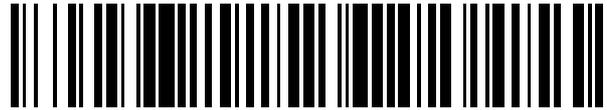


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 420 585**

51 Int. Cl.:

B01J 2/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.01.2011 E 11150831 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.06.2013 EP 2345475**

54 Título: **Método e instalación para la fabricación de partículas sólidas a partir de una composición líquida o semilíquida**

30 Prioridad:

19.01.2010 FR 1050331

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

26.08.2013

73 Titular/es:

**L'AIR LIQUIDE, SOCIÉTÉ ANONYME POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDÉS
GEORGES CLAUDE (100.0%)
Direction de la Propriété Intellectuelle 75 quai
d'Orsay
75007 Paris, FR**

72 Inventor/es:

TAYLOR, ROBERT

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 420 585 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

Método e instalación para la fabricación de partículas sólidas a partir de una composición líquida o semilíquida.

- 5 La presente invención concierne al dominio de los procedimientos e instalaciones de tratamiento criogénico de productos, en particular alimenticios, farmacéuticos o incluso cosméticos, siendo los procedimientos considerados, en particular, los procedimientos denominados de “esferonización”, es decir, de fabricación de partículas sólidas (se denominan con frecuencia “*pellets*” o “*prilling*” en estas industrias), a partir de un compuesto líquido o semilíquido, en particular en aplicaciones alimentarias (tales como las partículas de materia grasa, de crema helada) o de fermentos, en particular lácteos, o incluso, por ejemplo, de bolitas que se utilizan en la fabricación de productos cosméticos o incluso químicos, detergentes, ceras, fertilizantes, etc.
- 10 Los siguientes documentos ilustran la literatura, muy abundante y a veces antigua, que ha sido dedicada a esta cuestión: EP – 919 279, EP0393963, US – 4 655 047, GB – 2 092 880, WO 99/33555, o incluso US – 4 982 577.
- 15 Se hablará a continuación, de forma indiferente, de “congelación”, de “cristalización”, o de “solidificación”, total o parcial, de gotas del producto, con el fin de formar las partículas buscadas, diferentes terminologías con las cuales el experto en la técnica está familiarizado, según el compuesto que se trata (más o menos acuoso, más o menos rico en grasas...).
- Las soluciones existentes son, para algunos, insuficientes para producir partículas bien regulares y dentro de la gama de diámetros muy usual de un mm y menos, o, por el contrario, son muy satisfactorias pero mucho más costosas e incluso muy complejas, lo cual desanima a ciertos emplazamientos productores (por ejemplo, 200.000 a 300.000 euros, lo cual es considerado como exorbitantes para ciertos productores).
- 20 Según la presente invención, interesan las partículas denominadas “monodispersas”, es decir, cuyo tamaño es sensiblemente el mismo, no dando lugar a la producción de agregaciones, de partículas dobles o triples, o incluso de partículas demasiado pequeñas (“satélites”), partículas demasiado pequeñas que son un inconveniente mayor para ciertas aplicaciones, en particular farmacéuticas, y cuya eliminación es por consiguiente un reto mayor.
- 25 Como se ha señalado anteriormente, los métodos existentes ofrecen, ya sea resultados satisfactorios pero con costes de inversión exorbitantes, o bien, resultados insuficientes (requerimientos no alcanzados, carga muy escasa, etc.).
- Se puede citar el ejemplo del procedimiento propuesto por el documento WO99/33555 en el cual el compuesto y el refrigerante son inyectados como corrientes de igual sentido por la parte alta de una cámara tubular, estando rodeada la corriente de producto por dos corrientes concéntricas de nitrógeno líquido (la corriente central de refrigerante está rodeada por la corriente de producto, y ésta misma está rodeada por una corriente de refrigerante externa que es igualmente concéntrica).
- 30 Esta configuración representa una solución interesante pero que resulta imperfecta: ésta da lugar a una transferencia térmica insuficiente, la cual necesitará o bien, alargar el tubo, o bien, utilizar un fluido criogénico más frío, o incluso proceder a una refrigeración complementaria aguas abajo. La distribución de tamaños de partículas obtenida es igualmente demasiado dispersa. Se puede pensar que estos resultados están ligados a las condiciones encontradas por la corriente de gotas en el inicio del proceso, al contacto de las gotas con las corrientes de nitrógeno líquido en igual sentido de corriente y a las condiciones fuertemente turbulentas.
- 35 En este dominio de instalaciones que utilizan columnas muy largas de reacción se puede citar también el caso del documento WO 02/094428 que pone en práctica una columna de 10 metros y efectúa una refrigeración al menos en parte mediante la caída de las partículas dentro de un baño criogénico.
- 40 La presente invención, por lo tanto, se destina a proponer una solución novedosa de producción de partículas como tales, que sea simple, que permita a la vez responder a los requerimientos técnicos planteados mientras tiene un coste moderado, incluso que permita adaptarse de forma simple y poco costosa a un material existente.
- La presente invención concierne, por lo tanto, a una instalación de fabricación de partículas sólidas según la reivindicación 3.
- 45 La presente invención concierne igualmente a un procedimiento de fabricación de partículas sólidas según la reivindicación 1.
- Otras características y ventajas surgirán de la siguiente descripción, dada únicamente a título de ejemplo y hecha con referencia a la figura única anexa que es una vista esquemática parcial en corte de una instalación que permite la implementación de la invención.
- 50 Se dispone de un sistema de producción y extracción de gotas (por ejemplo, de tamaño cercano a un 1mm). Se utiliza aquí un sistema disponible comercialmente; existen numerosos sistemas, por ejemplo los comercializados por las empresas GEA Niro o Tuttle Prilling Systems.

