



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 359 839**

51 Int. Cl.:

B01F 5/02 (2006.01)

B01F 3/08 (2006.01)

B01F 5/06 (2006.01)

A61K 9/10 (2006.01)

A61K 9/107 (2006.01)

B29B 7/76 (2006.01)

D21H 17/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05806385 .0**

96 Fecha de presentación : **15.11.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1814651**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **08.08.2007**

54

Título: **Procedimiento y dispositivo para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas, así como empleos de tales formulaciones líquido-líquido.**

30

Prioridad: **17.11.2004 DE 10 2004 055 507**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:
27.05.2011

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:
27.05.2011

73

Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72

Inventor/es: **Danner, Thomas;**
Dyllick-Brenzinger, Rainer;
Schmid, Markus;
Bauder, Andreas;
Kanther, Wolfgang;
Fechtenkötter, Chrys;
Brockmeyer, Andreas y
Höne, Matthias

74

Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 359 839 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

Procedimiento y dispositivo para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas, así como empleos de tales formulaciones líquido-líquido

5 La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas, así como a un dispositivo para la obtención de las mismas.

10 Formulaciones líquido-líquido en el sentido de la invención son todos los sistemas bi- y polifásicos, como dispersiones y emulsiones. Además de las emulsiones de aceite en agua (O/W), así como de agua en aceite (W/O), también entran en consideración emulsiones de agua en agua (W/W). Sistemas polifásicos, las denominadas emulsiones múltiples, son, a modo de ejemplo, emulsiones de aceite en agua en aceite (O/W/O), así como emulsiones de agua en aceite en agua (W/O/W).

15 En la literatura son conocidos numerosos sistemas para la mezcla y dispersión de líquidos. En principio se diferencia entre máquinas rotor-estator, homogeneizadores de alta presión, homogeneizadores ultrasónicos y procedimientos de emulsión de membrana. Estos procedimientos de emulsión convencionales se basan en un fraccionado de tamaños de gota.

Por la DE 195 42 499 A1 es conocido un procedimiento y un dispositivo para la obtención de un preparado farmacológico parenteral. Este preparado farmacológico se obtiene mediante una dispersión, que se bombea mediante una tobera de homogeneizado.

20 La EP 1 008 380 B1 describe un procedimiento para la mezcla o dispersión de líquidos con un dispositivo de mezcla especial. Este está constituido por una o varias toberas de entrada, una cámara de turbulencia y una o varias toberas de salida, estando las toberas dispuestas axialmente entre sí, y presentando la(s) tobera(s) de entrada un diámetro de orificio menor que la(s) tobera(s) de salida.

25 Además, por la US 2003/224308 A1 es conocida la obtención de una suspensión, es decir, una formulación sólido-líquido, empleándose un dispositivo constituido por una placa perforada con una tobera de entrada y una placa perforada con una tobera de salida. Según la enseñanza de este documento se emplean dos corrientes de entrada, que contienen respectivamente una disolución de uno de ambos reactivos, de modo que en la introducción por tobera en la cámara de mezcla tiene lugar la reacción.

30 La EP 0 674 941 A1 da a conocer un dispositivo para la formación de una emulsión de aceite en agua. En este caso, por medio de una tobera de inyección de agua y superficies de choque enfrentadas coaxialmente, en la cámara de fluidizado se consigue que el chorro de inyección de agua choque sobre la misma, estalle y se entremezcle de manera óptima con combustible añadido radialmente como circulación altamente turbulenta.

H. Schubert presentó la emulsión mecánica, así como nuevos desarrollos y tendencias (véase la XP 001160577) en el Aiche National Meeting el 12-11-2000.

35 Además, T. Gliese describe en JPW International Paper World, tomo 9, 2003, páginas 42-46, anhídrido de ácido alqueniilsuccínico como agente de encolado (véase la XP 002382237). No obstante, este documento no da a conocer la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas.

40 Existe una demanda continua de perfeccionamientos y nuevos métodos en el campo de la técnica de emulsión, para obtener formulaciones líquido-líquido de división lo más fina posible. Emulsiones obtenidas de tal manera son significativas, a modo de ejemplo, en la industria farmacéutica, alimentaria y cosmética, pero también en otras ramas de la industria, como por ejemplo industria papelera, textil y de cuero, así como en la industria de materiales de construcción.

