

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 894**

51 Int. Cl.:

C07C 323/52 (2006.01)

C07C 323/58 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.03.2016 PCT/FR2016/050620**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2016 WO16151229**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.03.2016 E 16719441 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.02.2020 EP 3271328**

54 Título: **Composiciones pulverulentas de un complejo entre un ácido y un metal con alto contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre y su procedimiento de preparación**

30 Prioridad:

20.03.2015 FR 1552336

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

06.11.2020

73 Titular/es:

**INNOV'IA 3I (100.0%)
Montglandier
63380 Pontaumur, FR**

72 Inventor/es:

**BUISSON, PIERRE;
HUET, ROBERT;
FOURNIER, SÉBASTIEN y
VENDEVILLE, JEAN-EUDES**

74 Agente/Representante:

GONZÁLEZ PECES, Gustavo Adolfo

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 791 894 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

Composiciones pulverulentas de un complejo entre un ácido y un metal con alto contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre y su procedimiento de preparación

5 El objeto de la presente invención son composiciones pulverulentas de un complejo entre un ácido y un metal, con alto contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre, y su procedimiento de preparación.

10 La metionina, un aminoácido esencial, y el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), un análogo de la metionina, tienen amplias aplicaciones en humanos como suplemento alimenticio o medicamento, así como en nutrición animal. Sus sales metálicas, por ejemplo, de calcio, magnesio o zinc, en forma sólida, son ventajosas porque permiten llenar deficiencias en elementos u oligoelementos. La sal de HMTBA más conocida es la sal dicálcica, que comprende dos moles de equivalente de HMTBA por mol de calcio que responde a la fórmula $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$.

Muchos ejemplos describen la fabricación de sales de metionina o análogos de metionina, en particular HMTBA.

En el caso de HMTBA, si el producto ácido concentrado se encuentra en forma líquida, a una alta concentración, a menudo superior al 87 % de HMTBA, las sales están en forma sólida y están menos concentradas en HMTBA debido a la contribución del o de los cationes utilizados para la formación de la sal.

15 Las formas de polvo en su mayoría tienen una composición correspondiente a la estequiometría de la sal dicálcica $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$.

Por lo tanto, el documento US 4.335.257 describe la preparación de una sal de la fórmula $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ que permite obtener una composición en forma sólida que no proporciona más del 85 % de HMTBA en su composición en masa.

20 Los documentos US 3.272.860, EP 0 049 057, US 6 287 627 y FR 2 964 968 describen así la obtención de sales de la fórmula $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ obtenidas a partir de HMTBA que están todas en proporciones estequiométricas y, por lo tanto, con contenidos máximos de HMTBA del 80 % al 87 %.

Pocos documentos en la técnica anterior se refieren a la obtención de composiciones que tienen un contenido de HMTBA mayor que la proporción estequiométrica de la formación de sal dicálcica $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$.

25 Romoser et al (Poult. Sci. 1976, 55(3), págs. 1099-1103) obtienen una composición rica en MHA en forma ácida (HMTBA) pulverizando dicha forma ácida sobre un soporte sólido (vermiculita). Sin embargo, el contenido de HMTBA es solo del 50 % en este caso.

30 De manera similar, el documento EP 140865 describe la obtención de sales de calcio de HMTBA que consisten en más de dos y menos de diez moles de equivalente de HMTBA por mol de calcio. Estas sales se obtienen haciendo reaccionar HMTBA con una fuente de calcio seleccionada de entre óxido de calcio (CaO), hidróxido de calcio ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), carbonato de calcio (CaCO_3), así como una sal de HMTBA, por ejemplo, la sal de $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$. El HMTBA está en general en una solución acuosa altamente concentrada, a la que se mezcla la fuente de calcio, luego el medio de reacción así obtenido se seca a una temperatura del orden 70 °C.

35 El producto obtenido está al 94 % de equivalente de HMTBA. Sin embargo, el medio de reacción de HMTBA con la fuente de calcio es muy viscoso y pegajoso: por lo tanto, es muy difícil homogeneizar en mezcladores o reactores equipados con sistemas de agitación convencionales y, al final de la reacción, es necesario llevar a cabo un secado in situ para poder drenar el reactor. También requiere una etapa de conformación después del secado mediante molienda y luego tamizado. Por último, este procedimiento, necesariamente por lotes, no permite una adaptación continua del procedimiento.

40 Un reciclaje de la sal de calcio de HMTBA, por ejemplo, la sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, a la fuente de calcio antes de agregar HMTBA, permite mejorar la consistencia del medio de reacción y facilita la implementación del procedimiento. Pero como se describe en el documento US 4.335.257, esta mejora requiere al menos un 20 % en peso de dicha sal y hasta un 80 % de dicha sal. Debido a esta necesidad, este procedimiento reduce la productividad y aumenta el sobredimensionamiento de las instalaciones.

45 Además, un objeto de la presente invención consiste en proporcionar complejos entre un ácido y un metal en forma sólida de polvo que tiene un contenido de compuestos orgánicos con azufre, en particular HMTBA, superior al 87 %.

Otro objeto de la invención consiste en proporcionar complejos entre un ácido y un metal, en forma de polvos estables, fácilmente manipulables y adaptados a la aplicación para la que están destinados dichos complejos.

50 Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un procedimiento de preparación de complejos entre un ácido y un metal, en lotes, sin dificultades de unión o aparición de masa viscosa durante la preparación, y sin el uso del material base para hacer el producto.

Otro objeto de la invención consiste en proporcionar un procedimiento de preparación de complejos entre un ácido y un metal, en forma continua.

Por lo tanto, la descripción se refiere a una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):



en la que:

- 5 A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,
- M representa un metal divalente o trivalente,
- n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente, y

- 10 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,
- en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

 en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

 en donde dicho compuesto B no tiene, o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

- 15 el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

Por lo tanto, la invención se refiere a una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):



- 20 en la que:

 A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,

 M representa un metal divalente o trivalente,

 n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente, y

- 25 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), sus sales y sus complejos, y sus mezclas,
- en donde dicha capa recubre dicho núcleo.

- 30 en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre el 10 % y el 40 %, donde dicho compuesto B no tiene, o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

 El contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre corresponde a TOS (azufre orgánico total).

 Cuando la partícula comprende HMTBA, el contenido de HMTBA se mide midiendo el TOS.

- 35 Sorprendentemente, la partícula obtenida es estable y permanece en forma de polvo, a pesar de los altos TOS. No es ni viscoso ni pegajoso.

 Por partícula, se entiende un pequeño elemento de materia que, a simple vista, aparece en una sola pieza y no consiste en una yuxtaposición de elementos más pequeños.

- 40 Por "núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I)" se entiende en particular un núcleo que comprende más del 70 % en masa de dicha sal de la fórmula (I).

 El porcentaje en masa de dicho compuesto B incluido en dicha capa se da con relación a la masa de sal de la fórmula (I) del núcleo, y no con relación a la masa total de dicha partícula.

