

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 584 156**

51 Int. Cl.:

C07C 59/285 (2006.01)

C07C 51/34 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.03.2013 E 13715345 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.05.2016 EP 2831028**

54 Título: **Nuevo método de síntesis del ácido múcico mediante el ozono**

30 Prioridad:

27.03.2012 FR 1252715

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.09.2016

73 Titular/es:

**ASSOCIATION DE GESTION DE L'INSTITUT
POLYTECHNIQUE LASALLE BEAUVAIS (100.0%)
19 rue Pierre Wagnet
60000 Beauvais, FR**

72 Inventor/es:

**BONHOURE, JEAN-PAUL;
ABBOUD, HUSSEIN;
AUSSENAC, THIERRY ROBERT;
COSTE, CHRISTIAN ULYSSE;
HOANG, LEVINH;
RALAINIRINA, ROBERT y
RANNOU, ALEXIS CHRISTOPHE**

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 584 156 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).

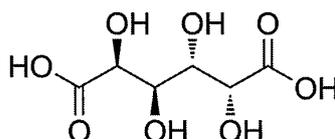
DESCRIPCIÓN

Nuevo método de síntesis del ácido múcico mediante el ozono

- 5 La presente invención se relaciona con la utilización del ozono para la síntesis del ácido múcico. Un procedimiento de síntesis que emplee el ozono permite alcanzar un rendimiento elevado en ácido múcico, que puede ser obtenido en forma cristalina, sin que sea necesario emplear ni solvente orgánico ni catalizador, y con un consumo de energía moderado.

10 **Estado de la técnica**

El ácido múcico (C₆H₁₀O₈; N° CAS 526-99-8) presenta la estructura siguiente:



- 15 El ácido múcico es generalmente obtenido por oxidación de la galactosa o del ácido galacturónico o de los oligo- o polisacáridos que contienen unidades de galactosa o de ácido galacturónico.

- 20 El ácido múcico es un potente acomplejante que presenta la propiedad de ser totalmente biodegradable. Constituye, por lo tanto, una alternativa de elección en las formulaciones de productos detergentes, en ciertas formulaciones de productos cosméticos, y puede servir de molécula plataforma en la industria farmacéutica.

Hasta ahora, se utilizan dos procedimientos para la fabricación industrial del ácido múcico; se trata de:

- 25 - Un procedimiento puramente químico basado en la utilización como agente oxidante del ácido nítrico a concentración normal.
- Un procedimiento electroquímico clásico que utiliza electrodos de grafito.

- 30 Existe además un procedimiento electroquímico que utiliza un intermediario de reacción (bromo) que se regenera *in situ* electroquímicamente. Este último procedimiento aparece descrito en el artículo de Fauvarque *et al.*, L'Actualité Chimique, octubre de 1998, páginas 48 a 50.

Las fuentes de materias primas son también de dos tipos:

- 35 - el ácido galacturónico en solución acuosa no purificada,
- la galactosa pura o con contenido de impurezas de tipo lactosa, dulcita o quercita, así como diversos productos de condensación o de polimerización de tipo goma.

- 40 El documento de Yue-Hwa Yu *et al.*: Chemical oxidation of organic compounds by O₂/UV, divulga un procedimiento de ozonización para la preparación de ácido múcico a partir de un compuesto diferente.

- 45 El procedimiento puramente químico que utiliza ácido nítrico a concentración normal presenta el inconveniente de generar vapores nitrosos, así como subproductos nitrados difíciles de eliminar y que presentan riesgos conocidos para el medio ambiente. Otro de los inconvenientes de este método es la lentitud de la reacción. Además, el procedimiento con ácido nítrico genera abundantes cantidades de espuma, que es difícil de separar. La presencia en la solución madre acuosa de ácido galacturónico y de impurezas de origen diverso genera, en ausencia de selectividad del agente oxidante, coproductos de reacción que se encuentran incluidos en los cristales de ácido múcico obtenidos al final del procedimiento. Ello implica que, para obtener un producto casi puro, sea necesario proceder a una disolución de los cristales en una solución libre de contaminantes y, tras la purificación de la solución así obtenida, proceder a una nueva cristalización. Parece evidente a través de los elementos antes expuestos que el rendimiento de la reacción se ve muy disminuido. La reacción del ácido nítrico con el ácido galacturónico da lugar a un rendimiento en masa de la transformación próximo al 60% M/M.

- 55 El procedimiento electroquímico, cuando se utiliza en su versión más simple (sin utilización de bromo), presenta el inconveniente de ser un procedimiento lento que necesita un tiempo de reacción extremadamente importante. Es un procedimiento que consume mucha energía, en el que los electrodos de grafito pueden ser considerados como agentes consumibles (es decir, desaparición por desgaste de los electrodos con liberación de subproductos al medio de reacción). La pureza final del producto sintetizado necesita, como en la ruta química, proceder a la purificación posterior de los cristales.

- 60 El procedimiento electroquímico que utiliza como intermediario de reacción el bromo presenta los mismos

inconvenientes, a los cuales se suman los inconvenientes conocidos de la utilización del bromo o de sus derivados (riesgos industriales e impactos medioambientales conocidos). La utilización del bromo en esta variante del procedimiento electroquímico necesita que este intermediario de reacción (bromo) se regenere *in situ* por un método electroquímico, el cual grava enormemente el consumo de energía eléctrica y por ello la economía del procedimiento.

Resumen de la invención

La presente invención se relaciona con un nuevo método de síntesis mediante el ozono de ácido múcico y con un procedimiento de fabricación correspondiente.

Según un modo de realización, el producto de partida para la síntesis del ácido múcico es el ácido galacturónico. En un procedimiento preferido según la invención, el producto de partida es una solución madre acuosa que contiene ácido galacturónico.

Otros productos de partida pueden, no obstante, servir en síntesis mediante el ozono del ácido múcico. Se pueden oxidar e hidrolizar (o hidrolizar y luego oxidar) oligo- o polisacáridos que contengan unidades de galactosa para liberar *in situ* unidades de monosacáridos de ácido galacturónico, oxidando este último a continuación con el fin de formar el ácido múcico.

Las soluciones madre acuosas que pueden ser utilizadas para producir el ácido múcico por este nuevo método de síntesis mediante el ozono, independientemente del ácido galacturónico, comprenden los siguientes: una solución de galactosa pura o con impurezas de tipo lactosa, dulcitas o quercitas, así como diversos productos de condensación o de polimerización, que pueden presentarse en forma de gomas. Se puede utilizar cualquier solución madre acuosa constituida por polisacáridos y/o por oligosacáridos de orígenes vegetales diversos que contenga unidades de galactosa / ácido galacturónico, y de concentraciones máxicas variables.

En un modo de realización preferido, la solución madre acuosa está constituida por ácido galacturónico procedente generalmente de la degradación de ácidos poligalacturónicos, procedentes a su vez de pectinas de origen vegetal. De hecho, la naturaleza « de base biológica » de los ácidos poligalacturónicos queda asegurada y garantizada. Se califica como productos « de base biológica » a productos cuyo origen vegetal exclusivo está garantizado (lo que confiere la noción de química verde del vegetal).

La presente invención se relaciona, pues, en un aspecto con la utilización del ozono para la síntesis del ácido múcico a partir de mono-, oligo- y/o polisacáridos que tienen unidades de galactosa o ácido galacturónico. Preferentemente, el producto de partida, que tiene unidades de galactosa o ácido galacturónico, comprende al menos uno seleccionado entre el grupo constituido por: el ácido galacturónico; una solución de galactosa pura o con impurezas de tipo lactosa, dulcitas o quercitas, así como diversos productos de condensación o de polimerización que pueden presentarse en forma de gomas; y polisacáridos y/u oligosacáridos que contienen unidades de galactosa y/o ácido galacturónico. Preferentemente, el producto de partida está presente en forma de solución madre acuosa. De manera particularmente preferente, el producto de partida es una solución madre acuosa de ácido galacturónico.

Según otro aspecto, la presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación del ácido múcico consistente en las etapas siguientes:

- (a) provisión de una solución madre acuosa de ácido galacturónico;
- (b) contacto de la solución madre acuosa de ácido galacturónico provista en la etapa (a) con ozono gaseoso a una concentración comprendida entre 150 y 220 g.m⁻³ TPN durante un tiempo de al menos 50 minutos;
- (c) separación del ácido múcico formado en la etapa (b).

En este procedimiento, la concentración de ácido galacturónico en la solución madre acuosa provista en la etapa (a) es preferentemente de al menos un 8% en masa de ácido galacturónico, o sea, de 80 kg de ácido galacturónico por 1.000 kg de solución madre. La concentración máxima preferida de ácido galacturónico es del 16% en masa de ácido galacturónico, o sea, de 160 kg de ácido galacturónico por 1.000 kg de solución madre. Más preferentemente, la concentración de ácido galacturónico en la solución madre acuosa estará comprendida entre el 11% y el 13% en masa, o sea, entre 110 y 130 kg de ácido galacturónico por 1.000 kg de solución madre.