Este sistema inyecta las gotas formadas en la parte alta del dispositivo dentro de un tubo de reacción, de forma cónica, sobre una porción del tubo, para el modo de realización representado, aunque pueden considerarse otras formas, y en particular la forma cilíndrica; un cono en el seno del cual la corriente de gotas se encuentra con una corriente de gas frío ascendente (a contracorriente), confinada en el seno del tubo de reacción.

- 5 Más precisamente, las gotas formadas e inyectadas en la parte alta del dispositivo caen por gravedad; a título indicativo se puede considerar que éstas salen a una velocidad cercana a 0,5 m/s y después se aceleran bajo el efecto de la gravedad para alcanzar en torno a 2 m/s sobre aproximadamente los 5 m.

Éstas se encuentran con una corriente de gas frío ascendente, en un régimen que no es, por supuesto, necesariamente laminar, pero que, en cualquier caso, no es totalmente turbulento.

- 10 Tratándose de las fases presentes, es totalmente claro que en la parte alta del dispositivo el fluido inyectado llega totalmente gaseoso, mientras que, en la parte más baja del tubo, allí donde se realiza la inyección de fluido, es claramente posible que se esté ante la presencia de un fluido bifásico gas / líquido, incluso si esta presencia de finas gotitas de refrigerante es un fenómeno que preferamos evitar según la invención.

- 15 Se puede pensar que las gotas de producto descendentes tienen la tendencia a impulsar el gas hacia abajo, vistas las respectivas dimensiones entre la corriente de gotas descendentes y el diámetro medio del tubo cónico de reacción (en E, en D).

Se puede, igualmente, adelantar legítimamente el hecho de que, en estas condiciones, los movimientos laterales de las gotas descendentes son muy limitados; las gotas no se chocan entre ellas.

- 20 Prosiguiendo su descenso dentro del tubo, a lo largo de la zona D, las gotas aceleran su descenso bajo el efecto de la gravedad, mientras son refrigeradas por el gas frío ascendente.

- 25 Como se habrá comprendido, a medida que prosigue su descenso, las gotas ya preenfriadas, prosiguen su enfriamiento y se vuelven, de hecho, todavía menos sensibles a los movimientos laterales, a las eventuales turbulencias y, de este modo, en la parte baja del dispositivo, donde el régimen de gas puede ser más turbulento, si las partículas chocan entre sí, es sin consecuencias lamentables ya que éstas tienen ya una costra suficiente, incluso están solidificadas en el centro, y no tendrán entonces ninguna tendencia a agregarse en partículas más grandes.

En el modo de realización representado se ha hecho figurar un medio adicional, opcional, pero muy ventajoso: el cono C, que es un medio de deflexión y, como se habrá comprendido, en la extremidad del tubo / cono de reacción, las gotas están suficientemente refrigeradas para tolerar sin inconvenientes el impacto sobre el cono C de deflexión.