Por "dicho compuesto B no está, o no solo está en forma de una sal de la fórmula (I)", se entiende que el compuesto B está en una forma distinta de una sal de la fórmula (I), por ejemplo, en forma libre o en forma de un complejo de la fórmula (II) como se describe a continuación, o en forma de una mezcla que comprende una sal de la fórmula (I) y al menos otra forma tal como la forma libre o un complejo de la fórmula (II).

5 De acuerdo con una realización ventajosa, la descripción describe una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho compuesto B está en la forma:

- libre, seleccionada entre el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, y/o

- dicha sal de la fórmula (I) como se definió con anterioridad, y/o

10 - un complejo de la fórmula (A)₄M (II), en el que A y M son como se definieron con anterioridad, en donde A representa preferiblemente ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde dicho compuesto B tiene en particular la forma:

- libre,

- el complejo de la fórmula (II),

15 - una mezcla de la forma libre y el complejo de la fórmula (II),

- una mezcla de la forma libre y la sal de la fórmula (I),

- una mezcla de la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II), o

- una mezcla de la forma libre, la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II).

20 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho compuesto B está en la forma:

- libre, seleccionado entre el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), y/o

- dicha sal de la fórmula (I) como se define en la reivindicación 1 y/o

- un complejo de la fórmula (A)₄M (II), en el que A y M son como se definen en la reivindicación 1, en donde A representa el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

25 en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde dicho compuesto B tiene en particular la forma:

- libre,

- el complejo de la fórmula (II),

- una mezcla de la forma libre y el complejo de la fórmula (II),

30 - una mezcla de la forma libre y la sal de la fórmula (I),

- una mezcla de la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II), o

- una mezcla de la forma libre, la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II).

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho compuesto B está en la forma:

35 - del complejo de la fórmula (II),

- de una mezcla de la forma libre y el complejo de la fórmula (II),

- de una mezcla de la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II), o

- de una mezcla de la forma libre, de la sal de la fórmula (I) y del complejo de la fórmula (II),

en donde dicho compuesto B está en particular en forma del complejo de la fórmula (II).

40 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, que comprende menos del 3 %, en particular menos del 2 % o 1,5 % de agua en masa.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, cuyo contenido de calcio está comprendido entre el 6 y el 11 % en masa, en particular entre el 6,5 y el 10 %, más particularmente entre el 7 y el 9 %, incluso más particularmente el 7,5 %, 8,0 % o 8,5 %, siendo el contenido de calcio en particular de aproximadamente el 8 %.

5 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 40 %, en particular entre aproximadamente el 15 % y aproximadamente el 35 %, más en particular, entre aproximadamente el 20 % y aproximadamente el 32 %, aún más particularmente, el 21 %, 22 %, 23 %, 24 %, 25 %, 26 %, 27 %, 28 %, 29 %, 30 % o 31 %.

10 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho metal se selecciona del grupo que comprende Mg, Be, Ca, Sr, Ba, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pt, B, Al, Ga, In, en particular Mg, Ca, Fe, Mn, Al, Cu, Zn.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho metal y n son tales que M^{n+} representa Mg^{2+} , Be^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Co^{3+} , Ni^{2+} , Ni^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pt^{2+} , Al^{3+} , Ga^{3+} o In^{3+} , en particular Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} o Zn^{2+} .

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicha sal de la fórmula (I) es $(HMTBA)_2Ca$, $(HMTBA)_2Mg$, $(HMTBA)_2Fe$, $(HMTBA)_2Mn$, $(HMTBA)_2Zn$, $(HMTBA)_2Cu$, $(HMTBA)_3Fe$, $(HMTBA)_3Al$, $(Metionina)_2Ca$, $(Metionina)_2Mg$, $(Metionina)_2Fe$, $(Metionina)_2Mn$, $(Metionina)_2Zn$, $(Metionina)_2Cu$, $(Metionina)_3Fe$, $(Metionina)_3Al$, $(Cisteína)_2Ca$, $(Cisteína)_2Mg$, $(Cisteína)_2Fe$, $(Cisteína)_2Mn$, $(Cisteína)_2Zn$, $(Cisteína)_2Cu$, $(Cisteína)_3Fe$ o $(Cisteína)_3Al$, más particularmente aún, una sal de la fórmula $(HMTBA)_2Ca$, $(HMTBA)_2Mg$, $(HMTBA)_2Fe$, $(HMTBA)_2Mn$, $(HMTBA)_2Zn$, $(HMTBA)_2Cu$, $(Metionina)_2Ca$, $(Metionina)_2Mg$, $(Metionina)_2Fe$, $(Metionina)_2Mn$, $(Metionina)_2Zn$, $(Metionina)_2Cu$, $(Cisteína)_2Ca$, $(Cisteína)_2Mg$, $(Cisteína)_2Fe$, $(Cisteína)_2Mn$, $(Cisteína)_2Zn$ o $(Cisteína)_2Cu$.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho anión A^- es 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho compuesto B comprendido en dicha capa es ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico ($HMTBA$), o una de sus sales o complejos.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho anión A^- es 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, y dicho compuesto B comprendido en dicha capa es ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico ($HMTBA$), o una de sus sales o complejos.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que el compuesto A qué forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B tiene la forma de una sal o un complejo, son diferentes.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una partícula como se definió con anterioridad, en la que dicho ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico ($HMTBA$) está en forma monomérica en más del 60 % en masa.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$, y

40 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico ($HMTBA$), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

45 en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$, y

50 • una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico ($HMTBA$),

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 5 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) y calcio, con una relación atómica S/Ca comprendida entre 2,7 y 3,7,

10

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

15

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

20

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular, superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

25

La invención también se refiere a una composición pulverulenta que consiste o que comprende partículas como se definió con anterioridad.

Por "composición pulverulenta de partículas", se entiende un sólido, en un estado fraccionado, es decir, compuesto de partículas, de acuerdo con la presente invención.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una composición como se definió con anterioridad, en la que el tamaño granulométrico de dichas partículas varía de 10 a 3000 μm , en particular de 20 a 300 μm , más particularmente de 100 a 250 μm , en tamaño granulométrico promedio $[\text{Dv}(0,5)]$.

30

Por tamaño granulométrico promedio $[\text{Dv}(0,5)]$, se entiende el diámetro granulométrico promedio, medido por difracción láser, donde el 50 % de las partículas de dicha composición tiene un diámetro superior a dicho diámetro promedio y el 50 % de las partículas de dicha composición tiene un diámetro inferior a dicho diámetro promedio.

35

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una composición como se definió con anterioridad, cuya densidad aparente es superior al 350 g/L, en particular, superior al 400 g/L.

La densidad aparente (o aireada) de dicha composición pulverulenta se puede medir usando un cilindro de 250 ml graduado cada 2 ml. Este método se describe en el estándar AFNOR NF X 04-344. El procedimiento consiste en verter la composición pulverulenta en el tubo de ensayo para estar cerca de la graduación máxima del recipiente y luego medir la masa y el volumen ocupado por dicha composición pulverulenta. La densidad aparente se calcula luego por la relación de la masa de polvo al volumen ocupado por la composición pulverulenta.

