas de crioconcentración en bloque generando, esta combinación, una disminución en costos operativos y de inversión en equipos respecto a otros procesos del estado del arte.

- El examinador objeta la sección de ejemplos porque este se limita a presentar tablas con resultados donde no se define como se han obtenido los datos.

El solicitante en aras de aportar claridad sobre las tablas presentadas en los ejemplos ha complementado la descripción con explicaciones relativas a las tablas 2 y 3, por otro lado se ha incluido una descripción y explicación de la tabla 1 la cual permite entender los fluidos alimentarios que se mostraban en la tabla 1 así como las etapas de crioconcentración en película, las etapas de

descongelación y las etapas de crioconcentración en bloque utilizadas con las que se han obtenido las concentraciones $\%(m/m)$ que se mostraban en dicha tabla 1.

- El examinador objeta la tabla 2 porque resultados obtenidos con un extracto de café y con otro de sacarosa, especificando en el caso del café que el número de etapas de congelación en película es de 7, cuando una ventaja de la invención consiste en la reducción de etapas.

El solicitante quisiera manifestar que en el capítulo descriptivo original se explicaba que:

“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.” (Pagina 11 líneas 6 a 9 del capítulo descriptivo tal y como se presentó el 25 de octubre de 2017)

Es claro que el método que se reivindica en la presente invención entrega productos más puros en menor cantidad de etapas lo que es coherente con la ventaja que presenta la presente invención.

A pesar que el solicitante entiende que es clara la información de la tabla 2 ha incluido en el capítulo descriptivo una descripción que permite entender de manera más sencilla la información que se entrega en la tabla 2

- El examinador objeta la tabla 3 porque muestra unos datos sobre la preservación de la calidad sensoria, funcional y organoléptica de los productos concentrados obtenidos. estos resultados, según la descripción, parece que han sido obtenidos con métodos diferentes: de crioconcentración en bloque, crioconcentración en película y de los hielos que en ambas etapas se forman.

El solicitante ha incluido una descripción de los datos que se presentan en la tabla 3 con el fin que esta sea clara.

- El examinador recomienda incluir una reseña de la figura 1 para describir de la mejor manera conocida para llevar a la práctica la invención.

El solicitante ha añadido la reseña de la figura en la cual se explica de mejor manera el proceso que allí se representa.

Dibujos

- El examinador recomienda incluir una breve descripción de la figura 1.

El solicitante presenta una nueva figura 1 que contiene modificaciones las cuales permiten entender de mejor manera la invención. Por otro lado, en el capítulo descriptivo se ha incluido una descripción de la figura 1.

2. Determinación de Estado de la técnica:

Como resultado del examen de patentabilidad el examinador encontró los siguientes documentos relevantes:

Ítem	Documento	Título	Fecha de publicación	Fecha de presentación
D1	NC2016/0001391	Dispositivo de concentración de fluidos que acopla la técnica de crioconcentración en película y bloque		29 de agosto de 2016
D2	Moreno, Journal of Food Engineering	“Low carbohydrate fiber containing emulsion”	mayo de 2013	
D3	Villena Pérez Irene, Universidad Politécnica de Catalunya	“Caracterización del equipo piloto de crioconcentración de película alimentado con bomba peristáltica y variar de velocidad: ensayos con azúcares básicos”	4 de junio de 2014	

3. Examen de patentabilidad

Novedad

Inicia el examinador comparando las características técnicas de la reivindicación 1 de la solicitud colombiana **NC2017/0010870** con la materia técnica revelada por D1 y D2

El examinador manifiesta que de acuerdo con la comparación realizada en la tabla 1 del oficio N° 978 *“las características esenciales del proceso de la reivindicación 1 habían sido divulgadas previamente en el documento D1 y D2, por lo tanto, la materia reivindicada no es nueva”* (tomado del oficio 12772).

Cita el examinador extractos del D1 para demostrar que las características técnicas de las antiguas reivindicaciones 5, 6 y 7, continua el examinador citando extracto de D2 para demostrar que las antiguas reivindicaciones 3 y 4 no son novedosas.