En el procedimiento de la invención, y especialmente si se realiza una segunda etapa de tratamiento con ozono a una concentración inferior a la utilizada en la etapa (b) antes mencionada, la duración de la etapa (b), en el curso de la cual se aplica el ozono a una concentración de al menos 150 g.m⁻³ TPN, es preferentemente de a lo sumo 60 minutos.

En la presente invención, según un modo de realización particularmente preferido, posteriormente a la etapa (b) se realiza una segunda fase de contacto de la solución de reacción con el ozono a una concentración comprendida

entre 90 y 120 g.m⁻³ TPN durante un tiempo comprendido entre 300 y 380 minutos, preferentemente entre 320 y 360 minutos.

5 En un modo ventajoso de realización de la presente invención, tras el tratamiento con ozono de la solución madre de ácido galacturónico, tratamiento que se efectúa en una sola operación, y que ventajosamente conlleva dos fases encadenadas, el ácido múcico precipita en forma de cristales de ácido múcico puro (pureza más allá del 99%) en un dispositivo de separación constituido por una decantación acelerada, que lleva una zona de tranquilización en la cual se concentran los cristales formados. Tras la extracción de los cristales de la zona de tranquilización, estos cristales pueden ser lavados y luego secados y acondicionados.

10 Ventajosamente, en el procedimiento de preparación del ácido múcico según la invención no se utiliza ningún solvente orgánico. También, y de manera apropiada, puede no emplearse ningún catalizador homogéneo o heterogéneo durante las diferentes fases de la reacción.

15 El tratamiento con ozono de la invención puede ser realizado apropiadamente a una temperatura próxima a la temperatura ambiente, es decir, entre 20 y 30°C.

20 En cuanto a la presión absoluta en el reactor en el curso de la síntesis del ácido múcico según la presente invención, la presión absoluta será ventajosamente seleccionada entre 1,1 bares absolutos y 2,5 bares absolutos, y preferentemente entre 1,6 bares absolutos y 2,2 bares absolutos.

En el procedimiento de preparación del ácido múcico de la invención, el ozono puede generarse apropiadamente sobre el gas vector de oxígeno puro.

25 Preferiblemente, el ácido múcico obtenido en forma de cristales en el procedimiento de la presente invención es separado de la solución madre acuosa en el curso del tratamiento con ozono y/o después del tratamiento por medio de un decantador de tipo acelerado. Preferentemente, el ácido múcico obtenido en forma de cristales es lavado con agua pura de tipo potable. Ventajosamente, los cristales de ácido múcico lavados son luego sometidos a un secado con aire caliente seco.

30 En un modo ventajoso de realización de la presente invención, un procedimiento de síntesis mediante ozono del ácido múcico, pudiendo dicha síntesis efectuarse en una sola operación que conlleva dos fases distintas y que comprende las etapas constitutivas siguientes:

35 (a) Suministro de la solución madre de ácido galacturónico de pureza variable y cuyo título medio es preferentemente próximo al 12% (M/M) (es decir, 120 kg de ácido galacturónico por 1.000 kg de solución madre).

(b) Introducción de la solución madre de ácido galacturónico en el interior del procedimiento y validación de los niveles necesarios para el buen funcionamiento.

40 (c) Realización de la recirculación de la solución madre sobre la columna de equilibrio y en el reactor y/o simultáneamente sobre el decantador acelerado. Según esta disposición, se produce creación de dos bucles que funcionan en paralelo y que alimentan al reactor. Habiéndose establecido el o los bucles de recirculación, se procede a la realización simultánea de la introducción del gas ozonizado en el interior del reactor (primera fase de la síntesis mediante el ozono a gran concentración, concentración [O₃] comprendida entre 150 g.m⁻³ TPN y 220 g.m⁻³ TPN, preferiblemente en las proximidades de 160 a 170 g.m⁻³ TPN).

45 (d) Recirculación de la solución madre previamente ozonizada sobre el decantador para separar los cristales nativos formados; correlativamente, retirada del circuito de la columna de equilibrio y disminución de la concentración de ozono en el gas vector (segunda fase de la síntesis mediante el ozono a menor concentración, concentración [O₃] comprendida entre 90 y 120 g.m⁻³ TPN, preferiblemente en las proximidades de 100 a 110 g.m⁻³ TPN); recirculación en servicio entre el reactor y el decantador.

50 (e) Extracción de los cristales de ácido múcico y lavado de estos últimos en el dispositivo correspondiente.

(f) Extracción de los cristales de ácido múcico lavados e introducción de estos cristales en el dispositivo de secado.

(g) Extracción de los cristales de ácido múcico secados y admisión hacia el acondicionamiento final.

55 (h) Durante el conjunto de las operaciones de ozonización, se evacúa el ozono residual presente tras la reacción hacia una destrucción térmica del ozono residual o se transforma este último en dióxígeno antes de su emisión a la atmósfera.

Breve descripción de las figuras

60 Las figuras 1a, 1b y 1c representan el ácido poligalacturónico, el ácido galacturónico y el ácido múcico, respectivamente.

La figura 2 representa de manera esquemática un reactor de ozonización y su columna de equilibrio, así como el decantador acelerado, el dispositivo de lavado de los cristales y el dispositivo de secado de los cristales que convienen a la realización de la presente invención.

65 Las figuras 3 y 4 representan de manera esquemática modos ventajosos de realización de un procedimiento

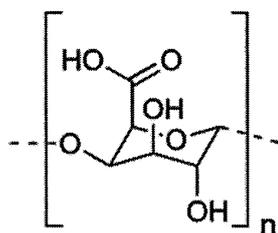
según la presente invención.

La figura 5 muestra la cinética de reacción completa de las dos fases constitutivas de un procedimiento de síntesis según la invención.

5 **Descripción detallada de la invención**

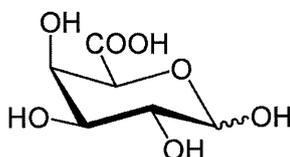
La presente invención se relaciona especialmente con la utilización del ozono y con un procedimiento de utilización de este gas reactivo con el fin de asegurar la síntesis del ácido múcico cristalizado a partir de una solución madre acuosa de ácido galacturónico. La solución madre acuosa de ácido galacturónico proviene generalmente de la degradación de ácidos poligalacturónicos procedentes de pectinas de origen vegetal. La solución madre acuosa de ácido galacturónico que se encuentra en el origen del nuevo método de síntesis del ácido múcico puede ser utilizada sin ser objeto de una purificación previa cualquiera antes de su utilización en el procedimiento de la invención.

Desde una perspectiva industrial más amplia, el producto que sirve de base para la fabricación del ácido múcico puede ser ventajosamente el ácido poligalacturónico:



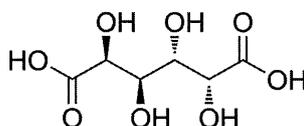
El ácido poligalacturónico procede de la degradación por hidrólisis (química o enzimática) de las pectinas de origen vegetal. Es, pues, típicamente un producto « de base biológica ».

A partir del ácido poligalacturónico, se fabrica habitualmente el ácido galacturónico, cuya representación figura a continuación, por escisión química o enzimática de las uniones entre unidades (uniones intermoleculares) del ácido poligalacturónico.



Como el ácido galacturónico procede de un producto reconocido « de base biológica » (ácido poligalacturónico), es, por lo tanto, a su vez un producto « de base biológica ».

En el marco de la presente invención, el ácido múcico:



35 puede ser sintetizado a partir del ácido galacturónico que contacta y reacciona con el ozono.

De manera ventajosa, se fabrica el ozono a partir de oxígeno líquido puro evaporado y por la acción de la electricidad utilizada en forma de descarga de tipo corona (Corona); el ozono es, pues, un producto puro que no altera la calidad de producto de base biológica del ácido múcico.

La solicitante ha puesto en evidencia que un tratamiento con ozono de una solución acuosa de ácido galacturónico, en condiciones que serán precisadas en los párrafos siguientes, permitía, en una sola operación unitaria, a su vez constituida por dos fases de ozonización, obtener cristales de ácido múcico de una gran pureza y con un rendimiento de transformación másica excelente - se puede observar un rendimiento de transformación entre el 71% y el 75% (M/M). Además, este nuevo procedimiento de fabricación conserva para el ácido múcico así sintetizado su calificación de producto de base biológica.

En comparación con los balances energéticos de las soluciones técnicas actuales, la invención de la solicitante presenta un balance energético muy interesante y muy inferior a los métodos electroquímicos y químicos. El consumo medio total de energía eléctrica puede establecerse en el marco de la presente invención entre 9,1

kWh.kg⁻¹ de ácido mónico y 10,4 kWh.kg⁻¹ de ácido mónico.

5 Esto se explica por el hecho de que el único reactivo utilizado es el ozono, por el hecho también de que no existe obligación de volver a tratar los cristales para su purificación y, finalmente, por el hecho de que no hay ninguna necesidad de tratar desprendimientos gaseosos o efluentes líquidos altamente contaminados.