40

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una composición como se definió con anterioridad, cuya densidad compactada después de 10 golpes es superior al 400 g/L, en particular, superior al 450 g/L.

45

La densidad compactada de dicha composición pulverulenta se puede medir usando un tubo de ensayo de 250 ml graduado cada 2 ml, así como un voluminómetro de tipo Dual Autotap de acuerdo con los estándares ASTM B527 y D4164. El procedimiento consiste en verter la composición pulverulenta en el tubo de ensayo para estar cerca de la graduación máxima del recipiente. Luego, el tubo de ensayo se coloca delicadamente en la bandeja de Autotap para

experimental el número de sacudidas verticales deseadas en función de la densidad compactada deseada (D10 = densidad compactada a 10 golpes, D500 = densidad compactada a 500 golpes). La densidad compactada se calcula luego por la relación de la masa del polvo empaquetado al volumen ocupado por dicho polvo empaquetado en dicho tubo de ensayo.

- 5 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una composición como se definió con anterioridad, cuyo ángulo de inclinación es de 34° a 40°, en particular de 36° a 38°.

El ángulo de inclinación de dicha composición pulverulenta se puede medir determinando el ángulo en la base del cono de deslizamiento obtenido al pasar la muestra a través de un embudo especial (embudo de acero inoxidable cuya base del diámetro (d) interior es de 6 µm) a una altura convencional, por encima de una placa de mármol perfectamente plana y horizontal. El procedimiento, ejecutado cuatro veces, consiste en:

- 10 - ajustar la altura (H) entre la placa y la base del embudo a 40 µm,
 - verificar la plomada del centro del embudo con la placa de mármol,
 - disponer una hoja de papel sobre la placa, centrándola con el embudo,
 - verter el polvo en el embudo,
 15 - dejar la alimentación cuando la parte superior del cono toque la base del embudo,
 - inscribir la base del cono, en forma de círculo, en un cuadrado,
 - medir la distancia D que separa dos lados opuestos de dicho cuadrado.

El ángulo de pendiente α se expresa en grados y viene dado por la fórmula

$$\alpha = \text{Arctg} \frac{2H}{D - d}$$

- 20 con

H: la altura del cono en µm (H = 40),

d: diámetro interior de la base del embudo en µm (d = 6 µm),

D: media aritmética de las 4 medidas en µm.

- 25 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a una composición como se definió con anterioridad, que comprende, además de dichas partículas, aceite, en particular aceite vegetal.

El aceite vegetal se selecciona en particular de entre el aceite de soja, el aceite de girasol, el aceite de colza, el aceite de maní y sus mezclas.

La descripción también se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):

- 30 $(A^-)_n M^{n+} (I)$

en la que:

A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,

M representa un metal divalente o trivalente,

- 35 n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente, y

- una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

- 40 en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa,

5 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tiobutanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

10 La invención también se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

• un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):



en la que:

15 A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,

M representa un metal divalente o trivalente,

n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente y

• una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA).

20 en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre el 10 % y el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

25 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado de entre el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre el 10 % y el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

30 para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha composición comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, en forma libre.

35 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha etapa de pulverización se lleva a cabo:

- en un lecho de aire fluidizado discontinuo o continuo, o

- en torre de atomización por copulverización.

Por copulverización se entiende la pulverización conjunta de un líquido y un polvo.

40 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha etapa de pulverización se lleva a cabo continuamente.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha etapa de pulverización se lleva a cabo en un vibrofluidizador.

45 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha etapa de pulverización se lleva a cabo bajo una atmósfera inerte, en particular bajo nitrógeno, siendo el gas inerte más particularmente reciclado.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha composición está en forma líquida.

5 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha composición también comprende agua, estando comprendido el porcentaje en masa de agua de dicha composición entre 0,5 y 50.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) se obtiene por atomización reactiva.

10 Por atomización reactiva se entiende la atomización de una mezcla de reacción, siendo dicha mezcla la combinación de 2 o más compuestos que pueden reaccionar químicamente juntos durante su mezcla, estando seguida la puesta en contacto de los compuestos de la mezcla de reacción de pulverización por atomización.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) se obtiene en un lecho de aire fluidizado, en granulador, granulador rotativo o en una mezcladora.

15 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) se obtiene por extrusión reactiva.

20 La extrusión reactiva puede llevarse a cabo mediante técnicas bien conocidas por los expertos en la técnica. En particular, la sal de la fórmula (I) se puede obtener por extrusión reactiva como se describe en la solicitud FR 2 964 968.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) se obtiene usando un mezclador estático o dinámico.

25 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) se obtiene por atomización reactiva bajo una atmósfera inerte, en particular bajo nitrógeno, donde el gas inerte se recicla en particular cuando el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) no se obtiene por extrusión reactiva.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho compuesto B comprendido en dicha capa tiene la forma:

- 30 - libre, seleccionado de entre ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, y/o
- dicha sal de la fórmula (I) como se definió con anterioridad, y/o
- un complejo de la fórmula (A)₄M (II), en el que A y M son como se definieron con anterioridad, donde A representa preferiblemente ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),
- en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),
- 35 en donde dicho compuesto B tiene en particular la forma:
- libre,
- el complejo de la fórmula (II),
- una mezcla de la forma libre y el complejo de la fórmula (II),
- una mezcla de la forma libre y la sal de la fórmula (I),
- 40 - una mezcla de la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II), o
- una mezcla de la forma libre, la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II).

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha partícula comprende menos del 3 %, 2 % o 1,5 % de agua en masa.

45 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha partícula tiene un contenido de calcio comprendido entre el 6 y el 11 % en masa, en particular entre el 6,5 y el 10 %, más particularmente entre el 7 y el 9 %, siendo el contenido de calcio particularmente del 8 %.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 40 %, en particular entre aproximadamente el 15 % y aproximadamente el 35 %, más en particular, entre aproximadamente el 20 % y aproximadamente el 32 %.

- 5 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho metal se selecciona del grupo que comprende Mg, Be, Ca, Sr, Ba, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pt, B, Al, Ga, In, en particular Mg, Ca, Fe, Mn, Al, Cu, Zn.

- 10 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho metal y n son tales que M^{n+} representa Mg^{2+} , Be^{2+} , Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} , Mn^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Co^{2+} , Co^{3+} , Ni^{2+} , Ni^{3+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Pt^{2+} , Al^{3+} , Ga^{3+} o In^{3+} , en particular Mg^{2+} , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} , Cu^{2+} o Zn^{2+} .