Por lo tanto, la presente invención tomaba como base la tarea de poner a disposición un procedimiento alternativo para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas.

45 La tarea se solucionó mediante un procedimiento según la reivindicación 1 para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas con un dispositivo de mezcla, que está constituido por una placa perforada con al menos una tobera de entrada y una placa perforada con al menos una tobera de salida, encontrándose un mezclador estático en el espacio intermedio entre las placas perforadas, y efectuándose adicionalmente, en caso dado, una introducción de energía mecánica.

Del mismo modo es objeto de la presente invención un dispositivo según la reivindicación 7 para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas, que está constituido por una placa perforada con al menos una tobera de entrada y una placa perforada con al menos una tobera de salida, encontrándose un mezclador estático en el espacio intermedio entre las placas perforadas, y efectuándose adicionalmente, en caso dado, una introducción de energía mecánica.

Conforme al procedimiento según la invención se pueden obtener toda clase de formulaciones líquido-líquido. Como ya se ha descrito, en el caso de formulaciones líquido-líquido en el sentido de la presente invención se trata de todos los sistemas bi- y polifásicos, como dispersiones y emulsiones. Además de las emulsiones de aceite en agua (O/W), así como de agua en aceite (W/O), también entran en consideración emulsiones de agua en agua (W/W). Sistemas polifásicos, las denominadas emulsiones múltiples, son, a modo de ejemplo, emulsiones de aceite en agua en aceite (O/W/O), así como emulsiones de agua en aceite en agua (W/O/W). Naturalmente, las formulaciones líquido-líquido pueden contener también componentes sólidos y gaseosos.

A continuación se describe el procedimiento según la invención a modo de ejemplo en la obtención de emulsiones, no debiéndose limitar, no obstante, la invención a emulsiones.

Bajo el concepto tamaño de partícula se entenderá a continuación el tamaño de gotas de líquido emulsionadas en la fase continua.

Conforme al procedimiento según la invención, a partir de una emulsión cruda se genera una emulsión finamente dividida, en la que se emplea un dispositivo de mezcla como se genera anteriormente. El procedimiento parte de una emulsión cruda que se genera preferentemente en una caldera de agitación. Se denomina emulsión cruda una emulsión en la que los componentes de la emulsión han experimentado un primer entremezclado grosero.

Por consiguiente, se entiende por emulsión fina o emulsión finamente dividida en el sentido de la presente invención una emulsión cuya distribución de tamaños de partícula se sitúa en el intervalo de 20 nm a 100 μ m, preferentemente en el intervalo de 50 nm a 50 μ m, y de modo especialmente preferente en el intervalo de 100 nm a 20 μ m. Las partículas se pueden medir por medio de difracción de luz láser (por ejemplo Malvern Mastersizer 2000 o Beckmann-Coulter LS 13320) y/o de dispersión lumínica, por ejemplo por medio de espectroscopía de correlación de fotones.

El dispositivo de mezcla para la obtención de la emulsión finamente dividida está constituido por una placa perforada con al menos una tobera de entrada, y una placa perforada con al menos una tobera de salida, estando dispuestas las toberas axialmente entre sí. En el espacio intermedio entre las placas perforadas se encuentra un mezclador estático. En caso dado se efectúa adicionalmente una introducción de energía mecánica.

Las placas perforadas empleables conforme al procedimiento según la invención presentan al menos un orificio, es decir, al menos una tobera. En este caso, ambas placas perforadas pueden presentar respectivamente un número arbitrario de orificios, pero preferentemente no más de tres orificios en cada caso, de modo muy especialmente preferente no más de dos orificios en cada caso, y en especial preferentemente no más de un orificio en cada caso. Ambas placas perforadas pueden presentar un número diferente, o el mismo número de orificios, ambas placas perforadas tienen preferentemente el mismo número de orificios. En general, en el caso de las placas perforadas se trata de placas perforadas con al menos un orificio en cada caso.