10 El ozono utilizado para esta síntesis química es ventajosamente producido *in situ* a partir de oxígeno líquido de gran pureza, que presenta un punto de rocío del orden de -86°C. Tras evaporación de este oxígeno líquido y relajación hasta la presión requerida (2,5 bares), se admite el oxígeno gaseoso extremadamente seco en el generador de ozono, a la salida del cual se obtiene el gas vector « oxígeno », que soporta la cantidad de ozono seleccionada a la concentración seleccionada.

15 La solicitante ha puesto en evidencia que la síntesis del ácido mónico a partir del ácido galacturónico utilizando el reactivo gaseoso ozono se efectuaba mejor si se emplea una gran concentración de ozono en el gas vector « oxígeno ». De la misma manera, la solicitante ha puesto en evidencia que esta síntesis se efectúa preferentemente en dos fases, cada una de las cuales incluye, según un modo de realización óptimo, la utilización de una concentración de ozono diferente.

20 En la primera fase de la reacción, la concentración de ozono utilizada es preferentemente muy elevada, del orden de 150 a 220 g.m⁻³ TPN, y la duración de la primera fase de la reacción es preferentemente del orden de 60 a 100 minutos.

25 En el marco del modo de realización preferido del procedimiento de la invención en dos etapas, durante la primera fase de la reacción, se puede hacer circular la solución madre acuosa de ácido galacturónico en bucle cerrado en el reactor y la columna de equilibrio con la ayuda de bombas que aseguran la continuidad de los caudales. En el reactor propiamente dicho, la solución acuosa de ácido galacturónico recorre entonces el cuerpo del reactor en sentido descendente (« down flow »), mientras que el gas reactivo « ozono » introducido en la parte baja del reactor recorre este último a contracorriente de la solución acuosa de ácido galacturónico, en sentido ascendente (« up flow »).

30 La reacción de ozono con ácido galacturónico genera durante la primera fase de la reacción espumas de gran densidad, las cuales se expanden en la parte alta del reactor, donde se deja que su expansión sea libre. Este lecho de espuma no representa ningún inconveniente ni ningún freno a la reacción; es, por el contrario, una fase activa de la reacción al favorecer los intercambios entre el gas ozonizado y esta fase de espuma que presenta una superficie específica desarrollada extremadamente importante, y por ello una gran reactividad específica.

35 Al hilo de la reacción, el lecho de espuma disminuye de altura, y esta disminución puede verse favorecida por la recirculación de la solución madre de ácido galacturónico en el curso de la reacción y su reinyección en cabeza del reactor (parte alta del reactor). Al finalizar la primera fase de la reacción, el lecho de espuma no presenta ya entonces más que una altura del orden de 0,1 a 0,2 m por encima de la superficie líquida de la solución madre acuosa.

40 La circulación de la solución madre acuosa durante la reacción en la columna llamada « de equilibrio » puede hacerse de arriba a abajo sin introducción particular de ozono. La circulación de la solución madre acuosa en esta columna, así como su trasiego, pueden efectuarse por medio de bombas de circulación que aseguran la continuidad del caudal.

45 Según un modo preferido de una reacción con el ozono en dos fases, en la segunda fase de la reacción, la solicitante puso en evidencia que era interesante proseguir dicha reacción disminuyendo la concentración del ozono en el gas vector, concentración que se reduce de 150 a 220 g.m⁻³ TPN a 90 a 120 g.m⁻³ TPN.

50 La disminución de la concentración de ozono en el gas vector se justifica por la prosecución normal de la reacción sin trabajar con un exceso de reactivo (ozono), lo que corresponde a respetar con la mayor precisión la estequiometría de la reacción. La segunda fase de la reacción puede proseguir ventajosamente durante un tiempo del orden de 300 a 380 minutos.

Después de cambiar la concentración de ozono (segunda fase de la reacción), la reacción de transformación prosigue y se acelera la formación de las semillas de cristalización.

55 Las primeras semillas de cristalización (los primeros cristales nacientes) aparecen durante la primera fase de la reacción (es decir, cuando la reacción se produce a gran concentración de ozono, o sea, entre 150 y 220 g.m⁻³ TPN). Estos cristales nacientes aparecen en el soluto en el curso del tratamiento tras un tiempo de reacción de 50 a 60 minutos, medido tras el comienzo de la reacción, durante la primera fase.

60 Desde el cambio de la concentración de ozono, al inicio de la segunda fase de la reacción, los circuitos que

- aseguran la recirculación de la solución madre acuosa de ácido galacturónico pueden ser modificados de una manera muy simple (apertura y cierre de tres válvulas automáticas), de tal forma que la columna de equilibrio del reactor quede fuera del circuito y que el bucle de recirculación de la solución madre acuosa de ácido galacturónico se establezca desde el reactor hacia el decantador acelerado, en el cual quedarán retenidas y reforzadas las primicias de las semillas de cristalización y, posteriormente, los cristales formados. A la salida del decantador acelerado, se puede recircular la solución madre acuosa de ácido galacturónico con ayuda de bombas hacia la parte alta del reactor, donde se reintroduce para entrar en contacto con el ozono según el principio del bucle continuo antes descrito.
- 5
- 10 Durante la fase final de la reacción en un modo preferido del procedimiento según la invención en dos etapas, estando establecido el bucle de recirculación entre el reactor y el decantador, los cristales se forman en el interior del decantador y crecen allí nutriéndose de la solución madre acuosa de ácido galacturónico previamente ozonizada.
- 15 Cuando los cristales en el interior del decantador han alcanzado un tamaño crítico (del orden de 1,5 a 2,5 mm) que corresponde a una masa crítica, se decantan de forma natural en la zona de tranquilización y se concentran en la parte baja del cono del decantador, de donde pueden ser extraídos secuencialmente en función del tiempo y del nivel alcanzado por los cristales en el cono situado en la parte baja del decantador.
- 20 Durante la extracción, se pueden evacuar los cristales y una pequeña parte de la solución madre acuosa de ácido galacturónico hacia el dispositivo de lavado de los cristales, el cual tiene el objetivo de separar la pequeña parte de la solución madre acuosa de ácido galacturónico de los cristales, y estos cristales serán obtenidos sin trazas superficiales de solución madre.
- 25 El lavado de los cristales de ácido mícico formados y extraídos de la parte baja del decantador puede ser efectuado sin inconvenientes, entendiéndolo y conociendo el experto en la técnica que los cristales de ácido mícico son insolubles en agua a temperatura ambiente.
- 30 El dispositivo de lavado de los cristales de ácido mícico puede ventajosamente estar constituido por un recinto en el interior del cual se encuentra un tamiz de mallas finas, hecho de acero inoxidable. El tamiz puede tener una forma general de tipo trapezoidal que tiene, en la parte baja, un tornillo sinfín de escurrido y de extracción que permite la evacuación de los cristales lavados hacia el dispositivo de secado. El dispositivo de lavado puede llevar, en su parte superior, a la derecha de la llegada de los cristales, boquillas de pulverización alimentadas con agua de la red que aseguran el lavado de los cristales extraídos antes del escurrido y de la extracción por el tornillo sinfín instalado en la parte baja. Los cristales de ácido mícico lavados pueden ser extraídos por el tornillo sinfín de escurrido y de extracción hacia el dispositivo de secado. El dispositivo de secado puede llevar, en la parte alta, una llegada de cristales húmedos transportados por el tornillo sinfín de extracción. Los cristales pueden ser retenidos en el cuerpo del secador por un tamiz de acero inoxidable de mallas finas de forma trapezoidal que lleva, en la parte baja, un tornillo sinfín de extracción que permite extraer y dirigir los cristales de ácido mícico secados hacia su acondicionamiento. Se puede efectuar el secado a partir de aire atmosférico filtrado y luego calentado por una batería calefactora de resistencias eléctricas. El flujo de aire caliente puede recorrer el cuerpo del secador de abajo a arriba, y es entonces canalizado desde el dispositivo de calentamiento hasta el cuerpo de secado propiamente dicho por el tronco de pirámide inferior del cuerpo de secado y atraviesa la capa de cristales en espera de secado. Se puede acelerar el movimiento del aire caliente, en su fase de acceso, mediante un dispositivo constituido por un ventilador de gran depresión o mediante una turbomáquina capaz de crear, en el cuerpo del secador, una depresión de varios milímetros de columna de agua. Se puede instalar este ventilador o esta turbomáquina en la parte alta del recinto de secado y se evacúa el aire caliente húmedo a la atmósfera.
- 35
- 40
- 45
- 50 Se deja el control del secado ventajosamente bajo la dependencia y el control del factor tiempo; una medida del punto de rocío del aire de secado en la parte alta del secador da una indicación útil del grado de secado y permite un enfoque cuantificado de esta operación.
- 55 Una vez secados los cristales de ácido mícico, pueden ser evacuados del recinto de secado y dirigidos hacia el acondicionamiento final (embalaje) con ayuda de un dispositivo de tornillo sinfín situado en la parte baja de la zona trapezoidal de retención de los cristales en el secador.
- 60 En un modo ventajoso de realización de la invención, se lleva a cabo el tratamiento de la solución madre acuosa de ácido galacturónico tratada con ozono según un procedimiento descrito por las figuras 3 (diagrama de las operaciones) y 4 (esquema del bloque del procedimiento) y con los medios generales y de detalle del procedimiento descritos en la figura 2.
- 65 Las referencias llevadas al esquema general de procedimiento de la figura 2, que da un ejemplo no limitativo del procedimiento que conviene para la realización de la presente invención; estas referencias tienen las identidades siguientes:
- 65 - 1 desvesiculador