- 30 Este cono C de deflexión permite que las partículas se desaceleren y sean entregadas hacia una salida, por ejemplo equipada con una compuerta giratoria como la del modo aquí representado (podrían considerarse otros medios tales como un transportador de tornillo, u otros...).

Estos medios están igualmente destinados a limitar las pérdidas de gas por la salida de productos.

- 35 Para el modo de realización representado, el refrigerante, aquí nitrógeno líquido, es inyectado en varios puntos, en la parte alta, según una distribución anular de orificios alrededor del tubo de reacción (sensiblemente al nivel de los puntos "A" mencionados en la figura).

Las entradas de refrigerante crean un fenómeno de impulso (venturi) del gas frío ascendente, que toma el gas de las zonas F para impulsarlo hacia abajo, estando suficientemente "caliente" este gas ascendente impulsado para participar en, y realizar, la vaporización del refrigerante fresco inyectado, antes de que éste alcance la zona B, antes de remontar en el interior del tubo de reacción y encontrarse con una corriente de gotas descendente.

- 40 En otros términos, el sistema funciona en circuito cerrado:

- el gas circula bajo el efecto de un efecto Venturi;
 - la inyección de refrigerante "fresco" es efectuada para compensar las pérdidas térmicas de la instalación, y la masa térmica del producto tratado;
 - el sistema es cerrado, bajo reserva de la salida de gas anular en la parte alta del dispositivo (flechas por encima de los puntos F), salidas que se realizan debido a las sobrepresiones.
- 45

Ventajosamente, las aberturas en A son variables y controlables, para permitir ajustar la cantidad de gas "caliente" ascendente y que vuelve hacia abajo, hacia las zonas B. Se puede implementar, igualmente, alrededor de los puntos de inyección anulares, unos deflectores ajustables que permiten controlar el caudal de gas en estos puntos.

- 50 Se mencionará en particular un ejemplo de aplicación: uno en el que se deben manipular unas partículas de diámetro más grande, pudiendo aceptar más movimientos laterales sin inconvenientes ni perjuicios, y en el que, de este modo, se puede aumentar la recirculación de gas "caliente" hacia abajo, hacia las zonas B.

Y como se habrá comprendido, la situación inversa (necesidad de manipular partículas de muy pequeño tamaño) es considerada y tratada eficazmente con esta capacidad de ajuste de los orificios en A.

5 Como se ha visto, el sistema es en principio cerrado, estanco al aire y para compuestos iniciales muy sensibles a la oxidación; de este modo, es posible purgar el sistema con la ayuda de un gas inerte antes del inicio de la producción, o incluso durante pausas en la producción, para bajar el tenor residual de oxígeno dentro de la instalación.

Como resultará claro para el experto en la técnica con la lectura de lo anterior, es todo mérito de la presente invención haber creado unas condiciones en las cuales:

- 10 - el régimen gaseoso en la parte alta del tubo de reacción no es fuertemente turbulento, lo que habría sido muy perjudicial al empujar unas contra otras las gotas producidas por el dispositivo de producción de gotas de producto, antes que estas gotas sean suficientemente preenfriadas como para tener una superficie exterior suficientemente rígida (encostramiento);
- el régimen gaseoso implementado realiza igualmente una cierta agitación que evita las diferencias de temperatura demasiado pronunciadas entre el centro y las extremidades exteriores de la corriente gaseosa;
- 15 - se ha visto que se ha realizado, según un modo preferido, una circulación del gas en la que el refrigerante es inyectado en la parte alta, desciende hacia las zonas B (siendo vaporizado) para subir en el interior del tubo de reacción, antes de ser dirigido nuevamente hacia abajo según las flechas F y los orificios A por efecto venturi, etc; el gas se encuentra, de este modo, en término medio varias veces (se puede pensar corrientemente por lo menos cinco veces) con la corriente de gotas descendente, antes de ser evacuado hacia el exterior a causa de la sobrepresión en el interior del dispositivo:
- 20 - como se habrá comprendido igualmente, la forma cónica del tubo de reacción ilustrado aquí no es más que indicativo de una forma posible, ciertamente muy ventajosa. En efecto, esta forma cónica favorece el hecho de que la velocidad del gas dentro de la parte alta (que se encuentra por lo tanto con las gotas apenas formadas) es menor que dentro de la parte baja del tubo de reacción, dando así lugar a menos movimientos laterales, menos turbulencias, en una parte del dispositivo en la cual las gotas son todavía frágiles, limitando de este modo los fenómenos de agregación de partículas. En la parte baja del tubo de reacción, la
- 25 velocidad del gas puede ser más elevada, ya que en esta parte las partículas han alcanzado una velocidad elevada, éstas ya están preenfriadas e incluso refrigeradas (encostradas) y no tendrán tendencia a aglomerarse como ya se ha destacado anteriormente.