El solicitante quisiera aclarar que el proceso que se revela en la nueva en la nueva reivindicación 1, revela un proceso para concentrar fluidos alimentarios por congelación que comprende:

- a. entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, donde esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de entre -10°C a -20°C con caudales de fluido de entre 1 L/min a 30 L/min y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;
- b. entre cuatro a cinco etapas de descongelación posterior a la etapa de crioconcentración (a), donde esta etapa se lleva a cabo de manera controlada utilizando temperaturas de entre 1°C a 45°C hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;
- c. entre una a cuatro etapas de crioconcentración en bloque donde las fracciones diluidas de la etapa de descongelamiento (b) se someten a crioconcentración en bloque el cual se realiza a temperaturas de entre -10°C y

-20°C y el proceso de descongelación se lleva a cabo hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.

donde los fluidos que se someten al proceso de concentración corresponden a salmuera, lactosuero, pulpa de fruta, extracto de té verde, solución de sacarosa y extracto de café.

Para el solicitante es claro que la totalidad de características técnicas, del proceso para concentrar fluidos alimentarios por congelación que se reivindica en nueva reivindicación 1, no han sido divulgadas previamente ni por el D1 ni por el D2. Ni D1 ni D2 revelan las siguientes características técnicas:

- entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, donde esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de entre -10°C a -20°C con caudales de fluido de entre 1 L/min a 30 L/min y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.
- entre cuatro a cinco etapas de descongelación donde la duración de la descongelación se lleva a cabo por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.
- el descongelamiento posterior a la etapa de crioconcentración en bloque se lleva a cabo hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas

D1 protege el proceso de crio concentración, más específicamente se protege el dispositivo de crioconcentración, tanto la descripción como las reivindicaciones están asociadas al dispositivo y los sistemas que lo componen, es decir, los tanques unidades de enfriamiento, circulación de fluidos, tuberías, bombas, válvulas entre otros, pero en ningún momento se definen las condiciones de operación (temperaturas, flujos y tiempos) específicas para el proceso de crio concentración.

Con respecto a D2 este documento exclusivamente aplica para extracto acuoso de café, el proceso sobre el que versa D2 solo incluye 7 etapas de crioconcentración en película, 7 etapas de deshielo y 2 de bloque. El proceso descrito en D2 es para presenta temperaturas de congelación y descongelación de -20°C y 20°C no revela el uso de temperaturas mayores de congelación (la presente invención revela temperaturas de congelación de -10°C) o temperaturas superiores de descongelación

(la presente invención revela temperaturas superiores a los 20°C para el proceso de descongelación), por ultimo los caudales de operación tampoco han sido revelados siendo para la presente invención un caudal máximo de 30L/min.

De acuerdo con los argumentos planteados, es claro para el solicitante que los documentos D1 y D2 no revelan en su totalidad las características técnicas de la presente invención tal y como se reivindica en la nueva reivindicación 1. Por lo tanto, la nueva reivindicación 1 cumple con los requisitos de novedad a la luz de los documentos citados por el examinador.

Nivel inventivo

Inicia el examinador el análisis de nivel inventivo citando la reivindicación 2 de la solicitud colombiana NC2017/0010870. El examinador manifiesta que *“La diferencia entre la invención definida en la reivindicación 2 y el proceso divulgado de D2 consiste en que en la etapa de crio concentración en película se manejan caudales de fluido entre 1 y 30 L/min y dura entre 1 a 3 horas.”* (tomado del oficio 978).

Asegura el examinador que *“No se evidencia efecto por el hecho de incluir en la etapa de crioconcentración en película, caudales de fluido entre 1 y 30 L/min y dura entre 1 a 3 horas.”* (tomado del oficio 978). Por lo tanto, el examinador afirma que el problema técnico que se pretende resolver por la presente invención sería *“¿Cómo modificar el método conocido en D2 con el fin de obtener un método alternativo?”* (tomado del oficio 978).

Manifiesta el examinador que *“el incluir en la etapa de crioconcentración en película, caudales de fluido entre 1 y 30 L/min y dura entre 1 a 3 horas como condiciones alternativas para llevar a cabo el proceso”* ya está divulgado en el documento D3 cita el examinador la tabla 3 del D3.