ES 2 584 156 T3

- 2 orificio de extracción del ozono residual
- 3 rompedor de vacío
- 4 retorno de la recirculación de la solución madre de ácido galacturónico en bucle y dispositivo de introducción y de reparto de esta solución en el reactor
- 5 - 5 camisa de agua (« water jacket »)
- 6 medida de pH
- 7 ventanilla de visualización de la reacción
- 8 toma de muestra
- 9 vaciado del reactor
- 10 - 10 válvula de extracción de la solución madre de ácido galacturónico ozonizado hacia el bucle de recirculación
- 11 bomba de recirculación
- 12 válvula de corte del bucle de recirculación
- 13 válvula de corte de la entrada de oxígeno ozonizado
- 14 medida de temperatura del medio de reacción
- 15 - 15 lira de escape de la alimentación con oxígeno ozonizado
- 16 llegada de oxígeno ozonizado
- 17 medida de caudal de oxígeno ozonizado
- 18 medida de temperatura
- 19 medida de presión
- 20 - 20 salida del fluido de refrigeración de la water jacket
- 21 válvula de seguridad
- 22 dispositivo de condensación de los volátiles procedentes de la reacción
- 23 dispositivo de condensación de los volátiles procedentes de la reacción
- 24 destrucción del ozono residual en exceso
- 25 - 25 emisión a la atmósfera
- 26 medida de caudal en bucle de recirculación
- 27 medida de presión en bucle de recirculación
- 28 válvula automática de corte del circuito del bucle de recirculación
- 29 válvula automática de corte a la entrada de la columna de equilibrio
- 30 - 30 rompedor de vacío de la columna de equilibrio
- 31 dispositivo de reparto de la solución madre de ácido galacturónico en la columna de equilibrio
- 32 columna de equilibrio
- 33 válvula de vaciado de la columna de equilibrio
- 34 válvula de corte del bucle de recirculación entre la columna de equilibrio y el decantador acelerado
- 35 - 35 bomba de recirculación
- 36 válvula de corte
- 37 válvula automática de corte en bucle de recirculación tras la columna de equilibrio
- 38 medida de caudal en el bucle de recirculación
- 39 medida de presión en el bucle de recirculación
- 40 - 40 válvula automática de corte del bucle de recirculación
- 41 válvula automática de corte del retorno del decantador acelerado
- 42 válvula automática de corte a la entrada del decantador para establecer el bucle de recirculación en el decantador
- 43 medida de caudal de recirculación en el decantador
- 45 - 44 rompedor de vacío en el decantador
- 45 salida de ozono residual hacia la destrucción
- 46 salida de fluido de la water jacket
- 47 water jacket del decantador acelerado
- 48 medida de temperatura en el decantador
- 50 - 49 entrada de fluido en la water jacket
- 50 entrada de solución madre de ácido galacturónico en recirculación en el decantador
- 51 válvula automática de extracción de los cristales de ácido múxico
- 52 válvula automática de corte del fluido de aclarado
- 53 llegada de fluido de aclarado
- 55 - 54 válvula de corte de la salida del decantador
- 55 válvula de corte del circuito de recirculación del decantador
- 56 bomba de recirculación del circuito decantador/reactor
- 57 válvula de corte de la bomba de recirculación
- 58 medida de caudal del bucle de recirculación decantador/reactor
- 60 - 59 medida de presión
- 60 llegadas de agua de lavado de los cristales de ácido múxico y pulverización
- 61 cuerpo del lavador de cristales
- 62 masa de cristales en curso de lavado
- 63 motor de arrastre del tornillo de extracción de los cristales lavados
- 65 - 64 tornillo de extracción

- 65 válvula automática de vaciado del agua de lavado
- 66 evacuación del agua de lavado
- 67 cuerpo del secador de cristales
- 68 masa de cristales en curso de secado
- 5 - 69 motor de arrastre del tornillo de extracción de cristales secados
- 70 tornillo de extracción de los cristales secados
- 71 tronco de pirámide de difusión de aire seco y caliente
- 72 cuerpo de calentamiento del aire de secado
- 73 filtro de aire de secado
- 10 - 74 entrada de aire de secado
- 75 máquina de aspiración del aire de secado
- 76 salida de cristales hacia el acondicionamiento
- 77 bandeja de recogida de la solución madre de ácido galacturónico para recirculación hacia el reactor
- 78 salida de los condensables
- 15 - 79 salida de los condensables
- 80 dispositivos de inyección de gas ozonizado en el reactor
- 81 entrada de fluido de refrigeración en la water jacket
- 82 entrada de fluido de refrigeración en el condensador de los volátiles
- 83 entrada de fluido de refrigeración en el condensador de los volátiles
- 20 - 84 salida de fluido de refrigeración en el condensador de los volátiles
- 85 salida de fluido de refrigeración en el condensador de los volátiles
- 86 dispositivo rompe vacío en la parte alta de la lira de escape
- 87 dispositivo de medida de la concentración de ozono en el gas vector en la entrada del procedimiento
- 88 dispositivo de medida de la concentración de ozono residual en la salida del reactor
- 25 - 89 dispositivo de medida del punto de rocío del aire caliente en la salida del secador de cristales
- 90 medida de temperatura del aire de secado de los cristales
- 91 bomba de llenado del procedimiento
- 92 orificio de llenado del procedimiento
- 93 válvula de corte
- 30 - D diámetro de la parte baja del reactor
- d diámetro de la parte alta del reactor (zona de expansión de las espumas)
- H altura de la columna de expansión
- h altura de la parte baja del reactor
- d1 diámetro de la columna de equilibrio
- 35 - H1 altura de la columna de equilibrio
- D2 diámetro del decantador
- H2 altura cilíndrica del decantador

40 El inicio de la operación de síntesis del ácido místico a partir del ácido galacturónico comienza apropiadamente mediante el llenado de la instalación a los niveles requeridos. Se llenan los tres dispositivos principales, el reactor, la columna de equilibrio y el decantador acelerado, apropiadamente de solución acuosa de ácido galacturónico por medio del orificio de llenado (92). Se puede utilizar una bomba (91) con el fin de propulsar la solución de ácido galacturónico en el conjunto de los tres elementos y de establecer los niveles de funcionamiento requeridos. Para
45 ajustar finamente los niveles de llenado, es posible jugar con los caudales de la bomba (11), de la bomba (35) y de la bomba (56).

Ventajosamente, una vez validados los caudales requeridos en los tres dispositivos principales, puede arrancar el procedimiento de ozonización.

50 Teniendo en cuenta las concentraciones de ozono en el gas vector preferibles para la síntesis del ácido místico (de 150 a 220 g.m⁻³ TPN) durante la primera fase y (de 90 a 120 g.m⁻³ TPN) durante la segunda fase, el gas vector preferido para la generación del ozono es oxígeno puro y seco procedente de la evaporación de oxígeno líquido. Es, en efecto, difícil de alcanzar las concentraciones antes citadas con otro gas vector.

55 El gas vector oxígeno que soporta el ozono a gran concentración puede ser introducido en el reactor por medio de la llegada (16) y el caudal controlado por el dispositivo de medida de caudal (17). La concentración de ozono en el gas vector puede ser medida por el analizador (87). Antes de su introducción en el reactor, el gas ozonizado recorre ventajosamente la lira de escape (15), efectuándose la introducción propiamente dicha en el reactor por la válvula de corte (13), que alimenta el dispositivo interno de difusión (de burbujeo) (80). El dispositivo de burbujeo está
60 ventajosamente constituido por discos porosos montados sobre soportes capaces de crear burbujas de un tamaño comprendido entre 2 y 4 mm. El gas ozonizado transformado en burbujas atraviesa la masa de solución de ácido galacturónico en el curso de la reacción. Desde el establecimiento del flujo de gas ozonizado, desde que las burbujas atraviesan la solución de ácido galacturónico, se crean en la interfaz líquida espumas densas que se expanden en la parte alta del reactor, es decir, en la parte materializada por el diámetro (d) y la altura libre (H). Estas
65 espumas densas constituyen un sistema de reacción complejo que participa activamente en la consecución de la

cinética de reacción de transformación del ácido galacturónico en ácido múxico. En efecto, las espumas presentan una superficie específica desarrollada extremadamente importante, que favorece el intercambio y la transferencia gaseosa entre el gas ozonizado a muy alta concentración y la fase líquida de ácido galacturónico.

