

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 714 687**

51 Int. Cl.:

B02C 19/18 (2006.01)

B02C 23/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.03.2011** **E 11159022 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018** **EP 2368638**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la molienda en frío**

30 Prioridad:

24.03.2010 DE 102010012448

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

29.05.2019

73 Titular/es:

**MESSER GROUP GMBH (100.0%)
Messer-Platz 1
65812 Bad Soden, DE**

72 Inventor/es:

**DIETRICH, OLIVER y
BÖCKLER, THOMAS**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 714 687 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para la molienda en frío

5 La invención se refiere a un procedimiento para la molienda en frío, en el que un material cargado se muele en una instalación de molienda y se enfría antes o durante el proceso de molienda con un refrigerante criógeno líquido.

10 Como productos, cuya trituración resulta especialmente complicada, se consideran materiales con características elásticas como las del caucho, viscoelásticas o plásticas y/o materiales que, por diversas razones presentan una alta tendencia a la aglomeración de las partículas molidas, como plásticos técnicos, ceras, productos farmacéuticos o determinadas materias naturales. Dado que las características mencionadas impiden una trituración fiable, estos
15 materiales se resquebrajan en la así llamada molienda en frío antes del proceso de molienda, por ejemplo en un enfriador de tornillo de vórtice y se aportan a continuación, de forma dosificada, al molino. El problema es que durante el proceso de molienda se introduce una cantidad considerable de calor en el material de molienda frío. Esto se nota tanto más, cuanto menor sea el tamaño de las partículas. Y es que, cuanto más pequeñas sean las partículas, tanto mayor es el consumo energético específico de masa necesario para la molienda. Por debajo de un
20 tamaño de partícula dependiente del material de pocos micrómetros, las partículas molidas tienden a juntarse en nuevos aglomerados. Las altas temperaturas que se producen al moler pueden dar lugar a una aglutinación de las partículas con la consecuencia de que los aglomerados presentan una estabilidad comparable a la del material cargado original. Por lo tanto, en el documento DE 2 516 764 A1 se describe un enfriamiento del material de molienda en el que el material a moler se somete incluso en el propio molino a una corriente de gas frío, especialmente a una corriente de gas de nitrógeno frío. Sin embargo, el problema de estos procedimientos de refrigeración, que trabajan con gas como refrigerante, consiste en que entre el material cargado y el refrigerante gaseoso sólo se produce una transmisión de calor muy mala, por lo que se tiene que proporcionar una gran cantidad de refrigerante gaseoso.

25 Un enfriamiento del material cargado mucho más ventajoso con vistas a la conducción térmica se consigue por medio de un refrigerante criógeno disponible en estado líquido. Un procedimiento como éste, en el que se emplea especialmente nitrógeno líquido como refrigerante, se conoce, por ejemplo, por el documento DE 10 2007 051 548 A1. La transmisión térmica es tan buena que dentro de las partículas del material cargado se produce una diferencia de temperatura grande entre la superficie exterior rápidamente enfriada y el núcleo aún caliente, que a su vez favorece la trituración de las partículas. Por esta razón, este procedimiento resulta especialmente apropiado para
30 conseguir en la molienda de materiales plásticos, viscoelásticos y elásticos como el caucho, sin problemas, tamaños de grano por debajo de los 10 µm, en especial por debajo de 1 a 3 µm, siendo posible prescindir de la adición de aditivos (sustancias previstas para impedir una reaglomeración de las partículas molidas a continuación del proceso de molienda). No obstante, el problema es que por los conductos de alimentación correspondientes se conduce refrigerante licuado ultracongelados a temperatura de ebullición. Como consecuencia, parte del refrigerante ya se
35 evapora a causa de la inevitable aportación de calor a través de las paredes de los conductos de alimentación durante la conducción del material a la instalación de molienda, influyendo negativamente en el efecto de refrigeración. Especialmente cuando la aportación del refrigerante se regula por medio de una válvula, que en el marco de la regulación durante cierto tiempo impide por completo la aportación de refrigerante, se forma aguas arriba de la válvula una burbuja de gas en el conducto de alimentación, que incluso después de abrir totalmente la
40 válvula provoca durante cierto tiempo una refrigeración insuficiente del material cargado. Debido al desconocimiento del tamaño real de la burbuja de gas, es posible que se produzca un rebasamiento del circuito de regulación hasta llegar a una realimentación positiva, lo que imposibilita del todo una regulación del sistema.