En otra forma de ejecución de este procedimiento según la invención, la segunda placa perforada está substituida por un tamiz, es decir, la segunda placa perforada tiene una pluralidad de orificios, o bien toberas. Los tamices empleables pueden cubrir un gran intervalo de tamaños de grano, por regla general, los tamaños de poro se sitúan entre 0,1 y 250 μ m, preferentemente entre 0,2 y 200 μ m, de modo especialmente preferente entre 0,3 y 150 μ m, y en especial entre 0,5 y 100 μ m. Con un tamiz, cuyo tamaño de poros se sitúa en 60 μ m, según las demás condiciones de ensayo se pueden generar tamaños de partícula de emulsión finamente dividida de hasta 200 nm.

Los orificios, o bien toberas, pueden tener cualquier forma geométrica concebible, a modo de ejemplo pueden ser circulares, ovaladas, angulares con ángulos a voluntad, que pueden también, en caso dado, estar redondeados, o presentar forma de estrella. Los orificios tienen preferentemente una forma circular. Los orificios tienen por regla general un diámetro de 0,05 mm a 1 cm, preferentemente de 0,08 mm a 0,8 mm, de modo especialmente preferente de 0,1 a 0,5 mm, y en especial de 0,2 a 0,4 mm.

Ambas placas perforadas están construidas preferentemente de modo que los orificios, o bien las toberas están dispuestos axialmente entre sí. Se entenderá por disposición axial que el sentido de circulación generado a través de la geometría del orificio de tobera es idéntico en ambas placas perforadas. Los sentidos de orificio de la tobera de entrada y salida no deben estar situados en una línea a tal efecto, éstos pueden estar desplazados también en paralelo, como se desprende de las anteriores explicaciones. Ambas placas perforadas están orientadas preferentemente en paralelo.

No obstante, son posibles otras geometrías, en especial placas perforadas no paralelas, o sentidos de orificio diferentes de la tobera de entrada y salida.

5 El grosor de placas perforadas puede ser arbitrario. Las placas perforadas tienen preferentemente un grosor en el intervalo de 0,1 a 100 mm, preferentemente de 0,5 a 30 mm, y de modo especialmente preferente de 1 a 10 mm. En este caso, el grosor (l) de placas perforadas se selecciona de modo que el cociente de diámetro (d) de orificios y grosor (l) se sitúa en el intervalo de 1 : 1, preferentemente 1 : 1,5, y de modo especialmente preferente 1 : 2.

El espacio intermedio entre ambas placas perforadas puede ser arbitrariamente largo, la longitud del espacio intermedio asciende generalmente a 1 hasta 500 mm, preferentemente 10 a 300 mm, y de modo especialmente preferente 20 a 100 mm.

10 En el espacio intermedio entre las placas perforadas se encuentra según la invención un mezclador estático, que puede llenar completa o parcialmente el tramo entre ambas placas perforadas. Preferentemente, el mezclador estático se extiende a la longitud total del espacio intermedio entre ambas placas perforadas. Mezcladores estáticos son conocidos por el especialista. En este caso se puede tratar, a modo de ejemplo, de un mezclador de válvulas, o de un mezclador estático con orificios, constituidos por laminillas acanaladas o nervios engranados. Además, se puede tratar de un mezclador estático en forma de hélice, o en forma de N, o de uno con elementos de mezclado calentables o refrigerables.

20 Las propiedades de emulsiones, como estabilidad y comportamiento reológico, son influenciadas en medida especial por la distribución de tamaños de partícula en la emulsión. De este modo aumenta la estabilidad, a modo de ejemplo, de emulsiones bifásicas con distribución de tamaños de partícula cada vez más limitada. En la generación de emulsiones se concede una atención especial a la distribución de tamaños de partícula, y por consiguiente al diámetro de tamaño de partícula medio.

Mediante la incorporación de un mezclador estático en el espacio intermedio entre ambas placas perforadas se mejora considerablemente la estabilidad de partículas de la emulsión finamente dividida obtenida.

25 Adicionalmente al mezclador estático, en el espacio intermedio entre ambas placas perforadas se puede efectuar aún una introducción de energía mecánica. La energía se puede introducir, a modo de ejemplo, en forma de oscilaciones mecánicas, ultrasonido o energía de rotación. De este modo se genera una corriente turbulenta que provoca que las partículas no se aglomeren en el espacio intermedio.

