

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 386 358**

51 Int. Cl.:
D06B 23/20 (2006.01)
D06P 1/94 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05735864 .0**
- 96 Fecha de presentación: **16.03.2005**
- 97 Número de publicación de la solicitud: **1725706**
- 97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.11.2006**

54 Título: **Procedimiento para la suspensión e introducción de sustancias sólidas en un proceso de alta presión**

30 Prioridad:
17.03.2004 DE 102004013338

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
17.08.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
17.08.2012

73 Titular/es:
**UHDE HIGH PRESSURE TECHNOLOGIES GMBH
BUSCHMÜHLENSTRASSE 20
58093 HAGEN, DE**

72 Inventor/es:
**NÜNNERICH, Peter;
DIERKES, Heribert y
BORK, Michael**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

ES 2 386 358 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 para la suspensión e introducción de sustancias sólidas en un proceso de alta presión.

- 5 Se describe un procedimiento para la suspensión e introducción de una sustancia sólida en un proceso de alta presión, como por ejemplo de pigmentos colorantes en un proceso de alta presión, en el que se utiliza un fluido supercrítico como medio de proceso y existe una presión por encima de 150 bares. En este caso, la suspensión de la sustancia sólida se realiza en un procedimiento de suspensión totalmente separado a baja presión. En este procedimiento de suspensión se suspende o bien se disuelve parcialmente la sustancia sólida en un gas no crítico y licuado. En este caso, la presión en este procedimiento de suspensión es inferior al 90 % de la presión crítica del gas licuado. La entrada de la suspensión en el proceso de alta presión se realiza por medio de una bomba.
- 10 En el estado de la técnica se conocen diferentes procedimientos y dispositivos, con los que se pueden introducir sustancias en un proceso de alta presión. Normalmente, las sustancias sólidas son introducidas en una esclusa, un depósito colector o en un dispositivo similar, que se inundan a continuación con un medio de proceso, siendo arrastrada entonces la sustancia sólida en el proceso de alta presión.
- 15 El documento DE 199 28 405 se refiere a un procedimiento para la coloración de un sustrato textil en al menos un fluido supercrítico, siendo publicado un procedimiento de dosificación, que distribuye la cantidad de colorante en polvo necesaria para la coloración sobre una pluralidad de cantidades parciales y pone en contacto cada cantidad parcial de colorante por sí con el fluido supercrítico hasta que este está disuelto o disperso. A tal fin, el dispositivo publicado prevé un pistón oscilante y alojado en dos lados, que está guiado transversalmente y a través del conducto de proceso del fluido crítico. Este pistón recibe sustancia sólida en una posición final en un primer taladro y en la otra posición final este primer taladro se encuentra en una corriente principal del fluido crítico, de manera que allí la sustancia sólida es lavada fuera del taladro. En paralelo, en el otro extremo del pistón, un segundo taladro es llenado o bien vaciado en secuencia inversa.
- 20 En el procedimiento presentado en el documento DE 199 28 405 y en el dispositivo publicado a tal fin, es un inconveniente que el dispositivo debe estar diseñado y dimensionado para las mismas presiones que el proceso principal. Además, en el taladro vaciado y que se encuentra en la corriente principal se introduce gas supercrítico y se conduce a la posición de llenado, de manera que aquí o bien debe existir la misma presión o una presión más elevada o en cualquier caso tiene lugar una expansión, que impediría el proceso de llenado rápido. Además, con seguridad es crítica la transferencia de una junta de obturación de alta presión con los taladros llenados a través del pistón. Aquí son previsible con seguridad datos del material de la junta de obturación y, por lo tanto, problemas de obturación después de tiempos de aplicación cortos.
- 25 Se conoce a partir del documento WO 97/13915 un procedimiento de entrada muy habitual para sustancias sólidas en el proceso supercrítico. En este procedimiento, se acondiciona el colorante en un recipiente de aplicación de colorante, que está dispuesto en una derivación hacia el proceso principal. Para la descarga de la sustancia sólida se abren las válvulas correspondientes y la sustancia sólida es arrastrada por medio de una corriente volumétrica parcial del fluido del proceso principal. Por lo tanto, no es posible una dosificación constante o un control selectivo de la alimentación de sustancia colorante, puesto que la mezcla de fluido y sustancia sólida se diluye a través del fluido del proceso que circula a continuación. Además, todos los componentes de este procedimiento dispuesto en la derivación deben cumplir los requerimientos de presión y temperatura del proceso principal.
- 30 En el documento US 6.261.326 se describe un procedimiento optimizado en comparación con el procedimiento de suspensión conocido a partir del documento WO 97/13915. En este procedimiento se dispone un mecanismo de agitación en el recipiente de recepción de sustancia sólida para la disolución o suspensión de la sustancia sólida o bien se bombea una cantidad parcial en el circuito por medio de una bomba. Como se representa en dicha publicación, en este procedimiento de preparación está presente un estado de fluido crítico o casi crítico, puesto que este procedimiento de preparación es alimentado desde el proceso principal, el procedimiento de tratamiento, con fluido supercrítico. Como en los procedimientos mencionados anteriormente, también este procedimiento implica la deficiencia de que deben cumplirse condiciones de alta presión del proceso principal, llamado aquí procedimiento de tratamiento. Además, la entrada de la sustancia sólida, que no se representa en el documento US 6.261.326, debe realizarse a través de una esclusa costosa, o los depósitos contenedores de sustancia sólida deben estar diseñados de la misma manera para la alta presión del procedimiento de tratamiento.
- 35 Por lo tanto, el cometido de la invención consistía en proporcionar un procedimiento de entrada de suspensión y de sustancia sólida, que es independiente del circuito del proceso de alta presión y trabaja de manera más económica que los procedimientos del estado de la técnica.
- 40 La invención soluciona el cometido por medio de un procedimiento para la suspensión e introducción de una sustancia sólida en forma de granulado, en forma de granos o en forma de polvo en un proceso de alta presión, en el que está presente como medio de proceso esencialmente un fluido supercrítico. Este procedimiento representa en este caso una fase de suspensión del proceso de alta presión y el fluido es conducido a través de un depósito de suspensión y a través de un dispositivo para la circulación del fluido así como a través de conductos de entrada y de
- 45
- 50
- 55