45 El objetivo de la presente invención consiste, por lo tanto, en crear un procedimiento para la molienda en frío de material a moler con ayuda de un refrigerante criógeno licuado, que permita una regulación fiable de la refrigeración y que además resulte económico y eficiente.

Esta tarea se resuelve con un procedimiento del tipo inicialmente indicado, en el que el refrigerante criógeno se sobreenfría, antes de su aportación a la instalación de molienda, a una temperatura por debajo de su punto de ebullición.

50 Por lo tanto, según la invención el refrigerante criógeno líquido (los términos de refrigerante criógeno "líquido" y "licuado" se emplearán en adelante como sinónimos) se sobreenfría durante su aportación a la instalación de molienda, es decir, a una temperatura por debajo de su temperatura de ebullición. A causa del sobreenfriamiento, el refrigerante, que ya ha pasado a la fase gaseosa, se vuelve a licuar y llega, al menos en gran medida, en estado licuado a la instalación de molienda. La menor generación de gas dentro del conducto de alimentación conduce a una afluencia uniforme de refrigerante a la instalación de molienda, que se puede regular perfectamente. Además, el
55 refrigerante criógeno licuado se encuentra también dentro de la instalación de molienda en un estado todavía sobreenfriado, por lo que el material cargado está por más tiempo en contacto con el refrigerante criógeno licuado. Como "sobreenfriado" se define aquí un estado en el que el refrigerante criógeno líquido presenta una temperatura claramente por debajo de la temperatura de ebullición en las respectivas condiciones de presión en el conducto de alimentación. El sobreenfriamiento se produce, por ejemplo, mediante el contacto térmico con un refrigerante de
60 temperatura más baja.

Como molino se emplea, por ejemplo, un molino con cuerpos molidores, en el que el material a moler se introduce con los cuerpos molidores en un recipiente de molienda y se tritura como consecuencia del movimiento de los cuerpos molidores unos contra otros, así como contra la pared del recipiente. Ejemplos de este tipo de molinos son los molinos de bolas, de barras, vibratorios, de agitador, de agitador y bolas o planetarios. Además se emplean molinos por impacto como, por ejemplo, quebrantadoras de martillos, molinos de clavijas, universales y de chorro de aire, así como molinos de fricción, como molinos de rotor y de brecha larga y molinos de corte. El contacto directo del material cargado con el refrigerante criógeno licuado permite una excelente transmisión de calor del material cargado al refrigerante. Por lo tanto, la introducción de calor altamente problemática como consecuencia de la molienda, especialmente en caso de un material con características elásticas o plásticas, se compensa constantemente durante el proceso de molienda y se puede controlar así perfectamente. El contacto directo del material cargado con el refrigerante criógeno licuado en el recipiente de molienda y/o en el refrigerador de productos conduce a un enfriamiento muy rápido del material cargado. Las tensiones internas provocadas reducen la estabilidad de las partículas y favorecen a su vez el proceso de trituración. En el procedimiento según la invención se pueden alcanzar sin problemas tamaños de grano por debajo de los 500 μm con un esfuerzo, en cuanto a equipos, relativamente reducido, incluso al moler materiales plásticos, viscoelásticos y elásticos como el caucho. El refrigerante aportado fundamentalmente en estado sólido o líquido se evapora al entrar en contacto térmico con el material o con los cuerpos molidores y se evacua después o se emplea para un enfriamiento de una unidad de clasificación montada detrás del recipiente de molienda, por ejemplo un filtro o un separador, a fin de impedir una reaglomeración durante la clasificación.

Una variante ventajosamente perfeccionada de la invención prevé que el flujo de masas y/o la temperatura del refrigerante criógeno a aportar a la instalación de molienda se regulen en dependencia de uno o varios parámetros medidos en la instalación de molienda, especialmente de la temperatura del material a moler. Incluso en caso de un flujo de masas reducido se puede compensar y/o garantizar así sin problemas, mediante un sobreenfriamiento más fuerte de la introducción de calor a través de las paredes del conducto de alimentación, que el refrigerante en estado todavía sobreenfriado se introduzca en la instalación de molienda y/o en una instalación de refrigeración conectada delante de la instalación de molienda.

La diferencia de temperatura en la que se enfría el refrigerante, que inicialmente presenta su temperatura de ebullición, se mide teniendo en cuenta la exigencia de que el refrigerante criógeno se aporte a la instalación de molienda o a la instalación de enfriamiento previo conectada delante de la instalación de molienda, en estado líquido, al menos en gran medida. Por lo tanto, la diferencia de temperatura respecto al punto de ebullición es, después del sobreenfriamiento, de al menos 2K, preferiblemente de al menos 5 K, con especial preferencia de al menos 10 K.