Adicionalmente, cita el examinador la sección 2.1.1, Fig. 2 (a) de D2, donde se revela que el proceso de crioconcentración en película, puede ser en placa o progresiva, vertical o tubular. Cita por último la sección 3.3 de D2 para mostrar que la temperatura de enfriamiento revelada corresponde a las temperaturas de -10 y - 20

De acuerdo con el anterior análisis el examinador concluye *que la persona normalmente versada en la materia estaría motivada a incluir en la etapa de crioconcentración en película, una placa o progresiva, vertical o tubular, donde el fluido inicial es enfriado a una temperatura entre -10 °C y -20 °C, con caudales de fluido entre 1 y 30 L/min y dura entre 1 a 3 horas del documento D3 en el proceso de D2, para así llegar al objeto de la reivindicación 2. Por lo cual se considera obvia.* (tomado del oficio 978).

El solicitante quisiera manifestar su desacuerdo con el análisis realizado por el examinador. Para el solicitante es claro que la nueva reivindicación 1 que se presenta como respuesta al oficio 978 cumplen con el requisito de nivel inventivo a la luz de los documentos citados por el examinador. El solicitante quisiera aclarar que las modificaciones no agregan materia ni alteran el objeto de la invención a proteger, la modificación se dirige a incluir la totalidad de etapas que componen el procedimiento y que hacen parte del anterior capítulo reivindicatorio.

Como se manifestó anteriormente los documentos citados no revelan las características técnicas que se listan a continuación y la combinación de la materia revelada por los documentos citados (D1, D2 y D3) tampoco permite llegar a la presente invención tal y como se reivindica en la nueva reivindicación 1.

- entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, donde esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de entre -10°C a -20°C con caudales de fluido de entre 1 L/min a 30 L/min y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.
- entre cuatro a cinco etapas de descongelación donde la duración de la descongelación se lleva a cabo por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.
- el descongelamiento posterior a la etapa de crioconcentración en bloque se lleva a cabo hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas

D3 se refiere a una caracterización del equipo piloto de crioconcentración de película alimentado con bomba peristáltica y variador de velocidad: ensayos con azúcares básicos únicamente. El objetivo de D3 es obtener la curva de desempeño de la bomba

peristáltica que se usa en un equipo a escala laboratorio de crioconcentración, el estudio determina el caudal en función de la viscosidad lograda con soluciones de azúcar preparadas a diferentes concentraciones. Es claro entonces que el documento no guarda relación con el proceso que se pretende patentar ya que este únicamente evalúa las condiciones de una bomba peristáltica y no revela la combinación con las técnicas de descongelación y crioconcentración en bloque.

Anteriormente en el análisis de novedad se mencionaron ya las diferencias que presentan D1 y D2 con la presente invención, por lo tanto, es claro que la totalidad de características técnicas de la nueva reivindicación 1 no han sido reveladas previamente. De igual forma la combinación de la materia revelada en D1 D2 y D3 permiten llegar al proceso tal y como se reivindica en la nueva reivindicación 1.

Así, se solicita al examinador que, en base a estos argumentos, reconsidere las objeciones relativas a la novedad y al nivel inventivo de la presente invención.

Por todo lo dicho, solicitamos que la Superintendencia de Industria y Comercio admita las modificaciones que se han facilitado, las cuales no amplían materia y subsanan las objeciones realizadas por el examinador. Asimismo, solicitamos que continúe el trámite con normalidad y se proceda con la concesión del Derecho sobre la Patente de la referencia.

Para efectos de notificaciones, recibiré estas vía internet al correo electrónico claudia.caro@ponsip.com, en la secretaría de esa Dirección y/o en la de la Delegatura de Propiedad Intelectual o en mi oficina de abogados de la Calle 94 A No 11A-32 Oficina 306 de la ciudad de Bogotá.

Agradezco su atención.



CLAUDIA LUCIA CARO RAMIREZ
CC No 40.017.374 de Tunja
T.P. No 36.448 del C.S de la J.
Adjunto lo anunciado.