salida.

En la realización del procedimiento se llena en una primera etapa el depósito de suspensión con una sustancia sólida y con un fluido, siendo empleado como fluido un gas licuado, que está en un estado no-crítico.

5 En una segunda etapa, se suspende la sustancia sólida en el fluido por medio de un dispositivo de circulación del líquido y se mantiene en suspensión. El dispositivo de circulación de líquido está configurado en este caso de una manera ideal como agitador o como una bomba dispuesta fuera del depósito de suspensión, la cual está conectada a través de un conducto de aspiración y un conducto de presión con el depósito de suspensión y transporta una cantidad parcial de la suspensión de una manera continua en el circuito.

10 La presión en la fase de suspensión es en este caso de una manera más ventajosa menos que 90 % de la presión crítica del gas empleado y es de manera ideal menor que 60 bares. La temperatura se ajusta en este caso de tal forma que existe una fase gaseosa sobre la fase líquida.

15 En la última etapa, se transporta la suspensión por medio de una bomba en el proceso de alta presión. De esta manera, solamente la bomba y el conducto de presión de la bomba, que conduce hacia o bien al proceso principal, deben cumplir los requerimientos del proceso de alta presión. Todos los componentes del procedimiento en el lado de aspiración de la bomba deben diseñarse solamente para los requerimientos claramente más reducidos.

En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, la presión en el depósito de suspensión se mantiene esencialmente estable durante la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión a través del conducto de alimentación de gas rico en sustancia sólida.

20 En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, el dispositivo para la circulación del líquido es un agitador dispuesto en el depósito.

El dispositivo para la circulación de líquido puede ser una bomba, que está conectada a través de un conducto de aspiración y un conducto de presión con el depósito de suspensión y se bombea una cantidad parcial de la suspensión por medio de esta bomba de forma continua en el circuito.

25 En una configuración ventajosa del procedimiento de acuerdo con la invención, el fluido empleado para la suspensión es química y esencialmente idéntico con el medio de proceso de alta presión.

En un procedimiento optimizado, se mezclan con el fluido otras sustancias. Estas sustancias son, por ejemplo, hidrocarburos cíclicos y acíclicos de cadena corta o alcoholes de cadena corta, aldehídos o cetonas así como H₂O y mezclas de estas sustancias mencionadas anteriormente.

30 De manera más ventajosa, en el procedimiento de acuerdo con la invención, la presión en el depósito de suspensión se mantiene constante durante la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión, siendo transportado posteriormente fluido en el estado gaseoso.