- 15 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicha sal de la fórmula (I) es $(HMTBA)_2Ca$, $(HMTBA)_2Mg$, $(HMTBA)_2Fe$, $(HMTBA)_2Mn$, $(HMTBA)_2Zn$, $(HMTBA)_2Cu$, $(HMTBA)_3Fe$, $(HMTBA)_3Al$, $(Metionina)_2Ca$, $(Metionina)_2Mg$, $(Metionina)_2Fe$, $(Metionina)_2Mn$, $(Metionina)_2Zn$, $(Metionina)_2Cu$, $(Metionina)_3Fe$, $(Metionina)_3Al$, $(Cisteína)_2Ca$, $(Cisteína)_2Mg$, $(Cisteína)_2Fe$, $(Cisteína)_2Mn$, $(Cisteína)_2Zn$, $(Cisteína)_2Cu$, $(Cisteína)_3Fe$, o $(Cisteína)_3Al$, más particularmente aún, una sal de la fórmula $(HMTBA)_2Ca$, $(HMTBA)_2Mg$, $(HMTBA)_2Fe$, $(HMTBA)_2Mn$, $(HMTBA)_2Zn$, $(HMTBA)_2Cu$, $(Metionina)_2Ca$, $(Metionina)_2Mg$, $(Metionina)_2Fe$, $(Metionina)_2Mn$, $(Metionina)_2Zn$, $(Metionina)_2Cu$, $(Cisteína)_2Ca$, $(Cisteína)_2Mg$, $(Cisteína)_2Fe$, $(Cisteína)_2Mn$, $(Cisteína)_2Zn$ o $(Cisteína)_2Cu$.

- 20 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho anión A⁻ es 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho compuesto B comprendido en dicha capa es ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos.

- 25 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho anión A⁻ es 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, y dicho compuesto B comprendido en dicha capa es ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento como se definió con anterioridad, en el que dicho ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) está en forma monomérica en más del 60 % en masa.

- 30 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$, y
- una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

- 35 en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$,

- 40 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

- 45 en donde dicho método comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(HMTBA)_2Ca$, y
- una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

- 50

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 5 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

10 en donde dicho método comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- 15 • un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

- 20 en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 25 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho método comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

- 30 para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- 35 • un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 40 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

45 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en 2- hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

estando comprendido el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 10 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho método comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente de sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva en dicha torre de atomización, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina, cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho el compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

- 15

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- 20 • un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y

- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

- 25 en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

- 30

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y

- 35 • una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,

- 40 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de área fluidizada en forma discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4 metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

- 45

para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- 5 • una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos, en donde dicha capa recubre dicho núcleo, en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %, en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$,
- 10 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula, en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y
- 15 aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- 20 • una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos, cubriendo dicha capa dicho núcleo, en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %, en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, en donde
- 25 el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula, en dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre
- 30 aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- 35 • una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos, en donde dicha capa recubre dicho núcleo, en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %, en donde el HMTBA de dicha capa no tiene o no solo tiene la forma de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, en donde
- 40 el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, particularmente superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula, en dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva en dicha torre de atomización, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 %
- 45 y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) o una de sus sales o complejos, y calcio, estando comprendida la relación atómica S/Ca entre 2,7 y 3,7,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) o una de sus sales o complejos, y calcio, estando comprendida la relación atómica S/Ca entre 2,7 y 3,7,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4 metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) o una de sus sales o complejos, y calcio, estando comprendida la relación atómica S/Ca entre 2,7 y 3,7,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una

partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) o una de sus sales o complejos, y calcio, estando comprendida la relación atómica S/Ca entre 2,7 y 3,7,

5 en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

10 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

15 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA) o una de sus sales o complejos, y calcio, estando comprendida la relación atómica S/Ca entre 2,7 y 3,7,

20 en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular, superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

25 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en la torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido mediante atomización reactiva en dicha torre de atomización, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

30 para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

35 en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

40 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

45 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

5 en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

10 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4 metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

15 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

20 en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

25 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

30 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y
- una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

35 en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

40 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

45 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, y

• una capa que comprende el complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa del HMTBA de dicha capa con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 %,

5 en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva en dicha torre de atomización, de una composición que comprende ácido 2-hidroxi-4-
10 metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho HMTBA de dicha capa entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes.

15 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) $(\text{A}^-)_n\text{M}^{n+}$ como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

20 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes,

30 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) $(\text{A}^-)_n\text{M}^{n+}$ como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

35 para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes.

40 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes,

en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en un lecho de aire fluidizado de manera discontinua o continua sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) $(\text{A}^-)_n\text{M}^{n+}$ como se definió con anterioridad, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

45 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes.

50 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes,

5 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización mediante copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) $(A^-)_nM^{n+}$ como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, sus mezclas, sus sales y sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido, para obtener dicha partícula.

De acuerdo con una realización ventajosa, la presente invención se refiere a un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes.

10 De acuerdo con una realización ventajosa, la presente descripción describe un procedimiento de preparación de una partícula en la que el compuesto A que forma dicho anión A^- y dicho compuesto B si B está en forma libre, o el compuesto que forma el compuesto B, si B está en forma de sal o complejo, son diferentes,

15 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización en una torre de atomización por copulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) $(A^-)_nM^{n+}$ como se definió con anterioridad, obteniendo dicho sólido por atomización reactiva en dicha torre de atomización, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), metionina y cisteína, sus mezclas, sus sales y de sus complejos, estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre aproximadamente el 10 % y aproximadamente el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula.

20 Descripción de las figuras

La **figura 1A** es una fotografía de microscopía óptica relacionada con el polvo obtenido al final del ejemplo 1.

La **figura 1B** es una fotografía de microscopía óptica relacionada con el polvo obtenido al final del ejemplo 12.

La **figura 2A** es una imagen de microscopía óptica de barrido relacionada con el polvo obtenido al final del ejemplo 1.

25 La **figura 2B** es una imagen de microscopía óptica de barrido relacionada con el polvo obtenido al final del ejemplo 12.

La **figura 3A** presenta el espectro de análisis de rayos X de los polvos de la muestra A entre $2\theta=1^\circ$ y $2\theta=24^\circ$ obtenidos usando radiación Mo-K α ($\lambda = 0,71073\text{\AA}$).

30 La **figura 3B** presenta el espectro de análisis de rayos X de los polvos de la muestra B entre $2\theta=1^\circ$ y $2\theta=24^\circ$ obtenidos utilizando radiación Mo-K α ($\lambda = 0,71073\text{\AA}$).

La **figura 3C** presenta el espectro de análisis de rayos X de los polvos de la muestra C entre $2\theta=1^\circ$ y $2\theta=24^\circ$ obtenidos utilizando radiación Mo-K α ($\lambda = 0,71073\text{\AA}$).

La muestra A corresponde a la sal en polvo de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ obtenida en la primera parte del ejemplo 9.

35 La muestra B corresponde al polvo obtenido al final del ejemplo 1.

La muestra C corresponde al polvo obtenido al final del ejemplo 12.