Capítulo reivindicatorio con control de cambios

1. Proceso para concentrar fluidos alimentarios por congelación que comprende: ~~al menos una etapa de crioconcentración en película, al menos una etapa de descongelación y al menos una etapa de crioconcentración en bloque.~~

a. entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, donde esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de entre -10°C a -20°C con caudales de fluido de entre 1 L/min a 30 L/min y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;

b. entre cuatro a cinco etapas de descongelación posterior a la etapa de crioconcentración (a), donde esta etapa se lleva a cabo de manera controlada utilizando temperaturas de entre 1°C a 45°C hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;

c. entre una a cuatro etapas de crioconcentración en bloque donde las fracciones diluidas de la etapa de descongelamiento (b) se someten a crioconcentración en bloque el cual se realiza a temperaturas de entre -10°C y -20°C y el proceso de descongelación se lleva a cabo hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.

donde los fluidos que se someten al proceso de concentración corresponden a salmuera, lactosuero, pulpa de fruta, extracto de té verde, solución de sacarosa y extracto de café.

~~2. Proceso para concentrar fluidos por congelación, de acuerdo a la reivindicación 1, en donde la etapa de crioconcentración en película, puede ser en placa o progresiva, vertical o tubular, donde el fluido inicial es enfriado a una temperatura entre -10 °C y -20 °C, con caudales de fluido entre 1 y 30 L/min y dura entre 1 a 3 horas.~~

~~3. Proceso para concentrar fluidos por congelación, de acuerdo a la reivindicación 1, en donde los hielos son descongelados de manera controlada para recuperar los solutos atrapados, hasta fracciones de descongelación de 30 y 70% y la descongelación se realiza a temperaturas entre 1oC y 45oC.~~

~~4. Proceso para concentrar fluidos por congelación, de acuerdo a la reivindicación 1, en donde en la etapa de crioconcentración en bloque, las fracciones diluidas son sometidas a una temperatura entre -10°C y -20°C .~~

~~5. Proceso para concentrar fluidos por congelación, de acuerdo a la reivindicación 1, que comprende entre 5 y 6 etapas de crioconcentración en película, 4 y 5 etapas de descongelación y 1 y 2 etapas de crioconcentración en bloque.~~

~~6. Proceso para concentrar fluidos por congelación, de acuerdo a la reivindicación 1, que comprende entre 4 y 5 etapas de crioconcentración en película, 3 y 4 etapas de descongelación y 1 y 2 etapas de crioconcentración en bloque.~~

~~7. Proceso para concentrar fluidos por congelación de acuerdo a la reivindicación 1, en donde el número de etapas de crioconcentración en película se dan en una proporción alrededor de 1:1 con las etapas de descongelación; y las etapas de crioconcentración en bloque se dan en una proporción entre 1:3 y 1:4 con las etapas de crioconcentración en película y las etapas de descongelación, respectivamente.~~

~~8. Proceso para concentrar fluidos por congelación de acuerdo a la reivindicación 1, en donde el fluido que ingresa al proceso a concentraciones entre 3 y 10%, aumentan su concentración final entre 2 y 10 veces. Asimismo, el fluido que ingresa a concentraciones iniciales entre 10 y 20% aumenta su concentración final entre 1,4 y 4 veces.~~

Capítulo reivindicatorio en limpio.

1. Proceso para concentrar fluidos alimentarios por congelación que comprende:

- a. entre cinco a seis etapas de crioconcentración en película, donde esta etapa se lleva a cabo a temperaturas de entre -10°C a -20°C con caudales de fluido de entre 1 L/min a 30 L/min y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;
- b. entre cuatro a cinco etapas de descongelación posterior a la etapa de crioconcentración (a), donde esta etapa se lleva a cabo de manera controlada utilizando temperaturas de entre 1°C a 45°C hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas;
- c. entre una a cuatro etapas de crioconcentración en bloque donde las fracciones diluidas de la etapa de descongelamiento (b) se someten a crioconcentración en bloque el cual se realiza a temperaturas de entre -10°C y -20°C y el proceso de descongelación se lleva a cabo hasta una fracción de descongelación de 30% a 70% y por un tiempo de entre 1 horas a 3 horas.

donde los fluidos que se someten al proceso de concentración corresponden a salmuera, lactosuero, pulpa de fruta, extracto de té verde, solución de sacarosa y extracto de café.