30 Según las demás condiciones de ensayo ajustables, conforme al procedimiento según la invención son obtenibles distribuciones de tamaño de partícula de 20 nm a 100 µm, preferentemente de 50 nm a 50 µm, y de modo especialmente preferente de 100 nm a 20 µm. Las partículas se pueden medir por medio de difracción de luz láser (por ejemplo Malvern Mastersizer 2000 o Beckmann-Coulter LS 13320) y/o de dispersión lumínica, por ejemplo por medio de espectroscopía de correlación de fotones.

35 El procedimiento según la invención presenta algunas ventajas frente a procedimientos conocidos por el estado de la técnica, ya que se obtienen emulsiones de división especialmente fina, que presentan una estabilidad extraordinaria.

Según los procedimientos conocidos, las emulsiones pueden pasar varias veces a través de la unidad de homogeneizado, para obtener una dispersión de división especialmente fina. Conforme al procedimiento según la invención, ahora es suficiente que la emulsión cruda pase sólo una vez por la unidad de homogeneizado. Por esta vía se obtienen emulsiones que presentan división especialmente fina, y el tamaño de partícula deseado.

40 La temperatura a la que se efectúa el emulsionado de la emulsión cruda para dar emulsión finamente dividida conforme al procedimiento según la invención asciende generalmente a -50 hasta 350°C, preferentemente 0 a 300°C, de modo especialmente preferente 20 a 200°C, y de modo muy especialmente preferente 50 a 150°C. En este caso pueden ser temperables todas las unidades de homogeneizado empleadas en el dispositivo.

45 El homogeneizado, o bien emulsionado, se lleva a cabo generalmente a presiones por encima de la presión atmosférica, es decir > 1 bar. No obstante, en este caso las presiones no sobrepasan un valor de 10 000 bar, de modo que se ajustan presiones de homogeneizado preferentes de > 1 bar a 10 000 bar, preferentemente 5 a 2 000 bar, y de modo especialmente preferente de 10 a 1500 bar.

50 Las formulaciones líquido-líquido finamente divididas obtenidas conforme al procedimiento según la invención presentan viscosidades de 0,01 mPas a 100 000 mPas, preferentemente de 0,1 mPas a 10 000 mPas, medidas con un viscosímetro de Brookfield a una temperatura de 20°C. Las formulaciones líquido-líquido contienen fracciones de fase dispersa de un 0,1 a un 95 % en peso, referido al peso total de la formulación.

El presente procedimiento es apropiado generalmente para una amplia pluralidad de emulsiones relevantes desde el punto de vista industrial. Estas son típicamente emulsiones bifásicas, como emulsiones de aceite en agua, en las cuales se dispersan aceites, fusiones orgánicas e inorgánicas en disolución acuosa. Del mismo modo son posibles emulsiones de agua en aceite. Como ya se ha descrito anteriormente, emulsiones de cualquier tipo encuentran una amplia aplicación, sobre todo en la en la industria farmacéutica, alimentaria y cosmética, pero también en otras ramas de la industria, como por ejemplo industria papelera, textil y de cuero, materiales de construcción, protección fitosanitaria o industria fotográfica. Por lo tanto, en este punto no se efectuará una limitación a la emulsión.

Además de las dos fases, la emulsión puede contener también componentes diferentes, en especial compuestos estabilizantes de interfases, como emulsionantes, tensioactivos y/o coloides de protección. Estos son conocidos por el especialista.

Los demás componentes, en especial los compuestos tensioactivos, se pueden añadir en cualquier momento, y entonces en cualquier lugar, a las formulaciones líquido-líquido, en especial emulsiones. En especial, tales componentes se pueden añadir con dosificación, al menos parcialmente, también en el espacio intermedio.

En el procedimiento según la invención, antes de la placa perforada con la tobera de entrada, y tras la placa perforada con la tobera de salida, se pueden encontrar otros elementos de mezclado, por ejemplo filtros, membranas, etc. El dispositivo de mezclado según la invención se puede disponer en filas también reiteradamente, de modo que resultan varios espacios intermedios según la invención.

Del mismo modo, es objeto de la presente invención el dispositivo para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas.