30 Un tubo de reacción paralelo, cilíndrico, funcionaría según la presente invención bien entendida, pero habría que ralentizar el gas en la parte alta del dispositivo y, por lo tanto, para el mismo tiempo de refrigeración, aumentar a longitud del tubo.

Asimismo, la presencia del cono de deflexión C aguas abajo es muy ventajosa pero no es más que una opción; éste permite evitar que las partículas refrigeradas aterricen directamente en el sistema de salida (cualquiera sea éste); éste permite alimentar este sistema de salida con partículas ralentizadas, que podrían ser incluso relativamente "blandas", lo cual, se comprende, el procedimiento según la invención evita aún más mediante todas las medidas tomadas aguas arriba.

40 El modo de realización ilustrado aquí es, se ha dicho, un modo preferido según la invención, y se han descrito bien todas las ventajas que se alcanzan en el mismo, pero hay que notar que se pueden considerar otros modos de inyección, siempre que permitan obtener esta contracorriente de gas y, por ejemplo, inyectar el líquido criogénico por la parte de abajo –y no en la parte alta- del dispositivo, por ejemplo en la vecindad de las zonas B.

Un dispositivo tal como el representado en la figura anexa ha permitido obtener los rendimientos de producción siguientes.

45 Se dispuso de un tubo de reacción de altura cercana a 1 metro; la materia tratada era una grasa de palma. La instalación ha permitido la producción de 200 kg/hora de partículas de 0,8 mm de diámetro, perfectamente cristalizadas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de partículas sólidas, implementado en una instalación de fabricación de partículas sólidas, a partir de un compuesto líquido o semilíquido, que implementa un dispositivo de formación y extracción de gotas del producto, después una etapa de congelación o cristalización total o parcial de las gotas así formadas, en el cual se implementan las siguientes medidas:
- 5
- se produce, con la ayuda del dispositivo de formación, una corriente de gotas del compuesto que entra a la parte alta de un tubo de reacción, tubo de reacción situado de forma concéntrica en el interior de la instalación, y que circula por el seno de este tubo de reacción desde arriba hacia abajo;
 - se alimenta la instalación con líquido criogénico para crear una corriente de gas frío ascendente a contracorriente desde la parte baja del tubo de reacción hacia la parte alta del tubo de reacción,
- 10
- caracterizado porque se realiza la siguiente circulación de gas:
- se alimenta la instalación con líquido criogénico en la parte alta de la instalación, permitiendo que el líquido criogénico descienda, vaporizándose, hacia la parte baja de la instalación en el exterior del tubo de reacción, para subir por el interior del tubo de reacción,
 - el gas que alcanza la parte alta del tubo de reacción es impulsado nuevamente hacia la parte baja de la instalación por la llegada de líquido criogénico, mediante efecto Venturi, permitiendo de este modo que el gas se encuentre, varias veces, con la corriente de gotas descendente, antes de ser evacuado hacia el exterior a causa de la sobrepresión en el interior de la instalación.
- 15
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se procede, aguas abajo del tubo de reacción, con la ayuda de un medio de deflexión, a la deflexión de la corriente de partículas obtenidas a la salida del tubo de reacción, entre la salida del tubo de reacción y unos medios de recuperación, salida y encaminamiento hacia el exterior de las partículas fabricadas con el fin de alimentar estos medios de recuperación de las partículas que han sido ralentizadas con respecto a una situación en la que el medio de deflexión estaría ausente.
- 20
3. Instalación de fabricación de partículas sólidas a partir de un compuesto líquido o semilíquido, que implementa un dispositivo de formación y extracción de gotas del producto, después una etapa de congelación o cristalización total o parcial de las gotas así formadas, que comprende:
- 25
- un tubo de reacción situado de forma concéntrica en el interior de la instalación en cuya parte alta entra una corriente de gotas producidas por el dispositivo de formación y en el seno del cual esta corriente circula desde arriba hacia abajo;
 - medios de alimentación de líquido criogénico que permiten obtener una corriente de gas frío ascendente a contracorriente desde la parte baja del tubo de reacción hacia la parte alta del tubo de reacción,
- 30
- caracterizado porque los medios de alimentación de líquido criogénico permiten obtener la configuración siguiente:
- se alimenta la instalación con líquido criogénico en la parte alta de la instalación, permitiendo que el líquido criogénico descienda, vaporizándose, hacia la parte baja de la instalación en el exterior del tubo de reacción, para subir por el interior del tubo de reacción,
 - el gas que alcanza la parte alta del tubo de reacción es impulsado nuevamente hacia la parte baja de la instalación por la llegada de líquido criogénico, mediante efecto Venturi, permitiendo de este modo que el gas se encuentre, varias veces, con la corriente de gotas descendente, antes de ser evacuado hacia el exterior a causa de la sobrepresión en el interior de la instalación.
- 35
- 40
4. Instalación según la reivindicación 3, caracterizado porque el tubo de reacción es de forma sensiblemente cónica.
5. Instalación según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque éste comprende, aguas abajo del tubo de reacción, un medio de deflexión, preferiblemente de forma cónica, apto para interponerse entre la salida del tubo de reacción y unos medios de recuperación, salida y encaminamiento hacia el exterior de las partículas fabricadas, que permite alimentar estos medios de recuperación de las partículas que han sido ralentizadas con respecto a una situación en la que el medio de deflexión estaría ausente.
- 45
6. Instalación según una de las reivindicaciones 3 a 5, caracterizada porque los medios de alimentación con líquido criogénico realizan la inyección del líquido criogénico en la parte alta de la instalación según una distribución anular de orificios alrededor del tubo de reacción.
- 50