La **figura 4** presenta un análisis usando un microscopio electrónico de barrido (SEM) acoplado a espectrometría de emisión de rayos X, llevado a cabo en el núcleo (A) y en la superficie (B) de la misma partícula de acuerdo con el ejemplo 3.

40 La **figura 5** es un diagrama de bloques de un procedimiento de acuerdo con la invención, implementado en una torre de efectos múltiples. Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A, opcionalmente pasa a través de un calentador 130 y alimenta con una bomba 131 el dispositivo de contacto 134. Un medio acuoso que contiene un metal o catión metálico simbolizado por el círculo B posiblemente cruza un calentador 132 y alimenta el dispositivo de contacto 134 mediante una bomba 133. La fase acuosa resultante de la mezcla entre el medio acuoso A y el medio acuoso B se pulveriza en la torre de atomización a través del dispositivo de pulverización 104 destinado a la producción de aerosoles monodispersos o polidispersos.

45 Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A', pasa opcionalmente a través de un calentador 144 y alimenta mediante una bomba 145 el dispositivo de pulverización 147 destinado a la producción de aerosoles.

50 Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A'', pasa opcionalmente a través de un

calentador 151 y alimenta el dispositivo de pulverización 148 mediante una bomba 152 destinado a la producción de aerosoles.

El círculo C representa un dispositivo para la pulverización adicional de agente antiaglomerante a través de un dosificador de polvo 136, si es necesario.

5 El círculo D representa la introducción del gas portador caliente, **en particular aire y/o gas inerte**, en la versión de secado por atomización, a través del ventilador 124.

El círculo E representa la introducción del gas portador secundario, para el secado y/o el enfriamiento final de la composición final estabilizada obtenida, sólida o en el curso de la solidificación a través de un ventilador 137.

10 El círculo J representa la introducción del gas portador en el lecho 139 fluidizado vibratorio externo, para el secado y/o el enfriamiento final de la composición estabilizada final obtenida, sólida o en el curso de la solidificación a través del ventilador 146.

Un ciclón 138 separa todo o parte del producto final F, es decir, la composición pulverulenta, que se recupera, y el gas portador G que se evacúa.

15 El lecho 139 fluidizado vibratorio externo permite la recuperación de todo o parte del producto final H, es decir, la composición pulverulenta, desde el fondo de la torre.

La introducción de aire secundario E tiene lugar a través de un fondo permeable 142 de la torre 135 para colocar el material pulverulento en forma de lecho fluidizado. El aire usado es evacuado por uno o más orificios 143 previstos a través de la pared superior del recinto 101.

20 La introducción de aire secundario J tiene lugar a través de un fondo 149 permeable del lecho 139 fluidizado vibratorio para colocar el material pulverulento en forma de lecho fluidizado. El aire usado es evacuado por la línea 150 conectada a la entrada del ciclón 138.

25 En este ejemplo, el aire usado pasa a través del ciclón 138 que produce en un lado partículas de producto F y en el otro lado aire para evacuar G. La mayor parte de las partículas se recoge justo arriba la pared 142 permeable. La figura 1 ilustra que las partículas se recogen directamente en F o a través del lecho 139 fluidizado externo en H.

También puede preverse la adición, representada por el círculo I, en la zona de pulverización, de una sustancia en polvo, en particular partículas finas de la composición pulverulenta recuperada a la salida del ciclón 138, producto F, o de la instalación, inyectada por medio del dispositivo 141 que consiste principalmente en un dosificador de polvo.

30 La **figura 6** es un diagrama de bloques de un procedimiento de acuerdo con la invención, implementado en una torre de efectos múltiples y como se describe en la **figura 5**, con $A = A' = A''$.

35 La **figura 7** es un diagrama de bloques de un procedimiento de acuerdo con la invención, implementado en una torre de efectos múltiples. Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A, se transfiere a un reactor C equipado con una camisa 161 termostática doble. Un medio acuoso que contiene un metal o catión metálico simbolizado por el círculo B se agrega gradualmente al reactor C con agitación. La fase acuosa K resultante de la mezcla entre el medio acuoso A y el medio acuoso B, es alimentada por la bomba 162 de suministro para ser pulverizada en la torre de atomización a través del dispositivo 104 de pulverización destinado a la producción de aerosoles monodispersos o polidispersos.

40 Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A', pasa opcionalmente a través de un calentador 144 y alimenta mediante una bomba 145 el dispositivo 147 de pulverización destinado a la producción de aerosoles.

Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A'', pasa opcionalmente a través de un calentador 151 y alimenta mediante una bomba 152 el dispositivo 148 de pulverización destinado a la producción de aerosoles.

45 El círculo C representa un dispositivo para la pulverización adicional de agente antiaglomerante a través de un dosificador 136 de polvo, si es necesario.

El círculo D representa la introducción del gas portador caliente, en particular aire y/o gas inerte, en la versión de secado por atomización, a través del ventilador 124.

50 El círculo E representa la introducción del gas portador secundario, para el secado y/o el enfriamiento final de la composición final estabilizada obtenida, sólida o en el curso de la solidificación a través de un ventilador 137.

El círculo J representa la introducción del gas portador en el lecho 139 fluidizado vibratorio externo, para el secado

y/o el enfriamiento final de la composición estabilizada final obtenida, sólida o en el curso de la solidificación a través del ventilador 146.

Un ciclón 138 separa todo o parte del producto final F, es decir, la composición pulverulenta, que se recupera, y el gas portador G que se evacúa.

5 El lecho 139 fluidizado vibratorio externo permite la recuperación de todo o parte del producto final H, es decir, la composición pulverulenta, desde el fondo de la torre.

La introducción de aire secundario E tiene lugar a través de un fondo 142 permeable de la torre 135 para colocar el material pulverulento en forma de lecho fluidizado. El aire usado se evacúa a través de un orificio 143 previsto a través de la pared superior del recinto 101.

10 La introducción de aire secundario J tiene lugar a través de un fondo 149 permeable del lecho 139 fluidizado vibratorio para colocar el material pulverulento en forma de lecho fluidizado. El aire usado es evacuado por la línea 150 conectada a la entrada del ciclón 138.

15 En este ejemplo, el aire usado pasa a través del ciclón 138 que produce en un lado partículas de producto F y, en el otro lado, aire para evacuar G. La mayor parte de las partículas se recoge justo arriba la pared 142 permeable. La figura 1 ilustra que las partículas se recogen directamente en F o a través del lecho 139 fluidizado externo en H.

20 También puede preverse la adición, representada por el círculo I, en la zona de pulverización, de una sustancia en polvo, en particular partículas finas de la composición pulverulenta recuperada a la salida del ciclón 138, producto F, o de la instalación, inyectada por medio del dispositivo 141 que consiste principalmente en un dosificador de polvo.

La **figura 8** es un diagrama de bloques de un procedimiento de acuerdo con la invención, implementado en un lecho de aire fluidizado.