Durante el transporte de la suspensión al proceso de alta presión se mantiene estable la suspensión de forma ininterrumpida, en una forma de realización de la invención, a través del dispositivo de circulación del líquido.

35 De esta manera, en una variante ideal del procedimiento, es posible hacer que funcione de forma continua la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión durante el periodo de tiempo del vaciado del depósito y, por lo tanto, se puede ajustar la concentración de la sustancia sólida en el fluido en magnitud constante o de forma variable a través de la potencia de transporte de la bomba. La concentración en el depósito de suspensión es esencialmente constante durante el vaciado, puesto que el fluido transportado posteriormente no está presente en forma de líquido sino en forma de gas.

40 De manera ventajosa, la sustancia sólida es una sustancia que debe disolverse en el proceso de alta presión, como por ejemplo, partículas de sustancias colorantes, adhesivos, plastificantes, aromas, sustancias olorosas o mezclas de ellos. También aquí se puede ver una ventaja de la invención en que la sustancia sólida no se disuelve como en el estado de la técnica, sino que solamente se suspende y la solubilidad específica de las sustancias de aplicación respectivas no debe mantenerse en la fase de suspensión. En su lugar, estas sustancias se disuelven
45 inmediatamente durante la introducción en la corriente volumétrica grande del proceso principal en virtud del alto gradiente de concentración.

Por lo tanto, una configuración ventajosa de la invención consiste en que la corriente de suspensión se ajusta durante la introducción en el proceso de alta presión de tal forma que la relación de las corrientes volumétricas de la suspensión con respecto al medio de proceso de alta presión es inferior a 1:50 y de manera ideal igual o inferior a
50 1:100.

La corriente de suspensión muy reducida con relación a la corriente volumétrica del proceso principal tiene una influencia física, en general, insignificante sobre el proceso principal.

ES 2 386 358 T3

A continuación se explica en detalle el procedimiento de acuerdo con la invención con la ayuda de dos figuras o de ejemplos del procedimiento, respectivamente.

La figura 1 muestra el procedimiento de suspensión con una bomba como equipo de circulación de líquido y la figura 2 muestra el procedimiento con un agitador sin circuito de circulación externo.

- 5 Como se puede reconocer en la figura 1, el procedimiento de suspensión 1, que está conectado a través de la vía de circulación 6 con el proceso de alta presión 4, se forma por el depósito de suspensión 2 y la bomba 3. El depósito de suspensión 2 se llena a través de la vía de circulación 7 con gas licuado y a través de la vía de circulación 8 con la sustancia sólida. Como se indica en la figura 1, en el depósito de suspensión 2 se configuran un volumen de líquido 2a y un volumen de gas 2b. Por medio de la bomba de suspensión 9 se extrae a través de la vía de circulación 10 una corriente parcial desde el depósito y se retorna de nuevo a través de la vía de circulación 11.

- 10 Durante el vaciado del depósito de suspensión 2 se transporta la suspensión a través de la vía de circulación 5 por medio de la bomba 3 a través de la vía de circulación 6 al proceso de alta presión 4. Está claro que solamente la bomba 3 y el lado de presión de la bomba, a saber, la vía de circulación 6, deben estar diseñados para las mismas presiones que el proceso de alta presión 4. Los componentes restantes del procedimiento de suspensión solamente tienen que cumplir los requerimientos de presiones hasta aproximadamente 60 bares.