En este caso es especialmente ventajoso que el dispositivo no sea estacionario debido a su manejabilidad práctica. Es decir, la emulsión de componentes se puede efectuar también directamente en su lugar de empleo (la denominada emulsión on-site). Esto es especialmente ventajoso si se debe transportar una emulsión con fracción de líquido elevada (por ejemplo agua) a través de varios tramos. En este caso, el componente a emulsionar se puede transportar también, a modo de ejemplo, como producto sólido, y emulsionar sólo directamente in situ. Esto se explica más detalladamente a continuación en un caso de ejemplo.

En la industria papelera se emplean numerosos aditivos en forma de emulsiones o dispersiones. Además de agentes de retención y fijación, también se emplean agentes de encolado reactivo. Dispersiones de agentes de encolado reactivo acuosas comerciales tienen sólo una fracción de producto sólido relativamente reducida (aproximadamente un 25 % en peso), por lo cual se está obligado a transportar grandes cantidades de agua al consumidor final.

Tales agentes de encolado reactivo son seleccionados, a modo de ejemplo, a partir del grupo de dicetenos de alquilo con 14 a 22 átomos de carbono (AKD, alquenildicetenos), de anhídridos de ácido succínico de alquilo con 12 a 30 átomos de carbono (ASA), de anhídridos de ácido succínico de alqueno con 12 a 30 átomos de carbono, o mezclas de los citados compuestos. Son ejemplos de dicetenos de alquilo graso tetradecildiceteno, oleildiceteno, palmitildiceteno, estearildiceteno y behenildiceteno. Además son apropiados dicetenos con diferentes grupos alquilo, por ejemplo estearilpalmitildiceteno, behenilestearildiceteno, behenilestearildiceteno o palmitilbehenildiceteno. Preferentemente se emplea estearildiceteno, palmitildiceteno, behenildiceteno y mezclas de estos dicetenos, así como estearilpalmitildiceteno, behenilestearildiceteno y palmitilbehenildiceteno.

El empleo de anhídridos de ácido succínico, que están substituidos con grupos alquilo o alqueno de cadena larga, como agente de encolado en masa para papel es conocido igualmente (EP 0 609 879 A, EP 0 593 075 A, US 3 102 064). Anhídridos de ácido alquenilsuccínico contienen en el grupo alqueno un resto alqueno con al menos 6 átomos de carbono, preferentemente un resto α -olefina con 14 a 24 átomos de carbono. Son ejemplos de anhídridos de ácido succínico substituidos anhídrido de ácido decenilsuccínico, anhídrido de ácido octenilsuccínico, anhídrido de ácido dodecenilsuccínico y anhídrido de ácido n-hexadecenilsuccínico. Los anhídridos de ácido succínico substituidos que entran en consideración como agente de encolado para papel se emulsionan preferentemente con almidón catiónico como coloide de protección en agua.

Conforme al procedimiento según la invención, ahora se pueden obtener dispersiones acuosas, de ajuste aniónico, de agentes encolado reactivo, preferentemente a base de AKD. Como agentes dispersantes aniónicos entran en consideración, a modo de ejemplo, productos de condensación de

- ácido naftalinsulfónico y formaldehído,
- fenol, ácido fenolsulfónico y formaldehído,
- ácido naftalinsulfónico, formaldehído y urea,

- fenol, ácido fenolsulfónico, formaldehído y urea.

Los agentes dispersantes aniónicos se pueden presentar tanto en forma de ácidos libres, como también en forma de sales alcalinas, alcalinotérreas y/o amónicas. Las sales amónicas se pueden presentar tanto en forma de amoniaco, como también en forma de aminas primarias, secundarias y terciarias, por ejemplo son apropiadas las sales amónicas de dimetilamina, trimetilamina, hexilamina, ciclohexilamina, dicitlohexilamina, etanolamina, dietanolamina y trietanolamina. Los productos de condensación descritos anteriormente son conocidos y adquiribles en el comercio. Estos se obtienen mediante condensación de los citados componentes, pudiéndose emplear en lugar de los ácidos libres también las correspondientes sales alcalinas, alcalinotérreas y/o amónicas. Como catalizador en la condensación son apropiados, a modo de ejemplo, ácidos como ácido sulfúrico, ácido p-toluenosulfónico y ácido fosfórico. Acido naftalinsulfónico o sus sales metálicas alcalinas se condensan con formaldehído preferentemente en proporción molar 1 : 0,1 a 1 : 2, y en la mayor parte de los casos en proporción molar 1 : 0,5 a 1 : 1. La proporción molar para la condensación de fenol, ácido fenolsulfónico y formaldehído se sitúa igualmente en el intervalo indicado con anterioridad, empleándose cualquier mezcla de fenol y ácido fenolsulfónico en lugar de ácido naftalinsulfónico con formaldehído. En lugar de ácido fenolsulfónico, también se puede emplear las sales metálicas alcalinas y amónicas de ácido fenolsulfónico. La condensación de las substancias de partida indicadas anteriormente se puede llevar a cabo, en caso dado, adicionalmente en presencia de urea.