Como refrigerante criógeno preferido se emplea nitrógeno líquido. El sobreenfriamiento se produce, por ejemplo, mediante contacto térmico con un refrigerante criógeno que presenta un punto de ebullición más bajo, por ejemplo con un baño de nitrógeno líquido, en el que se alcanza una temperatura baja mediante la reducción de la presión. Se prepara, por ejemplo, un baño de nitrógeno en el que se mantiene la presión de 1000 mbar, con lo que en el baño de nitrógeno se ajusta una temperatura de 77 K; una reducción de la presión del baño de nitrógeno a 100 a 200 mbar conduce incluso a un enfriamiento a 60 K a 66 K. El nitrógeno líquido del conducto de alimentación, que se pone en contacto térmico con este baño de nitrógeno, se puede enfriar de este modo sin problemas a una temperatura de, por ejemplo, 78 K a 80 K.

A la vista del dibujo se explicará a continuación con mayor detalle un ejemplo de realización de la invención.

El único dibujo (Figura 1) muestra en una vista esquemática un dispositivo para la molienda en frío para la realización del procedimiento según la invención.

El dispositivo 1 representado en el dibujo comprende una instalación de molienda 2 y una unidad de refrigeración 3 conectada delante de la instalación de molienda 2. En el caso de la instalación de molienda 2 se trata, por ejemplo, de un molino por impacto, en el que el material cargado se tritura en el interior de un recipiente de molienda 2 por medio de discos de clavijas rotatorias. La unidad de refrigeración 3 comprende, por ejemplo, un enfriador de tornillo de vórtice, en el que el material cargado a través de una tolva de carga 4 se pone en contacto directo con un refrigerante criógeno licuado.

El dispositivo 1 comprende además un depósito 5 para un refrigerante criógeno licuado ultracongelados. Por "licuado ultracongelado" se entiende aquí un gas, cuyo estado líquido se mantiene por el hecho de que su temperatura de almacenamiento se mantiene con ayuda de medidas técnicas como refrigeración y/o aislamiento. El depósito 5 presenta, a través de un conducto de alimentación 6 térmicamente aislado, una conexión de flujo a la unidad de refrigeración 3; otro conducto de alimentación 8, también térmicamente aislado, que se separa en una ramificación 7 del conducto de alimentación 6, establece una conexión de flujo entre el depósito 5 y la instalación de molienda 2. La existencia de los dos conductos de alimentación 6, 8 no es en absoluto necesaria en el marco de la invención; también se puede prever una aportación del refrigerante licuado ultracongelado a la unidad de refrigeración 3 o a la instalación de molienda 2. La aportación de refrigerante criógeno licuado desde el depósito 5 a la unidad de refrigeración 3 o a la instalación de molienda 2 se puede controlar mediante el accionamiento de válvulas de regulación de caudal 9, 10. En la entrada de la unidad de refrigeración 3 se dispone una unidad de dosificación impermeable al gas 12. Otra esclusa de material impermeable al gas 13 se encuentra en la salida de la instalación de molienda 2. El refrigerante criógeno evaporado en la unidad de refrigeración 3 y en la instalación de molienda 3

se evacua a través de una tubería de salida de gas 14. En el conducto de alimentación 6 se dispone un dispositivo 15 para el sobreenfriamiento del refrigerante criógeno licuado. En el caso del dispositivo 15 se trata, por ejemplo, de una máquina frigorífica o de un intercambiador de calor. El dispositivo 15 comprende, por ejemplo, un baño del mismo refrigerante que el que se almacena en el depósito 5, cuya temperatura se ha rebajado reduciendo la presión, por lo que está en condiciones de enfriar el refrigerante conducido por el conducto de alimentación 6 a una temperatura por debajo de su punto de ebullición. Un ordenador 16 presenta una comunicación de datos con sensores en el interior de la instalación de molienda 2, aquí no representados, que detectan, por ejemplo, la temperatura en la instalación de molienda 2, así como con las válvulas de regulación de caudal 9, 10 de la unidad de dosificación 12 de la esclusa de material 13 y con el dispositivo 15.