25 Una composición de sal en polvo $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, simbolizada por el círculo B, se incorpora en un lecho 170 de aire fluidizado. Un medio acuoso que contiene un ácido, simbolizado por el círculo A, opcionalmente pasa a través de un calentador 171 y se alimenta mediante una bomba 172, un dispositivo 173 de pulverización destinado a la producción de aerosoles.

El círculo D representa la introducción del gas portador, para el secado y/o el enfriamiento final de la composición final estabilizada obtenida, sólida o en el curso de la solidificación a través de un ventilador 174.

30 La introducción del gas D tiene lugar a través de un fondo permeable 175 del lecho fluidizado para poner el material pulverulento B en forma de lecho fluidizado. El aire usado se evacúa a través de los filtros a través de un orificio 176 provisto a través de la pared superior del recipiente 177.

La composición final de polvo H se recupera al final del lote cuando se vacía el lecho fluidizado.

Ejemplos

35 Los ejemplos 1 a 11 que siguen ilustran la invención. El ejemplo 12 es un ejemplo comparativo que no pertenece a la presente invención.

Ejemplo 1: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,3 % en masa

40 Se incorporó un kilogramo de sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,5 % de TOS, 11,7 % de calcio y 2,3 % de humedad en un lecho de aire fluidizado con un volumen útil de 5 litros. Sobre este polvo, se pulverizaron 300 g de una solución de HMTBA al 88 % de materia seca a una velocidad de flujo de 450 g/h, una presión de pulverización de 1,5 bares y una temperatura de entrada en el lecho de aire fluidizado de 60 °C. Después de la pulverización, el producto se secó durante 5 min.

El producto obtenido tiene un TOS del 88,3 %, un contenido de calcio del 9,2 % y una humedad del 1,3 %. La granulometría promedio de partícula de este producto es de 191 μm , la densidad compactada de 390 g/L y la densidad compactada de 480 g/L.

45 Ejemplo 2: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 89,3 % en masa

50 Se incorporó un kilogramo de sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 84,6 % de TOS, 11,5 % de calcio y 1,9 % de humedad en un lecho de aire fluidizado con un volumen útil de 5 litros. Sobre este polvo, se pulverizaron 504 g de una solución de HMTBA con el 88 % de materia seca a una velocidad de flujo de 250 g/h, una presión de pulverización de 1,5 bares y una temperatura de entrada en el lecho de aire fluidizado de 60 °C. Después de la pulverización, el producto se secó durante 5 min.

El producto obtenido tiene un TOS del 89,3 %, un contenido de calcio del 8 % y una humedad del 1,6 %.

Ejemplo 3: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,2 % en masa

5 Se incorporaron dos kilogramos de sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,5 % de TOS, 11,7 % de calcio y 2,3 % de humedad en un lecho de aire fluidizado con un volumen útil de 12 litros. Sobre este polvo, se pulverizaron 670 g de una solución de materia seca HMTBA al 88 % a una velocidad de flujo de 600 g/H, una presión de pulverización de 1 bar y una temperatura de entrada del lecho de aire fluidizado de 55 °C. Después de la pulverización, el producto se secó durante 5 min.

10 El producto obtenido tiene un TOS del 88,2 %, un contenido de calcio del 8,8 % y una humedad del 2,2 %. La granulometría promedio de este producto es de 150 μm , la densidad aparente de 370 g/L y la densidad compactada de 400 g/L.

Ejemplo 4: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,1 % en masa

15 Una etapa de molienda en un molino de cuchillas se lleva a cabo en dos kilogramos de una sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ en forma de extruidos obtenidos de acuerdo con la patente FR2964968. El polvo obtenido después de la molienda tiene un TOS del 74 %, un contenido de calcio del 11,2 %, un contenido de agua del 11 % y una granulometría promedio de 150 μm . Se incorpora un kilogramo de este producto en un lecho de aire fluidizado con un volumen útil de 5 litros. En este polvo, se pulverizan 400 g de una solución de HMTBA a 88 % de materia seca a una velocidad de flujo de 300 g/H, una presión de pulverización de 1,5 bares y una temperatura de entrada del lecho de aire fluidificado a 60 °C. El producto se seca luego durante 30 min.

20 El producto obtenido tiene un TOS del 88,1 %, un contenido de calcio del 9,2 % y una humedad del 1,4 %. La granulometría promedio de este producto es de 250 μm y la densidad aparente es de 510 g/L.

Ejemplo 5: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,4 % en masa

25 Se incorpora un kilogramo de sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,5 % de TOS, 11,7 % de calcio y 2,3 % de humedad en un lecho de aire fluidizado. Sobre este polvo, se pulverizan 275 g de una solución de HMTBA al 95,47 % de materia seca calentada a una temperatura de 60°C a una velocidad de flujo de 300 g/H, una presión de pulverización de 1,5 bares y una temperatura de entrada del lecho de aire fluidizado de 60 °C. El producto se seca luego durante 5 min.

El producto obtenido tiene un TOS del 88,4 %, un contenido de calcio del 8,9 % y una humedad del 1,5 %. La granulometría promedio de este producto es de 680 μm , la densidad aparente es de 380 g/L y la densidad compactada es de 410 g/L.

Ejemplo 5 bis: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,2 % en masa

30 Se incorporan tres kilogramos de sal $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,5 % de TOS, 11,7 % de calcio y 2,3 % de humedad en un granulador rotativo con un volumen útil de 5 litros del tipo GLATT GRC3. En este polvo, se pulveriza 1 kg de una solución de materia seca HMTBA al 88 % a una velocidad de flujo de 600 g/H, una presión de pulverización de 1,5 bares, una temperatura de entrada del granulador de 60 °C y una velocidad de rotación del disco de 200 rpm. El producto se seca luego durante 5 min.

35 El producto obtenido tiene un TOS del 88,2 %, un contenido de calcio del 9,1 % y una humedad del 1,7 %. La granulometría promedio de este producto es de 230 μm y la densidad aparente de 540 g/L.

Ejemplo 6: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,1 % en masa

40 Una sal en polvo de $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,2 % de TOS, 11,8 % de calcio y 1,8 % de humedad se alimentó en forma continua a una torre de atomización de múltiples efectos a una velocidad de flujo de 200 kg/H. En la parte inferior de la torre de secado, se pulverizó continuamente con una solución de HMTBA que contenía 88 % de materia seca. Esta solución se pulverizó, por un lado, sobre el lecho estático de la instalación industrial a una velocidad de flujo de 60 kg/h y una presión de pulverización de 4 bars y, por otro lado, sobre el vibrofluidizador a una velocidad de flujo de 16 kg/H y una presión de pulverización de 1,5 bars.

45 Las temperaturas aplicadas fueron de 100 °C para la temperatura del lecho estático, 70 °C para la primera parte del vibrofluidizador y 30 °C para la segunda parte del vibrofluidizador.

El producto obtenido tiene un TOS del 88,1 %, un contenido de calcio del 9,1 % y una humedad del 1,4 %. La granulometría promedio de este producto es de 196 μm , la densidad aparente es de 530 g/L y la densidad compactada con 10 golpes de 560 g/L.