5 Como se ha dicho anteriormente, en el curso de la síntesis del ácido múxico según la presente invención, la presión absoluta será ventajosamente seleccionada entre 1,1 bares absolutos y 2,5 bares absolutos, y preferentemente entre 1,6 bares absolutos y 2,2 bares absolutos. Los efectos de la presión en el reactor pueden especialmente incluir: una mejor transferencia del ozono de la fase gaseosa a la fase líquida disminuyendo la resistencia de transferencia en la interfaz gas/líquido y una mejor alimentación con ozono del medio de reacción. La reacción del
10 lado líquido es una reacción semirrápida que no consume instantáneamente el ozono transferido, y es, por lo tanto, deseable romper la tendencia al equilibrio en la interfaz y forzar la transferencia en el sentido gas/líquido y así alimentar permanentemente el fenómeno de difusividad del lado líquido. Además, la presión de aplicación en el reactor puede mejorar marcadamente la transferencia del ozono en la fase de espuma, que es una fase muy activa con una superficie específica de reacción extremadamente desarrollada, y por ello muy activa en la síntesis.

15 Durante la fase de ozonización de la solución de ácido galacturónico, esta última recircula entre el reactor y la columna de equilibrio por medio de la bomba (11), luego de la columna de equilibrio hacia el reactor, o de la columna de equilibrio hacia el decantador acelerado, o de la columna de equilibrio hacia el reactor, y del decantador acelerado hacia el reactor. Las dos recirculaciones constituyen bucles de recirculación paralelos, que son utilizados por medio de la bomba (35) y de la medida de caudal (38) para lo que es el bucle corto (salida columna de equilibrio - reactor) y por medio de la bomba (35) y de la medida de caudal (43), así como de la bomba (56), para lo que es el bucle largo (salida columna de equilibrio - decantador acelerado).

20 En el caso de la utilización del bucle corto, salida de la columna de equilibrio - reactor, la totalidad del caudal de recirculación generado por la bomba (35) pasa a través de la medida de caudal (38) y por medio de las válvulas automáticas (37 y 40) y se une a la parte alta del reactor, donde la solución de ácido galacturónico en curso de tratamiento es admitida en el reactor por el dispositivo (4).

25 En el caso de la utilización del bucle corto y del bucle largo en paralelo, el caudal que sale de la columna de equilibrio es propulsado por la bomba (35) y parcializado en el circuito corto, cuyo caudal es medido por el dispositivo (38), y en el circuito largo, cuyo caudal es medido por el dispositivo (43). El equilibrio entre los dos caudales (bucle corto y bucle largo) está regulado por las medidas de caudal (38 y 43).

30 En el bucle largo a la salida del decantador acelerado se encuentra la bomba (56) y el dispositivo de medida de caudal (58), que permiten el retorno de la solución acuosa de ácido galacturónico en curso de tratamiento hacia el dispositivo de reintroducción en el reactor (4).

35 En el caso de la utilización del bucle largo exclusivamente, es decir, durante la fase en que los cristales de ácido múxico se decantan en el decantador acelerado, el bucle corto a la salida de la columna de equilibrio es neutralizado (válvulas 37 y 40 cerradas), y el caudal de la solución de ácido galacturónico propulsada por la bomba (35) se une a la entrada del decantador acelerado (50) por medio de la válvula automática de corte (42) y el dispositivo de medida de caudal (43). A la salida de la bandeja de recogida superior del decantador acelerado (77), la solución de ácido galacturónico en curso de tratamiento es recogida y acelerada por la bomba (56), cuyo caudal es medido por el dispositivo (58) y dirigido a través de la válvula automática (41) hacia el dispositivo de introducción en el reactor (4).

40 En la parte superior del reactor, el gas vector oxígeno más el ozono residual son evacuados hacia un dispositivo de destrucción térmica del ozono residual en exceso (24) antes de la emisión a la atmósfera por el dispositivo (25).

45 En este modo de realización preferido descrito en la Figura 2, a la salida inmediata del reactor, sobre su parte superior, se encuentra montado un dispositivo desvesiculador (1), capaz de separar las finas gotitas transportadas por el gas vector. Las finas gotitas coalescidas regresan al reactor, aunque el gas vector atraviesa el dispositivo de medida de concentración (88), midiendo la concentración de ozono residual tras la reacción. El gas vector prosigue su camino hacia la destrucción de ozono (24) atravesando dos dispositivos de condensación de los volátiles montados en serie (22 y 23). Estos dispositivos son alimentados con agua helada por medio de las entradas y salidas referenciadas (82, 83, 84 y 85).

50 La parte superior del reactor lleva los dispositivos siguientes:

- Una válvula de seguridad tarada (21) destinada a evitar cualquier sobrepresión en el reactor.
- Un dispositivo rompe vacío (3) destinado a permitir un fácil vaciado del reactor.

55 El cuerpo del reactor propiamente dicho lleva ventajosamente medidas de temperatura y de presión (18 y 19, respectivamente). El cuerpo cilíndrico inferior del reactor, así como el cuerpo cilíndrico superior del reactor, están ventajosamente provistos de un dispositivo de termostatación constituido por una water jacket alimentada por las entradas (81) y la salida (20). La parte inferior del reactor (vértice de la parte cónica) está ventajosamente provista de un dispositivo de vaciado (9). Un dispositivo (8) permite la recogida de muestras de la solución en reacción. En un

modo de realización, la columna de equilibrio (32) está principalmente constituida por un cuerpo cilíndrico provisto en la parte superior de un fondo abombado equipado con un dispositivo rompe vacío (30). Un dispositivo (31) puede permitir la introducción en la parte superior de la solución de ácido galacturónico en reacción que recorre la columna de equilibrio de arriba a abajo, es decir, en « down flow ». La parte inferior de la columna de equilibrio puede estar provista de un cono que lleva en su vértice un dispositivo de vaciado (33), así como una salida de soluto en recirculación (34).

En este modo de realización preferido descrito en la Figura 2, el decantador acelerado destinado a favorecer la cristalización del ácido múcico, la concentración de los cristales y su evacuación hacia el dispositivo de lavado, está ventajosamente constituido por un cuerpo cilíndrico cerrado en la parte superior por un fondo plano provisto de un dispositivo (45) de evacuación de ozono residual hacia la destrucción. Este mismo fondo plano está provisto de un dispositivo rompe vacío (44). El cuerpo cilíndrico del decantador acelerado en este modo de realización lleva un dispositivo de termostatación constituido por una water jacket (47) alimentada por la entrada (49) y la salida (46). Un dispositivo de medida de la temperatura (48) permite el control de la temperatura interna del decantador. La parte baja del decantador está cerrada por un fondo cónico destinado a la recirculación, a la concentración y al almacenamiento de los cristales formados y nutridos durante la fase de decantación. El vértice del cono está provisto de una válvula automática de extracción de los cristales (51), así como de un dispositivo de limpieza con agua clara constituido por una llegada de agua clara (53) y por una válvula automática (52). En el interior del decantador acelerado se encuentra una chimenea de forma cilindrocónica que permite la mezcla íntima del soluto en reacción y de las semillas de cristalización nacientes contenidas en la parte baja del cono. Esta mezcla refluye bajo la presión hidrodinámica proporcionada por la bomba (35) hacia el vértice del decantador, donde el flujo se estabiliza antes de volver a descender a la camisa que canaliza la mezcla hacia la parte baja del decantador; aparte del hecho de que canaliza la mezcla soluto- semillas de cristalización, esta camisa tiene el fin de separar físicamente la zona de descenso de la zona de reascenso, llamada zona de decantación. Esta zona de reascenso es la zona anular comprendida entre el cuerpo exterior cilíndrico del decantador acelerado y la parte exterior de la camisa de canalización de la mezcla. En esta zona de tranquilización, el flujo de soluto se separa de manera continua de los cristales en formación que caen hacia la parte baja del decantador.

En este modo de realización preferido descrito en la Figura 2, en la parte superior de la zona de decantación se encuentra una bandeja de recogida (77) que recoge el soluto libre de cristales y lo dirige hacia la bomba de recirculación (56). A la salida de la válvula automática (51) cuyo funcionamiento es cíclico y regulable, se evacúan los cristales concentrados en la parte baja del cono del decantador acelerado hacia un dispositivo de lavado (61) provisto de llegadas múltiples de agua de lavado (60). Los cristales pueden ser almacenados en una parte trapezoidal del dispositivo (62) y evacuados por un tornillo sinfín (64) motorizado (63). El agua de lavado de los cristales de ácido múcico puede ser recogida en la parte baja del dispositivo de lavado en una zona piramidal, de la que se evacúa en la parte baja por una válvula automática (65) y una canalización (66). A la salida del tornillo sinfín (64), los cristales de ácido múcico sintetizados pueden ser admitidos en un dispositivo de secado (67) de forma trapezoidal, donde son almacenados (68) y el lecho de cristales es recorrido de abajo a arriba por un flujo de aire caliente canalizado por la parte piramidal (71). El aire caliente puede ser generado a partir de un dispositivo de calentamiento (72) provisto de resistencias eléctricas tras haber sido filtrado por un dispositivo fino de filtración (73), donde es canalizado por el dispositivo de entrada (74). La temperatura del aire caliente puede ser medida por un dispositivo de medida de temperatura (90) situado sobre la parte piramidal de canalización del aire caliente. El movimiento del aire caliente puede ser acelerado por un dispositivo (75), que puede ser indistintamente un ventilador de gran depresión o una turbomáquina capaz de crear una depresión de varios milímetros de columna de agua.