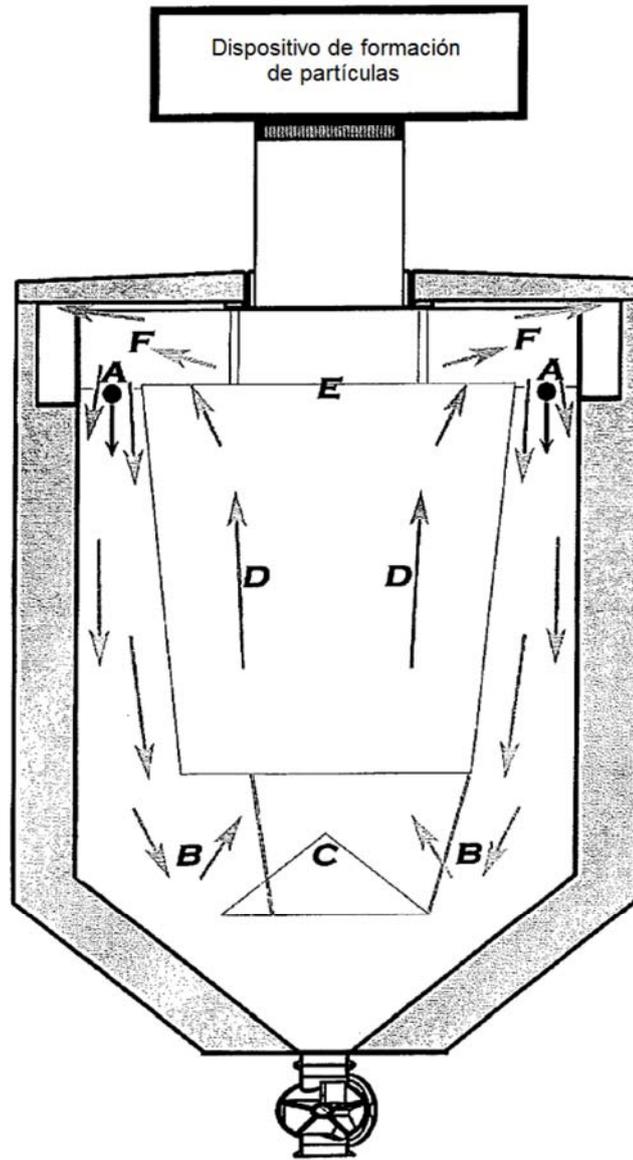


Figura Única