Ejemplo 7: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,5 % en masa

50 Una sal en polvo de $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ con 85,18 % de TOS, 11,78 % de calcio y 1,79 % de humedad se alimenta en forma continua en una torre de efectos múltiples a una velocidad de flujo de 200 kg/H. En la parte inferior de la torre de

secado se pulveriza continuamente una solución de HMTBA al 96 % de materia seca, se calienta a una temperatura de 60 °C para reducir su viscosidad por debajo de 200 centipoise. Esta solución se pulveriza, por un lado, sobre el lecho estático de la instalación industrial a una velocidad de flujo de 48 kg/h y una presión de pulverización de 3,5 bars y, por otro lado, sobre el vibrofluidizador a una velocidad de flujo de 13 kg/H y una presión de pulverización de 1,5 bars.

- 5 Las temperaturas de las líneas de alimentación de líquido se controlan termostáticamente a 60°C para garantizar una pulverización satisfactoria de la solución concentrada de HMTBA.

Las temperaturas aplicadas son 100 °C para la temperatura del lecho estático, 70 °C para la primera parte del vibrofluidizador y 30 °C para la segunda parte del vibrofluidizador.

- 10 El producto obtenido tiene un TOS del 88,5 %, un contenido de calcio del 8,8 % y una humedad del 1,3 %. La granulometría promedio de este producto es de 250 µm y la densidad aparente es de 550 g/L.

Ejemplo 8: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,3 % en masa

Una lechada de cal preparada con 30 % de materia seca y una solución de HMTBA con 88 % de materia seca se mezclan continuamente de acuerdo con las condiciones de la patente FR2988091.

- 15 Las tasas de alimentación son, respectivamente, de 95 kg/H para la lechada de cal y 130 kg/H para la solución de HMTBA.

La mezcla de reacción se pulveriza usando una boquilla de acuerdo con el conocimiento de una persona experta en la técnica, en una torre de atomización de efectos múltiples con una temperatura de entrada de 180 °C y una temperatura de salida de 102 °C.

- 20 En la parte inferior de la torre, se pulveriza, por un lado, una solución de HMTBA al 88 % de EST sobre el lecho estático de la torre MSD a una velocidad de flujo de 35 kg/h y una presión de pulverización de 3 bars y, por otro lado, en el vibrofluidizador a una velocidad de flujo de 10 kg/H y una presión de pulverización de 1,5 bars.

Las temperaturas aplicadas son 70 °C para la temperatura del lecho estático, 60 °C para la primera parte del vibrofluidizador y 30 °C para la segunda parte del vibrofluidizador.

- 25 El producto obtenido tiene un TOS del 88,3 %, un contenido de calcio del 8,9 % y una humedad del 1,6 %. La granulometría promedio de este producto es de 180 µm y la densidad aparente es de 420 g/L.

Ejemplo 9: Preparación de un polvo que tiene un TOS de 88,6 % en masa

Una lechada de cal preparada con 30 % de materia seca y una solución de HMTBA con 88 % de materia seca se mezclaron continuamente en una turbina de atomización (del tipo NIRO Atomiseur). Las tasas de alimentación fueron, respectivamente, de 3,5 kg/H para la lechada de cal y de 4,5 kg/H para la solución de HMTBA.

- 30 La mezcla de reacción se atomizó en una torre de atomización de efecto único a una temperatura de entrada de 140 °C y una temperatura de salida de 85 °C.

El producto se recogió en un lecho de aire fluidizado para simular una torre de efectos múltiples.

- 35 Se pulverizaron 330 g de una solución de materia seca de HMTBA al 88 % sobre 1 kg de polvo producido previamente a una velocidad de flujo de 300 g/H, una presión de pulverización de 1,5 bares y una temperatura de entrada del lecho de aire fluidizado de 60 °C. Después de la pulverización, el producto se secó durante 5 min.

El producto obtenido tiene un TOS del 88,6 %, un contenido de calcio del 8,7 % y una humedad del 1,5 %.

Ejemplo 10: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,6 % en masa

La lechada de cal preparada con 37 % de materia seca y una solución de HMTBA con 88 % de materia seca se mezclan continuamente de acuerdo con las condiciones de la patente FR2988091.

- 40 Las tasas de alimentación son, respectivamente, 90 kg/H para la lechada de cal y 150 kg/H para la solución de HMTBA.

La mezcla se pulveriza usando una boquilla de acuerdo con el conocimiento de una persona experta en la técnica en una torre de atomización de efectos múltiples con una temperatura de entrada de 180 °C y una temperatura de salida de 105 °C.

- 45 En la parte inferior de la torre, una solución de HMTBA concentrada al 96 % de materia seca se pulveriza, por un lado, sobre el lecho estático de la torre MSD a una velocidad de flujo de 31 kg/h y una presión de pulverización de 3 bars y, por otro lado, en el vibrofluidizador a una velocidad de flujo de 16 kg/H y una presión de pulverización de 1,5 bars.

Las temperaturas de las líneas de alimentación de líquido se controlan termostáticamente a 60 °C.

ES 2 791 894 T3

Las temperaturas aplicadas son de 70 °C para la temperatura del lecho estático, 60 °C para la primera parte del vibrofluidizador y 30 °C para la segunda parte del vibrofluidizador.

El producto obtenido tiene un TOS del 88,6 %, un contenido de calcio del 8,7 % y una humedad del 1,3 %. La granulometría promedio de este producto es de 210 µm y la densidad compactada es de 430 g/L.

5 Ejemplo 11: Preparación de un polvo que tiene un TOS del 88,2 % en masa

Una lechada de cal preparada con 30 % de materia seca y una solución de HMTBA con 88 % de materia seca se mezclan continuamente de acuerdo con las condiciones de la patente FR2988091.

Las tasas de alimentación son, respectivamente, de 75 kg/H para la lechada de cal y 102 kg/H para la solución de HMTBA.

10 La mezcla de reacción se pulveriza usando una boquilla de acuerdo con el conocimiento de una persona experta en la técnica, en una torre de atomización de efectos múltiples con una temperatura de entrada de 160°C y una temperatura de salida a 85 °C. El secado se lleva a cabo bajo nitrógeno en una torre equipada con un sistema de reciclaje de gas de circuito cerrado.

15 En la parte inferior de la torre, una solución de HMTBA al 88 % de EST se pulveriza, por un lado, sobre el lecho estático de la torre MSD a una velocidad de flujo de 20 kg/h y una presión de pulverización de 3 bars y, por otro lado, en el vibrofluidizador a una velocidad de flujo de 15 kg/H y una presión de pulverización de 1,5 bars.

Las temperaturas aplicadas son de 60 °C para la temperatura del lecho estático, 50 °C para la primera parte del vibrofluidizador y 20 °C para la segunda parte del vibrofluidizador.

20 El producto obtenido tiene un TOS del 88,2 %, un contenido de calcio del 9 % y una humedad del 1 %. La granulometría promedio de este producto es de 240 µm y la densidad aparente de 480 g/L.