- 15 En la figura 2 se puede reconocer otra configuración del procedimiento, estando dispuesto en el depósito de suspensión 2 un agitador 13, por medio del cual se genera la suspensión y se mantiene estable.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Procedimiento para la suspensión e introducción de una sustancia sólida en forma de granulado, en forma de grano o en forma de polvo en un proceso de alta presión (4), en el que está presente esencialmente un fluido supercrítico como medio de proceso, y este procedimiento representa una fase de suspensión del proceso de alta presión (4) y el fluido es conducido a través de un depósito de suspensión (2) y a través de un dispositivo para la circulación del líquido (9) así como a través de conductos de entrada y salida, en el que
- en una primera etapa en el depósito de suspensión (2) se llena la sustancia sólida y un fluido, siendo el fluido un gas licuado,
 - 10 - a continuación se suspende la sustancia sólida por medio de un dispositivo de circulación de líquido (9) en el fluido y se mantiene en suspensión,
 - en una última etapa se transporta la suspensión por medio de una bomba (3) al proceso de alta presión (4), caracterizado porque
 - 15 - la presión en la fase de suspensión es inferior al 90 % de la presión crítica del medio de proceso y de manera más ventajosa es inferior a 60 bares, estando presente en el depósito de suspensión (2) una fase gaseosa (2b) sobre la fase líquida (2a).
- 2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la presión en el depósito de suspensión (2) se mantiene esencialmente estable durante la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión (4) a través del conducto de entrada de gas rico en sustancias sólidas.
- 20 3.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el dispositivo para la circulación del líquido es un agitador (13) dispuesto en el depósito.
- 4.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el dispositivo para la circulación del líquido es una bomba (9), que está conectada a través de un conducto de aspiración (10) y un conducto de presión (11) con el depósito de suspensión (2) y se bombea una cantidad parcial de la suspensión por medio de esta bomba (9) de forma continua en el circuito.
- 25 5.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el fluido en la fase de suspensión es químicamente esencialmente idéntico con el medio de proceso de alta presión (4).
- 6.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque se mezclan con el fluido otras sustancias no sólidas como, por ejemplo, H₂O o hidrocarburos cíclicos o acíclicos de cadena corta o alcoholes de cadena corta, aldehídos o cetonas así como y mezclas de los mismos.
- 30 7.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque para el mantenimiento de la presión en el depósito de suspensión (2) durante la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión (4), se transporta posteriormente fluido en el estado gaseoso.
- 8.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque durante el transporte de la suspensión al proceso de alta presión (4) se mantiene estable la suspensión de forma ininterrumpida a través del dispositivo de circulación del líquido (9).
- 35 9.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la sustancia sólida a introducir es una sustancia que debe disolverse en el proceso de alta presión (4), como por ejemplo partículas de sustancias colorantes, adhesivos, plastificantes, aromas, sustancias olorosas o mezclas de ellos.
- 40 10.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión (4) se desarrolla de forma continua durante el periodo de tiempo del vaciado del depósito (2), en el que la corriente volumétrica se puede ajustar en magnitud constante o variable, siendo esencialmente constante la concentración en el depósito de suspensión (2).
- 45 11.- Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque durante la introducción de la suspensión en el proceso de alta presión (4), la relación de las corrientes volumétricas de la suspensión con respecto al medio de proceso de alta presión es inferior a 1:50 y de manera ideal igual o inferior a 1:100.

Fig. 1

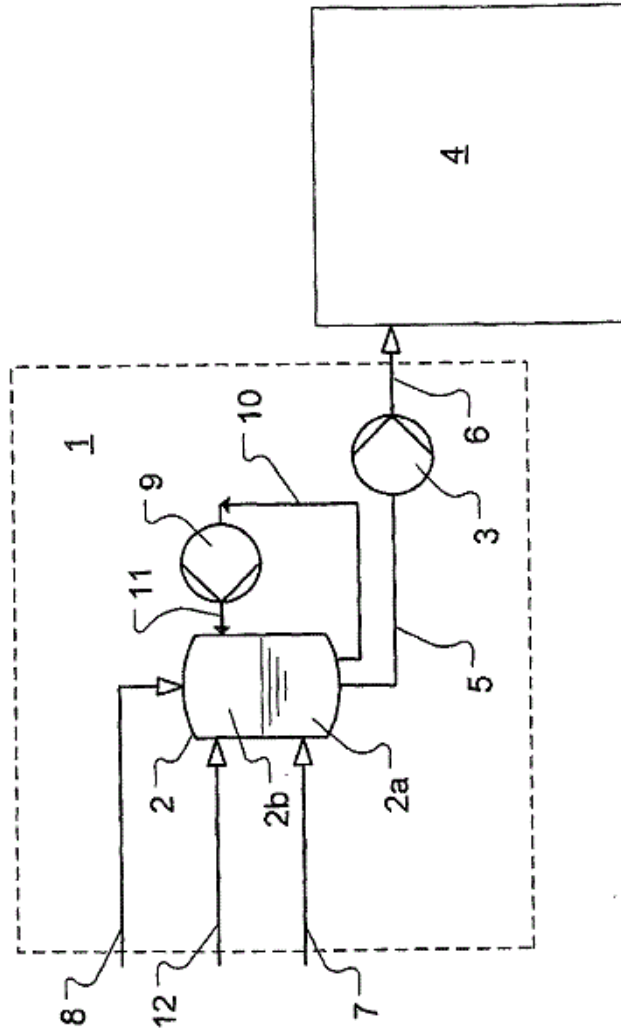


Fig. 2