Al utilizar el dispositivo 1, el material se aporta a través de una tolva de carga 4 de la unidad de refrigeración 3 y se pone en contacto directo con el refrigerante criógeno licuado aportado a través del conducto de alimentación 6. Dado que el refrigerante se encuentra en la unidad de refrigeración 3, al menos en parte, todavía en estado licuado, se produce una transmisión de calor especialmente buena del material cargado al refrigerante. El refrigerante, que se evapora durante el proceso de refrigeración, se evacua a través de la tubería de salida de gas 14. El material previamente enfriado llega a continuación a la instalación de molienda 2 y se muele. A través del conducto de alimentación 7 también se puede aportar refrigerante, a fin de evacuar el calor de proceso generado durante la molienda y para mantener el material durante la molienda a una temperatura baja. El material molido se conduce después, a través de la esclusa de material 13, fuera del dispositivo 1 y se introduce, por ejemplo, en un recipiente de transporte aquí no representado.

La regulación de la afluencia de refrigerante se lleva a cabo por medio del ordenador 16. En el ordenador 16 se registran permanentemente, o en intervalos preestablecidos, uno o varios parámetros de la instalación de molienda, por ejemplo la temperatura en la instalación de molienda 2 o el tamaño de grano del material molido. A partir de los mismos se calcula, de acuerdo con un programa determinado, un valor para la afluencia de refrigerante a través de los conductos de alimentación 6 y/o 7 y se activan de manera correspondiente las válvulas de caudal 9, 10. Si la temperatura en la instalación de molienda 2 está, por ejemplo, por debajo de un valor preestablecido, se estrangulan o cierran totalmente las válvulas de caudal 9, 10. Para garantizar que el refrigerante no se evapore parcialmente en los conductos de alimentación 6, 7 y que no llegue en estado gaseoso, y por lo tanto perjudicial para la transmisión de calor, a la unidad de refrigeración 3 o a la instalación de molienda 2, el refrigerante se sobreenfría por medio del dispositivo 15, es decir, se enfría a una temperatura al menos entre 2 y 10 K inferior a su temperatura de ebullición. Como consecuencia, el refrigerante llega a la unidad de refrigeración 3 o a la instalación de molienda 2, al menos en gran medida, en estado líquido. Dentro de la unidad de refrigeración 3 o de la instalación de molienda 2 el refrigerante también se puede encontrar inicialmente en estado sobreenfriado, por lo que el refrigerante permanece durante el proceso de refrigeración durante más tiempo en estado líquido, provocando así un enfriamiento muy eficiente del material a moler a, por ejemplo, 120 a 100 K o menos. Gracias al fuerte enfriamiento, el material a moler se puede moler con seguridad hasta lograr tamaños de grano inferiores a los 500 μm , incluso en caso de materiales químicamente activos o de materiales con características plásticas o elásticas. En el ejemplo de realización, el sobreenfriamiento también se puede controlar por medio del ordenador 16 y la temperatura del refrigerante en los conductos de alimentación 6, 7 se puede cambiar dentro de una amplia gama, por ejemplo a valores de entre 80 K y 92 K. De esta manera, la instalación de molienda 2 o la unidad de refrigeración 3 no se cargan con gas superfluo, ni siquiera en caso de caudales de refrigerante aportado diferentes. El consumo de corriente del dispositivo 1 se reduce en conjunto y el rendimiento de material a moler se incrementa.

Ejemplo: En un depósito 5 aislado al vacío se almacena nitrógeno líquido a una presión de depósito de aprox. 7,8 bar a temperatura de ebullición. Para el proceso de molienda se tiene que evacuar una potencia calorífica de 5 kW a través de nitrógeno líquido, lo que corresponde a una demanda de nitrógeno líquido de 55 kg/h. Con una longitud total de los conductos de alimentación 6, 7 aislados al vacío de 50 m y una transmisión de calor supuesta de 1 W/m a los conductos de alimentación 6, 7, la aportación de calor total a través del conducto es de 50 W. Como consecuencia ya se evaporan, sin sobreenfriamiento, 1,12 kg de nitrógeno (correspondientes a un porcentaje de masa del 2%) en el conducto de alimentación, lo que corresponde a un porcentaje en volumen de aprox. 30,5 % en volumen. Gracias al sobreenfriamiento según la invención por medio del dispositivo 15, la temperatura del nitrógeno líquido en el conducto de alimentación se reduce a un valor de unos 85 K, por ejemplo. Como consecuencia, el nitrógeno líquido no sólo puede absorber todo el calor introducido en los conductos de alimentación 6, 7 sin evaporarse, sino que el nitrógeno líquido llega además a una temperatura de aprox. 87 K, es decir, a una temperatura claramente inferior a su temperatura de ebullición, a la unidad de refrigeración 3 o a la instalación de molienda 2.