Capítulo descriptivo con control de cambios

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 freezeconcentration” 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~~, donde se aprecia el proceso de concentración que está compuesto de las etapas de crioconcentración en película, descongelación y crioconcentración en bloque, donde los sub índices n, m y nn, corresponden respectivamente a la siguiente cantidad de etapas:

n: siendo un número de entre 5 a 6, y que define el número de etapas de crioconcentración en película.

m: siendo un número de entre 4 a 5, y que define el número de etapas de descongelación.

nn: siendo un número de entre 1 a 4, y que define el número de etapas de crioconcentración en bloque.

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°C y -20°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 criocentración 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 crioconzentración en película, 5 etapas de descongelación y 2 etapas de crioconzentración 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 crioconzentración en película, 4 etapas de descongelación y 1 etapa de crioconzentración 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 diversos fluidos alimentarios y se sometió sometieron 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
		alimentación	solución concentrada	alimentación	solución concentrada	alimentación	solución concentrada
		% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
Fluido alimentario	1	3-5	6-9.5	0.3-0.9	1.5-2.0	1.3-1,7	2-2,9
Fluido alimentario	2	6-9.5	11-14	1.5-2.0	3.5-4.5	0,6-1	1.3-1,7
Fluido alimentario	3	11-14	15-18	3.5-4.5	5.5-6.3		
Fluido alimentario	4	15-18	19-22	5.5-6.5	8-9,6		
Fluido alimentario	5	19-22	23-26	8-9,6	13-14.5		
Fluido alimentario	6	23-26	27-30	13-14.5	17-19.5		

La tabla 1 muestra los resultados de la aplicación del proceso de crioconcentración en los siguientes fluidos alimentarios: salmuera, lactosuero, pulpa de fruta, extracto

de té verde, solución de sacarosa y extracto de café. La tabla 1 muestra los intervalos de concentración alcanzados en cada etapa para cada una de las 3 técnicas que componen el proceso. Las concentraciones representadas corresponden a intervalos porque el resultado es dependiente del tipo de fluido empleado. Así, por ejemplo, en la primera etapa de crioconcentración en película aplicada a lactosuero, puede iniciar en 3% y aplicada a un extracto de té, puede iniciar en 5%. El mismo concepto aplica para las demás concentraciones reportadas. En la tabla 1 de ejemplos se reportan los resultados obtenidos para 6 etapas de descongelación, pero por los valores obtenidos en la etapa 1 estas fracciones son mezcladas con el efluente y no se requiere su separación, por ello el número de etapas de esta técnica corresponde a 5 etapas efectivas.

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
				$Eff = (Cs_{liq} - Cs_{ice} / Cs_{liq}) \times 100$	% (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

La tabla 2 muestra los resultados de la eficiencia de separación que se logra en un ejemplo de aplicación del proceso propuesto. Se observa como en las soluciones de sacarosa con 6 a 11 etapas combinadas (es decir, sumando las etapas de las tres técnicas) se logra una eficiencia comparable al proceso de extracto de café con 7 a 16 etapas combinadas. Esto muestra la ventaja del proceso al tener menor número de etapa e igual eficiencia.

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

La tabla 3 muestra los resultados del análisis sensorial realizado por un panel entrenado sobre muestras de soluciones de café concentrado por las técnicas de crioconcentración. La muestra 1 corresponde a la muestra obtenida al final de la aplicación de la técnica de película, la muestra 2 corresponde a su réplica, la muestra 3 a la muestra obtenida al final de la técnica de bloque y la muestra 4 corresponde a su réplica. Lo que se concluye de estos datos es que el café, una vez ha sido crioconcentrado, no presenta diferencias estadísticamente significativas respecto a un café sin concentrar (patrón), en ninguno de sus atributos sensoriales de flavor, por lo que se concluye que se preservan las propiedades sensoriales al aplicar la técnica de crioconcentración.