Los citados productos de condensación tienen generalmente pesos moleculares en el intervalo de 800 a 100 000 g/mol, preferentemente 1000 a 30 000 g/mol, y en especial 4000 a 25 000 g/mol. Preferentemente se emplean como agentes dispersantes aniónicos sales que se obtienen, a modo de ejemplo, mediante neutralización de productos de condensación con hidróxidos metálicos alcalinos, como hidróxido sódico o hidróxido potásico, o con amoniaco.

Además son apropiados ácidos grasos etoxilados con cadenas de carbono entre 10 y 20 átomos de carbono y 3 a 30 grupos EO.

Otros agentes dispersantes aniónicos apropiados son ácido ligninsulfónico y sus sales, como ligninsulfonato sódico, ligninsulfonato potásico o de calcio.

Conforme al procedimiento según la invención, ahora se dispone una disolución de agente dispersante aniónico, se funde un agente de encolado reactivo a base de AKD, se emulsiona para dar una emulsión cruda, y se emulsiona in situ en el dispositivo según la invención para dar una emulsión finamente dividida.

La ventaja especial del procedimiento según la invención en la obtención de emulsiones de AKD consiste en que la emulsión cruda debe pasar sólo una vez a través de la unidad de homogeneización para ser elaborada para dar una emulsión finamente dividida. Esto es significativo en especial en el caso de emulsiones de substancias reactivas, como AKD, ya que en este caso el AKD no puede reaccionar ya antes de su empleo como agente de encolado.

Tales agentes de encolado reactivos se emplean en la industria papelera para la obtención de papel, cartulina y cartón.

Ejemplo 1

Como formulación líquido-líquido se empleó una emulsión de aceite de soja en agua (fracción de fase dispersa 30 % en peso), que se mezcló con un 3 % en peso, referido a la emulsión total, de Lutensol® TO 10 de BASF Aktiengesellschaft como emulsionante.

Esta emulsión se homogeneizó según diversas variantes de procedimiento según la invención. Como ejemplo comparativo se homogeneizó la emulsión también según la EP 1 008 380 B1.

La figura 1 muestra el diámetro de Sauter de distribución de tamaños de partícula de diversas formulaciones líquido-líquido obtenidas conforme al procedimiento según la invención en dependencia de la pérdida de presión. El diámetro de Sauter es un diámetro medio que tiene la misma proporción volumen a superficie que el colectivo de gotas observado.

Por consiguiente, conforme al procedimiento según la invención se obtienen diámetros de Sauter de distribución de tamaños de partícula más reducidos que según el estado de la técnica comparable (EP 1 008 380 B1). Únicamente el empleo de una placa perforada 0,4 con mezclador estático y una placa perforada 0,4 siguiente consigue resultados similares a los descritos en la EP 1 008 380 B1. Sin embargo, la EP 1 008 380 B1 enseña el empleo de una tobera de salida cuyo diámetro de orificio es mayor que el de la tobera de entrada.

Ejemplo 2

Descripción de una instalación de emulsión automatizada

5 Para la emulsión de AKD se empleó una instalación automatizada constituida por una caldera de fusión (1) (300 l) con agitador mecánico y camisa con calefacción eléctrica, una bomba de dosificación de fusión (2), una bomba (3) y calefacción (4) para agua completamente desalinizada, una bomba de dosificación (5) para agentes auxiliares, como por ejemplo emulsionantes, coloides de protección, polímeros disueltos o dispersiones de polímero, una bomba de hélice excéntrica (6), una bomba de alta presión (7) con placa perforada post-conectada, un circuito de trasiego (8), un cambiador de calor de placa (9) para la refrigeración y un tanque de almacenaje de dispersión (10).