El secado de los cristales de ácido múcico sintetizados está bajo la dependencia de dos parámetros, que son, respectivamente, la temperatura (90) y el punto de rocío (89). Una vez secados, los cristales pueden ser evacuados por el tornillo sinfín (70) llevado por el motor (69). A la salida del tornillo sinfín (76), los cristales secos de ácido múcico sintetizados están disponibles para su acondicionamiento.

Resultados obtenidos

Se presenta el conjunto de las condiciones operativas preferidas identificadas y de los resultados obtenidos en la tabla I siguiente.

Tabla I

Síntesis de las condiciones operativas y de los resultados obtenidos	
Categorías	Valores
Concentración de ácido galacturónico de la solución madre (C_M)	$C_M \geq 120 \text{ g.L}^{-1}$
Número de operaciones químicas de la síntesis	1
Número de fases encadenadas de la síntesis	2
Número de operaciones encadenadas de la síntesis	4
Gas vector utilizado/pureza	O ₂ /99%

Concentración de ozono (fase 1) (C_1)	$C_1 = 160 / 170 \text{ g.m}^{-3}$ TPN
Concentración de ozono (fase 2) (C_2)	$C_2 = 100 / 110 \text{ g.m}^{-3}$ TPN
Tiempo de reacción (fase 1) (T_1)	$50 \text{ min} < T_1 < 60 \text{ min}$
Tiempo de reacción (fase 2) (T_2)	$300 \text{ min} < T_2 < 380 \text{ min}$
Tiempo de reacción total (T_T)	$T_T = 420 \text{ min}$
Temperatura de la reacción (t)	$20^\circ\text{C} < t < 30^\circ\text{C}$
Rendimiento de la reacción química de transformación (ácido múxico formado y cristalizado) (η)	$71\%(\text{M/M}) < \eta < 75\%(\text{M/M})$
Pureza del ácido múxico cristalizado (P)	$P > 99\%$
Energía total consumida para la síntesis del ácido múxico cristalizado (E)	$9,1 \text{ kWh.kg}^{-1} < E < 10,4 \text{ kWh.kg}^{-1}$

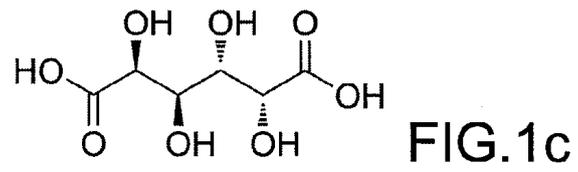
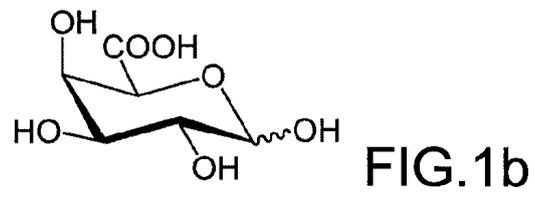
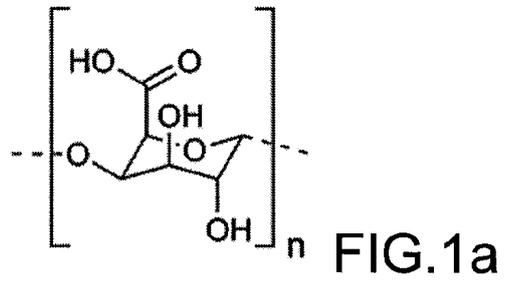
- 5 La lectura de la tabla I anterior muestra la calidad del descubrimiento realizado por la solicitante. En comparación con las técnicas clásicamente empleadas [procedimiento químico basado en la utilización del ácido nítrico o procedimiento electroquímico con electrodo de grafito o procedimiento electroquímico con intermediario de reacción (bromo)], el procedimiento descubierto por la solicitante (síntesis de ácido múxico por ozonización) no presenta ningún desprendimiento gaseoso (es decir, vapores nitrosos para la solución química, CO o CO₂ para las soluciones electroquímicas), no consume electrodos de grafito, no necesita la repurificación de los cristales obtenidos y no necesita el tratamiento de gases nocivos antes de su emisión a la atmósfera.
- 10 La energía total consumida por la síntesis para llegar a la producción de cristales de ácido múxico de alta pureza no necesita más que de 9,1 a 10,4 kWh.kg⁻¹, en comparación con los 30 a 40 kWh.kg⁻¹ necesarios para la síntesis por vía electroquímica, por ejemplo.
- 15 Finalmente, esta nueva ruta de síntesis del ácido múxico es una ruta limpia y sencilla, respetuosa con el medio ambiente y que aprovecha materias primas de base totalmente biológica.

Parámetros preferidos de la invención

- 20 En general, se ha observado y constatado que los parámetros siguientes dan lugar a resultados óptimos en términos de transformación del ácido galacturónico en ácido múxico cristalizado:
- La razón característica entre la altura (h) de la parte baja del reactor y el diámetro (D) de esta misma parte estará ventajosamente comprendida entre 1 y 1,7 D.
 - La razón característica de la altura del cono de unión de la parte baja de diámetro (D) a la parte alta de diámetro (d) estará ventajosamente comprendida entre 0,3 y 0,7 D.
 - La razón característica de la altura de la columna superior del reactor (H) al diámetro de esta misma columna (d) estará ventajosamente comprendida entre 4 y 6 d.
 - La razón característica entre el diámetro de la parte baja del reactor (D) y la altura total de la columna (H+h) estará ventajosamente comprendida entre 3 y 5 D.
 - 30 - La altura del cono bajo que cierra la parte baja del reactor de diámetro (D) estará ventajosamente comprendida entre 0,5 y 1 D.
 - La razón característica de la altura (H1) de la columna de equilibrio con respecto a su diámetro (d1) estará ventajosamente comprendida entre 12 y 17 d1.
 - La razón característica de la altura (H2) de la parte cilíndrica del decantador acelerado con respecto a su diámetro (D2) estará ventajosamente comprendida entre 2,4 y 3,0 D2.
 - 35 - La razón característica del diámetro de la camisa interna del decantador acelerado con respecto al diámetro (D2) del mismo decantador acelerado estará ventajosamente comprendida entre 0,3 y 0,7 D2.
 - El interior del reactor, el interior de la columna de equilibrio y el interior del decantador acelerado pueden estar ventajosamente provistos de dispositivos de lavado constituidos por boquillas o bolas de lavado conocidas por el experto en la técnica y alimentadas con agua a presión (53).
 - 40

REIVINDICACIONES

- 5 1. Utilización del ozono para la síntesis del ácido mÚcico a partir de mono-, oligo- y/o polisacÁridos que tienen unidades de galactosa o de ácido galacturÓnico.
- 10 2. Utilización segÚn la reivindicación 1, segÚn la cual el producto de partida incluye al menos seleccionados entre el grupo constituido por: el ácido galacturÓnico; una solución de galactosa pura o con impurezas de tipo lactosa, dulcitas o quercitas, así como diversos productos de condensación o de polimerización, que pueden presentarse en forma de gomas; polisacÁridos y/u oligosacÁridos que contienen unidades de galactosa y/o de ácido galacturÓnico.
- 15 3. Utilización segÚn la reivindicación 1 ó 2, segÚn la cual el producto de partida estÁ presente en forma de solución madre acuosa.
4. Utilización segÚn la reivindicación 3, segÚn la cual el producto de partida es una solución madre acuosa de ácido galacturÓnico.
- 20 5. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico consistente en las etapas siguientes:
- (a) provisión de una solución madre acuosa de ácido galacturÓnico;
- (b) contacto de la solución madre acuosa de ácido galacturÓnico provista en la etapa (a) con ozono gaseoso a una concentración comprendida entre 150 y 220 g.m⁻³ TPN durante un tiempo de al menos 50 minutos;
- (c) separación del ácido mÚcico formado en la etapa (b).
- 25 6. Procedimiento segÚn la reivindicación 5, segÚn el cual la concentración de ácido galacturÓnico en la solución madre acuosa provista en la etapa (a) es de al menos un 8% en masa de ácido galacturÓnico, o sea, 80 kg de ácido galacturÓnico por 1.000 kg de solución madre.
- 30 7. Procedimiento segÚn la reivindicación 6, segÚn el cual la duración de la etapa (b), el contacto con ozono, es de a lo sumo 60 minutos.
- 35 8. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, segÚn el cual, posteriormente a la etapa (b), se realiza una segunda fase de contacto de la solución de reacción con el ozono a una concentración comprendida entre 90 y 120 g.m⁻³ TPN durante un tiempo comprendido entre 300 y 380 minutos, preferiblemente entre 320 y 360 minutos.
- 40 9. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el cual no se utiliza ningún solvente orgÁnico.
10. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en el cual no se utiliza ningún catalizador homogéneo o heterogéneo durante las diferentes fases de la reacción.
- 45 11. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 10, en el cual el ozono se genera sobre el gas vector oxÍgeno puro.
- 50 12. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11, en el cual se separa el ácido mÚcico obtenido en forma de cristales de la solución madre acuosa en el curso del tratamiento con el ozono y/o después del tratamiento, por medio de un decantador de tipo acelerado.
13. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn una cualquiera de las reivindicación 5 a 12, en el cual se lava el ácido mÚcico obtenido en forma de cristales con agua pura de tipo potable.
14. Procedimiento de preparación del ácido mÚcico segÚn la reivindicación 13, en el cual los cristales de ácido mÚcico lavados son sometidos luego a un secado con aire caliente seco.