Capítulo descriptivo en limpio

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 freezeconcentration” 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 donde se aprecia el proceso de concentración que está compuesto de las etapas de crioconcentración en película, descongelación y crioconcentración en bloque, donde los sub índices n, m y nn, corresponden respectivamente a la siguiente cantidad de etapas:

n: siendo un número de entre 5 a 6, y que define el número de etapas de crioconcentración en película.

m: siendo un número de entre 4 a 5, y que define el número de etapas de descongelación.

nn: siendo un número de entre 1 a 4, y que define el número de etapas de crioconcentración en bloque.

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°C y -20°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 diversos fluidos alimentarios y se sometieron 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
		alimentación	solución concentrada	alimentación	solución concentrada	alimentación	solución concentrada
		% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)	% (m/m)
Fluido alimentario	1	3-5	6-9.5	0.3-0.9	1.5-2.0	1.3-1,7	2-2,9
Fluido alimentario	2	6-9.5	11-14	1.5-2.0	3.5-4.5	0,6-1	1.3-1,7
Fluido alimentario	3	11-14	15-18	3.5-4.5	5.5-6.3		
Fluido alimentario	4	15-18	19-22	5.5-6.5	8-9,6		
Fluido alimentario	5	19-22	23-26	8-9,6	13-14.5		
Fluido alimentario	6	23-26	27-30	13-14.5	17-19.5		

La tabla 1 muestra los resultados de la aplicación del proceso de crioconcentración en los siguientes fluidos alimentarios: salmuera, lactosuero, pulpa de fruta, extracto de té verde, solución de sacarosa y extracto de café. La tabla 1 muestra los intervalos de concentración alcanzados en cada etapa para cada una de las 3 técnicas que componen el proceso. Las concentraciones representadas corresponden a intervalos porque el resultado es dependiente del tipo de fluido empleado. Así, por ejemplo, en la primera etapa de crioconcentración en película aplicada a lactosuero, puede iniciar en 3% y aplicada a un extracto de té, puede iniciar en 5%. El mismo concepto aplica para las demás concentraciones reportadas. En la tabla 1 de ejemplos se reportan los resultados obtenidos para 6 etapas de descongelación, pero por los valores obtenidos en la etapa 1 estas fracciones son mezcladas con el efluente y no se requiere su separación, por ello el número de etapas de esta técnica corresponde a 5 etapas efectivas.

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
				$Eff = (Cs_{liq} - Cs_{ice} / Cs_{liq}) \times 100$	% (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

La tabla 2 muestra los resultados de la eficiencia de separación que se logra en un ejemplo de aplicación del proceso propuesto. Se observa como en las soluciones de sacarosa con 6 a 11 etapas combinadas (es decir, sumando las etapas de las tres técnicas) se logra una eficiencia comparable al proceso de extracto de café con 7 a

16 etapas combinadas. Esto muestra la ventaja del proceso al tener menor número de etapa e igual eficiencia.

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

La tabla 3 muestra los resultados del análisis sensorial realizado por un panel entrenado sobre muestras de soluciones de café concentrado por las técnicas de crioconcentración. La muestra 1 corresponde a la muestra obtenida al final de la aplicación de la técnica de película, la muestra 2 corresponde a su réplica, la muestra 3 a la muestra obtenida al final de la técnica de bloque y la muestra 4 corresponde a su réplica. Lo que se concluye de estos datos es que el café, una vez ha sido crioconcentrado, no presenta diferencias estadísticamente significativas respecto a un café sin concentrar (patrón), en ninguno de sus atributos sensoriales de flavor, por



MADRID – BOGOTÁ – MEDELLÍN – SAN FRANCISCO – BRUSELAS – GUANGZHOU
BARCELONA – ALICANTE – SEVILLA – VALENCIA – VIGO – VITORIA – ZARAGOZA

lo que se concluye que se preservan las propiedades sensoriales al aplicar la técnica de crioconcentración.

Nueva figura 1