Ejemplo 2.1: dispersión de AKD con carga aniónica

10 Se cargaron 200 kg de Pastelliertes AKD se cargaron en el depósito de fusión y se fundieron a 80°C bajo agitación. El agua completamente desalinizada se calentó a 60°C, la dosificación de Tamol NN2901 se efectuó a través de la bomba de agente auxiliar (5). La velocidad de dosificación de las bombas se seleccionó de modo que se alcanzó una proporción AKD/Tamol NN2901/agua de 12/1/87. La emulsión se efectuó a 270 bar con un rendimiento de 110 l/h, del circuito de trasiego se extrajeron 64 l/h. La dispersión se enfrió a 25°C a través del cambiador de calor de placa. La dispersión tenía una distribución de tamaño de partícula media de 0,7 µm (dispersión lumínica dinámica, Coulter LS 130). La movilidad electroforética a pH 8 se situaba en -8,0 (µm/s)/(V/cm), el potencial zeta de las partículas de AKD ascendía a -102,4 mV (pH 8).

Ejemplo 2.2: dispersión de AKD con carga catiónica

20 Se cargaron 200 kg de Pastelliertes AKD se cargaron en el depósito de fusión y se fundieron a 80°C bajo agitación. El agua completamente desalinizada se calentó a 60°C. Una disolución de polivinilamina al 18 % (Catiofast PR8212, grado de hidrólisis 70 %, valor de K 45) se ajustó a pH = 3 con ácido fórmico (85 % en agua), y se dosificó a través de la bomba de agente auxiliar (5). La velocidad de dosificación de las bombas se seleccionó de modo que se alcanzó una proporción AKD/Catiofast PR8121/agua de 12/22/66. La emulsión se efectuó a 260 bar con un rendimiento de 110 l/h, del circuito de trasiego se extrajeron 50 l/h. La dispersión se enfrió a 25°C a través del cambiador de calor de placa. La dispersión tenía una distribución de tamaño de partícula media de 0,9 µm (dispersión lumínica dinámica, Coulter LS 130). La movilidad electroforética a pH 8 se situaba en + 3,0 (µm/s)/(V/cm), el potencial zeta de las partículas de AKD ascendía a 38,4 mV (pH 8).

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la obtención de formulaciones líquido-líquido finamente divididas con un dispositivo de mezclado que está constituido por una placa perforada con al menos una tobera de entrada y una placa perforada con al menos una tobera de salida, encontrándose un mezclador estático en el espacio intermedio entre las placas perforadas, y efectuándose adicionalmente, en caso dado, una introducción de energía mecánica.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque en el caso de las formulaciones líquido-líquido se trata de emulsiones bi- o polifásicas.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se trata de una emulsión de agua en aceite o de aceite en agua.
- 10 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se trata de una dispersión acuosa, aniónica, de agente de encolado reactivo para la obtención de papel, cartulina y cartón, y el agente de encolado reactivo es seleccionado a partir de dicetenos de alquilo con 14 a 22 átomos de carbono, anhídridos de ácido succínico de alquilo con 12 a 30 átomos de carbono, y anhídridos de ácido succínico de alqueno con 12 a 30 átomos de carbono.
- 15 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la distribución de tamaños de partícula de la formulación líquido-líquido se sitúa en el intervalo de 20 nm a 100 µm.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque las formulaciones líquido-líquido finamente divididas presentan viscosidades en el intervalo de 0,01 mPas a 100 000 mPas.
- 20 7.- Dispositivo para la obtención de una formulación líquido-líquido finamente dividida, caracterizado porque el dispositivo está constituido por una por una placa perforada con al menos una tobera de entrada y una placa perforada con al menos una tobera de salida, encontrándose un mezclador estático en el espacio intermedio entre las placas perforadas, y efectuándose adicionalmente, en caso dado, una introducción de energía mecánica.
- 25 8.- Empleo de una formulación líquido-líquido obtenida según una de las reivindicaciones 1 a 6 en la industria farmacéutica, alimentaria y cosmética, así como en la industria papelera, textil y de cuero, materiales de construcción, así como protección fitosanitaria o industria fotográfica.
- 9.- Empleo de una formulación líquido-líquido obtenida según la reivindicación 4 como agente de encolado reactivo en la industria papelera para la obtención de papel, cartulina y cartón.