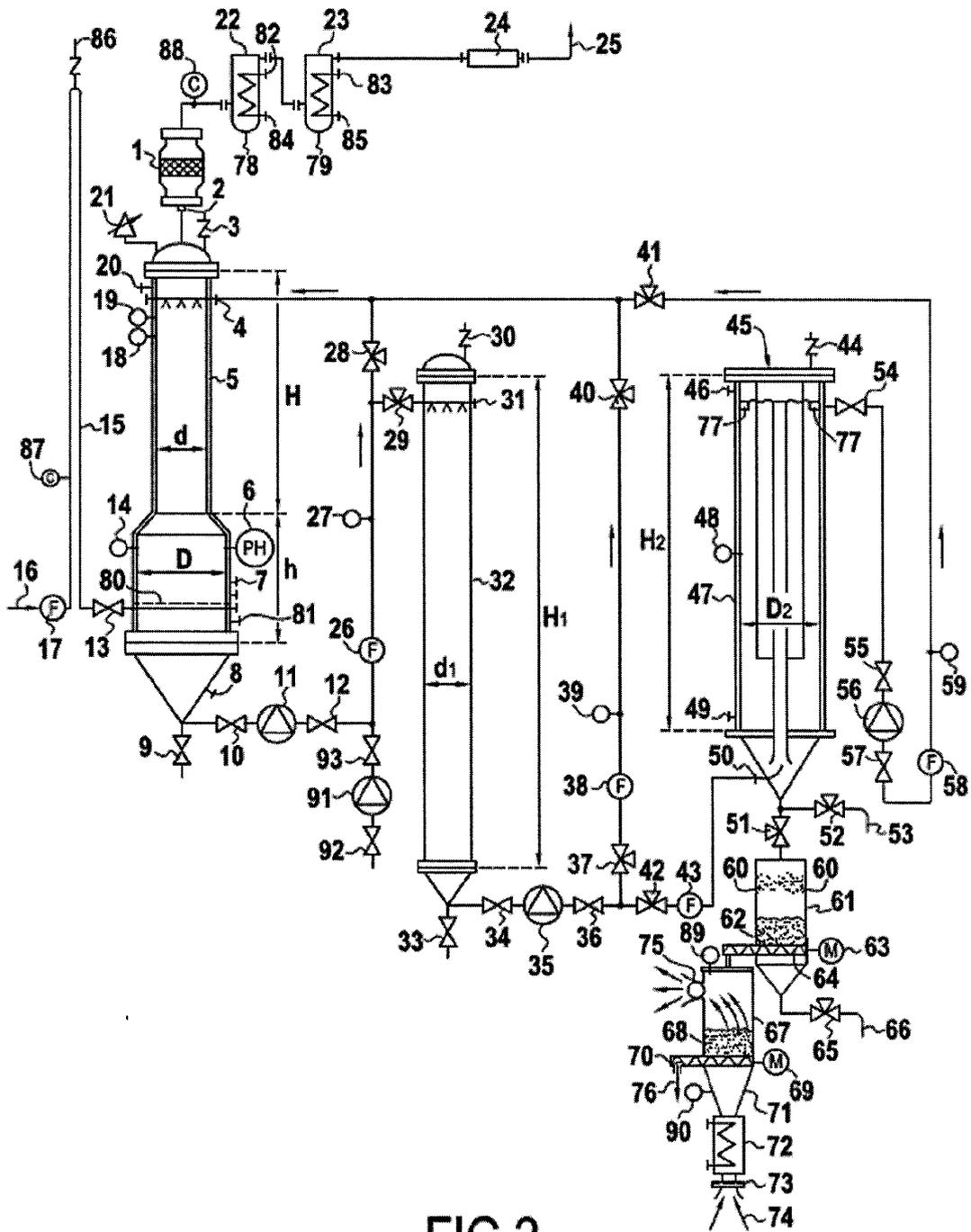


FIG.2

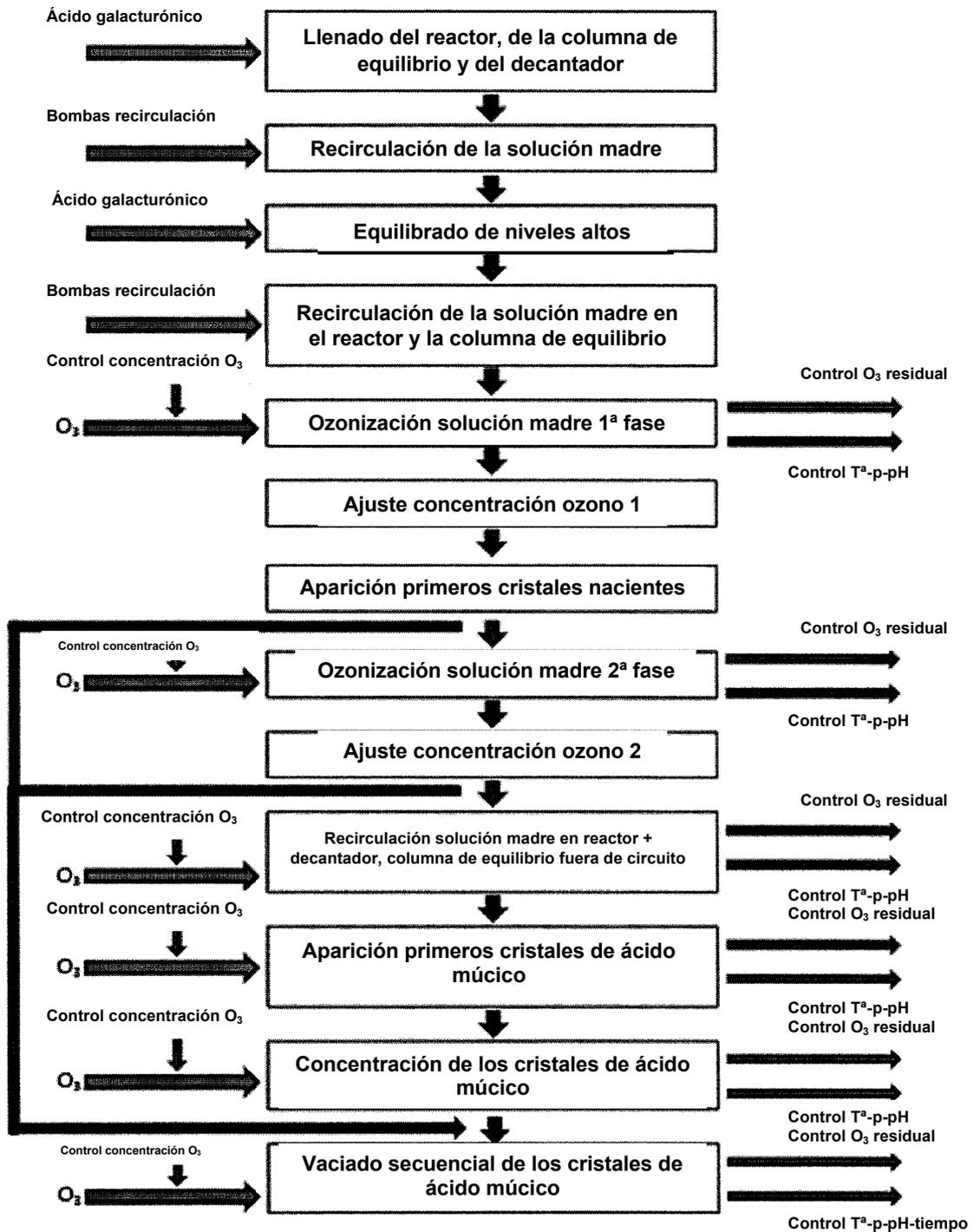


FIG. 3a - Diagrama de las operaciones

FIG. 3b - Diagrama de las operaciones (continuación)