Lista de referencias

- | | |
|---|-------------------------|
| 1 | Dispositivo |
| 2 | Instalación de molienda |
| 3 | Unidad de refrigeración |
| 4 | Tolva de carga |

ES 2 714 687 T3

	5	Depósito
	6	Conducto de alimentación
	7	Ramificación
	8	Conducto de alimentación
5	9	Válvula de regulación de caudal (en el conducto de alimentación 6)
	10	Válvula de regulación de caudal (en el conducto de alimentación 8)
	11	-
	12	Unidad de dosificación
	13	Esclusa de material
10	14	Tubería de salida de gas
	15	Dispositivo para el sobreenfriamiento
	16	Ordenador

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la molienda en frío, en el que un material cargado se muele en una instalación de molienda (2) y se enfría antes o durante el proceso de molienda con un refrigerante criógeno líquido, caracterizado por que el refrigerante criógeno líquido se sobreenfría, antes de su aportación a la instalación de molienda (2), a una temperatura de al menos 2 K por debajo de su punto de ebullición, llegando al menos en gran medida en estado licuado a la instalación de molienda (2) y por que el caudal y/o la temperatura del refrigerante criógeno a aportar a la instalación de molienda (2) se regula en dependencia de uno o varios parámetros medidos en la instalación de molienda (2), especialmente de la temperatura del material a moler.
- 10 2. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el refrigerante criógeno licuado se sobreenfría en una temperatura de al menos 5 K, preferiblemente de al menos 10 K.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que como refrigerante criógeno se emplea nitrógeno líquido.

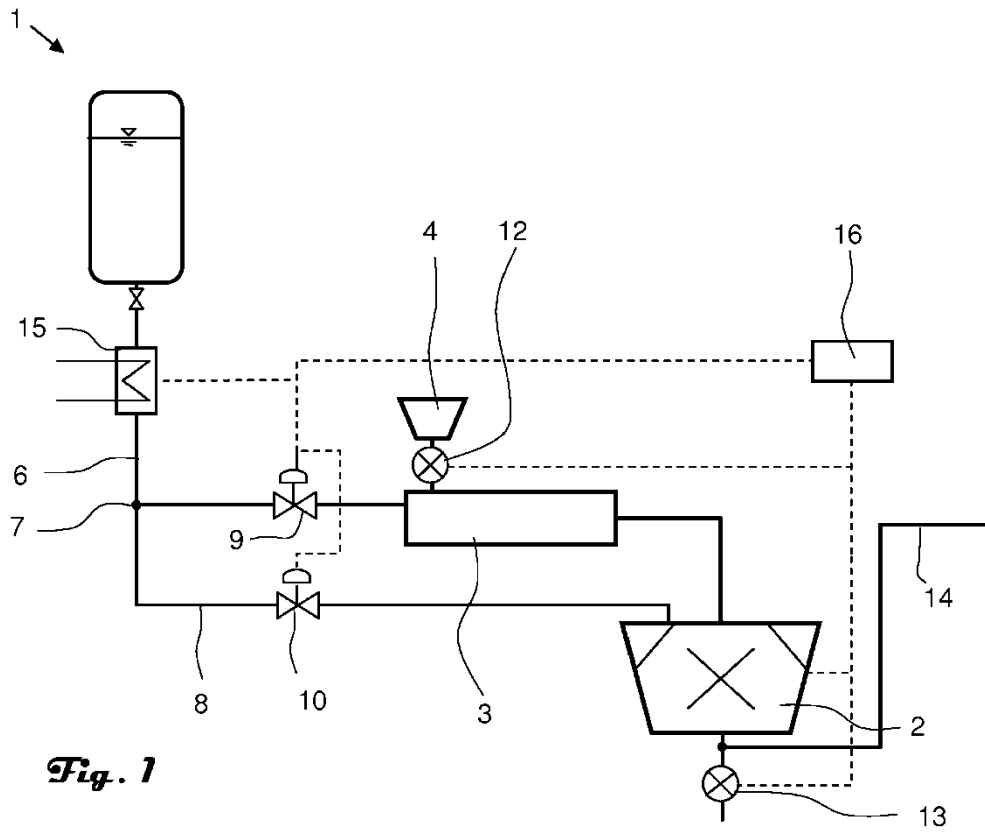


Fig. 1