Figura 1

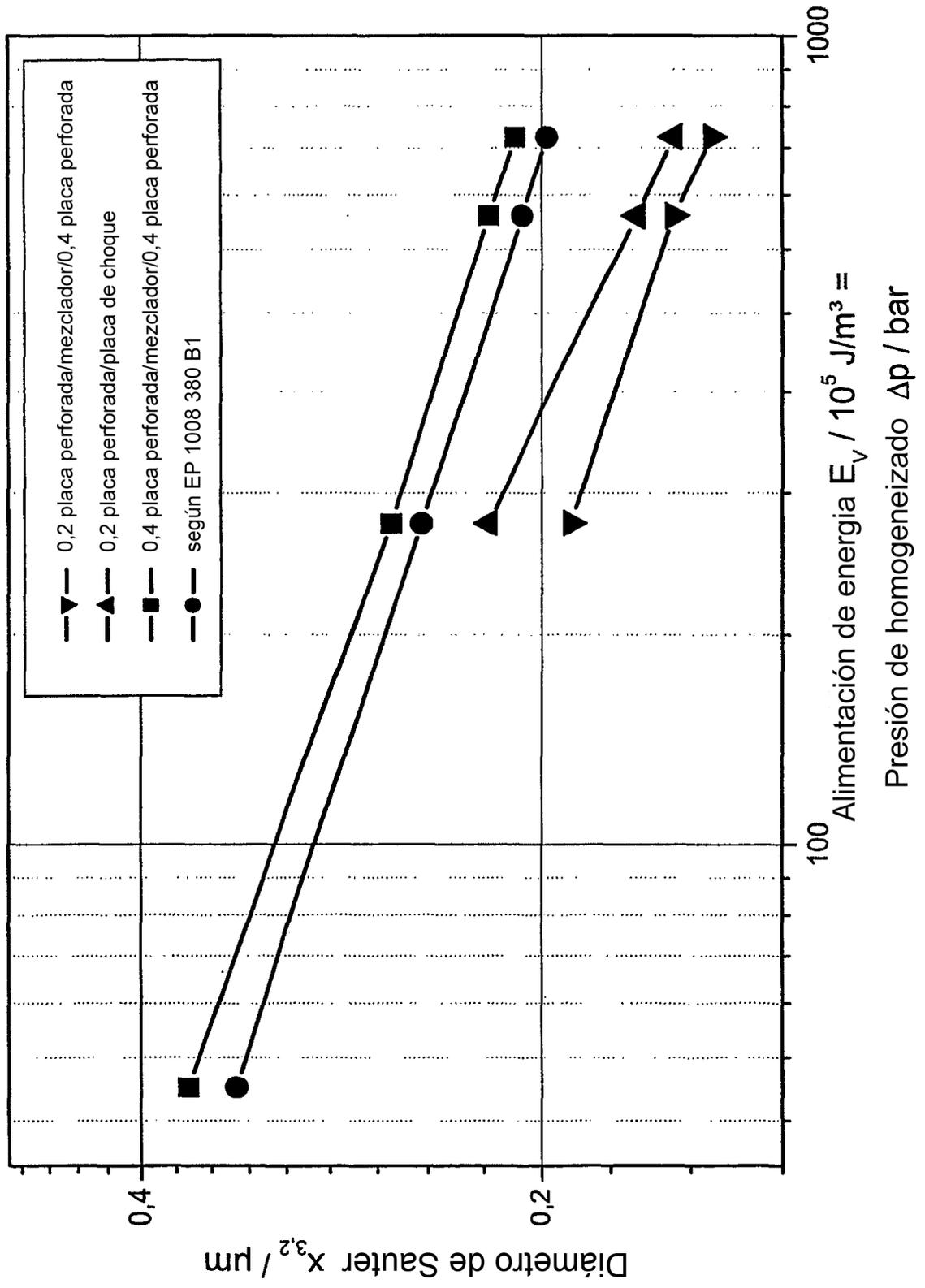


Figura 2