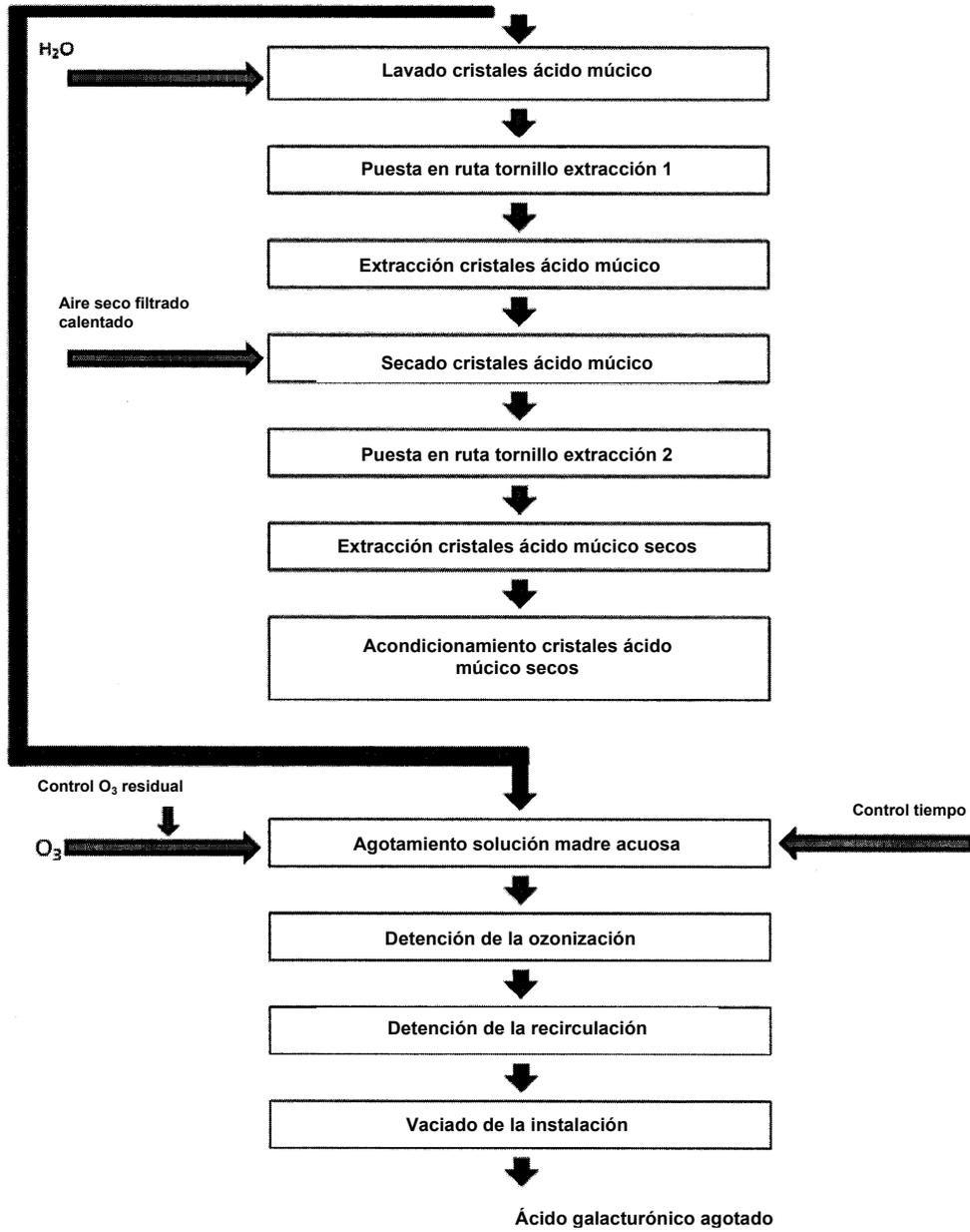
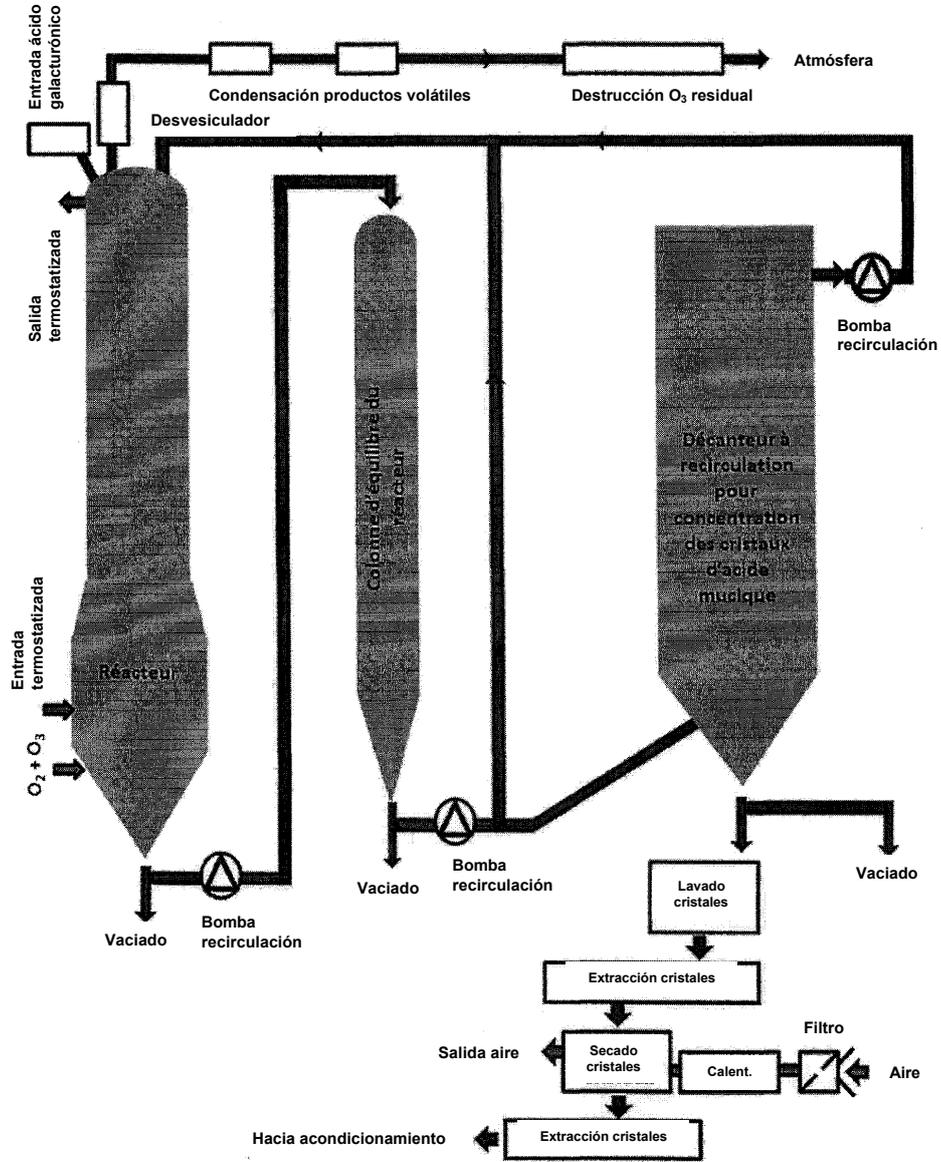


FIG. 4 - Esquema del bloque del procedimiento



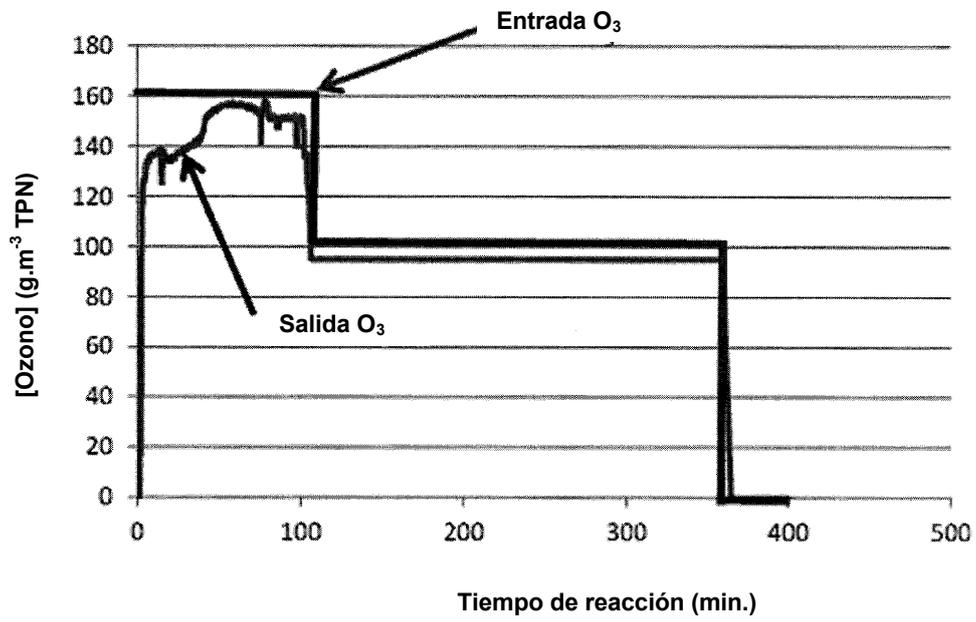


FIG. 5