Ejemplo 12: Preparación de un polvo que comprende HMTBA de acuerdo con un procedimiento que no pertenece a la presente invención, y comparación del producto obtenido con un producto de acuerdo con la invención

La preparación se realizó por lotes en un mezclador de brazo en Z abierto a la atmósfera. Se incorporaron 372 g de un polvo cristalino de HMTBA₂(Ca) en el mezclador y luego se calentó a 85°C usando la doble cubierta del material.

25 Se añadió una solución de HMTBA de materia seca al 88 % 4 veces y a intervalos de 15 minutos al mezclador en funcionamiento. Las cantidades añadidas fueron de 93 g, 92 g, 94 g y 96 g. Al final de la última adición, la preparación se mantuvo en agitación durante 37 minutos a una temperatura de 73-82°C. La pasta recuperada se sometió luego a una operación de secado durante 24 h en un horno a 70°C.

El producto obtenido después del secado se molió para obtener partículas gruesas.

30 Se llevó a cabo un análisis comparativo de los productos producidos según el ejemplo 12 y según el ejemplo 1 de la presente solicitud.

La siguiente tabla indica las propiedades físicas y químicas de los polvos.

	Ejemplo 1 (Procedimiento que pertenece a la presente invención)	Ejemplo 12 (Procedimiento que pertenece a la presente invención)
Propiedades físicas		
Granulometría, µm	Producto homogéneo en granulometría de curva de Gauss con una mediana de 200 µm en promedio	Producto heterogéneo en granulometría con aglomerados que son de unos pocos mm a varias decenas de cm
Densidad aparente, g/l	370	680
Propiedades químicas		
Humedad, %	1,5	1
Calcio, %	10,1	9,4
TOS, %	88,4	89,9

Estos resultados indican muy claramente una diferencia significativa en cuanto a las propiedades físicas de estos polvos. El ejemplo 12 conduce a la obtención de gránulos heterogéneos de tamaño con una densidad > 650 g/l, mientras que el ejemplo 1 de la presente solicitud conduce a la obtención de un polvo homogéneo de tamaño con una densidad cercana a 400 g/l.

- 5 Otros análisis permiten distinguir los dos tipos de productos. Por lo tanto, se estudió el aspecto visual de los polvos utilizando un microscopio óptico (figura 1) y un microscopio óptico de barrido (figura 2).

Las partículas fabricadas según el ejemplo 1 son pequeñas partículas esféricas, con una distribución de tamaño granulométrico bastante ajustada y de color crema.

- 10 Las partículas del ejemplo 12 son agregados compactos que pueden ser angulares, heterogéneos en tamaño y forma, de color marrón y con una superficie lisa. El análisis de rayos X también permitió resaltar las diferencias con respecto al grado de cristalinidad de las partículas obtenidas de acuerdo con el procedimiento (figura 3), vinculado a la intensidad del pico a $2\theta = 9^\circ$.

Estos resultados permiten proponer una clasificación en orden creciente de cristalinidad $A < B < C$.

- 15 La muestra A corresponde a la sal en polvo de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ obtenida en el ejemplo 9, antes de la pulverización: se trata del núcleo de sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$, sin una capa externa.

La muestra B corresponde al polvo obtenido al final del ejemplo 1.

La muestra C corresponde al polvo obtenido al final del ejemplo 12.

El polvo A (núcleo de sal de la fórmula (I) sin una capa externa) y el polvo B (objeto de la presente invención), por lo tanto, son menos cristalinos que el polvo C.

- 20 **Ejemplo 13:** Análisis SEM acoplado con espectrometría de emisión de rayos X de las partículas obtenidas de acuerdo con el ejemplo 3

Se realizó un análisis SEM junto con la espectrometría de emisión de rayos X en una partícula fabricada de acuerdo con el ejemplo 3 para resaltar la diferencia en la composición química entre el núcleo desde el exterior de la partícula (figura 4).

- 25 La cuantificación interna (figura 4A) es la siguiente:

Elemento	% de masa	% de At
C	44,11	62,47
O	17,88	19,01
S	22,58	11,98
Ca	15,42	6,54
Total	100,00	100,00

La relación atómica S/Ca es, dentro de la partícula (en el núcleo), de aproximadamente 1,8.

La cuantificación externa (figura 4B) es la siguiente:

Elemento	% de masa	% de At
C	53,01	67,39
O	22,74	21,70
s	17,60	8,38
Ca	6,65	2,53
Total	100,00	100,00

- 30 La relación atómica S/Ca es, en el exterior de la partícula (en su superficie), de aproximadamente 3,3. Este análisis permite resaltar una diferencia en la composición química entre el núcleo de la partícula y el exterior de la partícula, en particular con respecto al porcentaje de calcio.

La composición química teórica de la sal de la fórmula (I) $(\text{HMTBA})_2\text{Ca}$ y del complejo de la fórmula (II) $(\text{HMTBA})_4\text{Ca}$ es la siguiente:

Forma de sal de la fórmula (I) = 338 g/ mol

Átomos	Números	Peso molecular total, g/mol	% en peso molecular de la molécula considerada
Carbono	10	120	35,5
Oxígeno	6	96	28,4
Azufre	2	64	18,9
Hidrógeno	18	18	5,32
Calcio	1	40	11,8

La relación atómica teórica S/Ca es, para la sal de la fórmula (I), de aproximadamente 1,6.

Forma compleja de la fórmula (II) = 636 g/mol

Átomos	Números	Peso molecular total, g/mol	% en peso molecular de la molécula considerada
Carbono	20	240	37,7
Oxígeno	12	192	30,1
Azufre	4	128	20,1
Hidrógeno	36	36	5,6
Calcio	1	40	6,28

5

La relación atómica teórica S/Ca es, para la sal de la fórmula (I), de aproximadamente 3,2.

La comparación entre los valores teóricos y los valores medidos con respecto al % de azufre y calcio indica la presencia de una sal de la fórmula (I) de HMBTA dentro de la partícula y de un complejo de la fórmula (II) en el exterior.

REIVINDICACIONES

1. Partícula que comprende:

- un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):



5 en la que:

A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,

M representa un metal divalente o trivalente,

n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente, y

- 10 • una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), sus sales y sus complejos, y sus mezclas,

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre el 10 % y el 40 %, en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) de dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula.

2. Partícula de acuerdo con la reivindicación 1, en la que dicho compuesto B tiene la forma:

- libre, seleccionado de entre el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), y/o

- 20 - de dicha sal de la fórmula (I) como se define en la reivindicación 1, y/o

- de un complejo de la fórmula (A)₄M (II), en el que A y M son como se definen en la reivindicación 1, representando A el ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde dicho compuesto B tiene en particular la forma:

- 25 - libre,

- del complejo de la fórmula (II),

- de una mezcla de la forma libre y el complejo de la fórmula (II),

- de una mezcla de la forma libre y la sal de la fórmula (I),

- de una mezcla de la sal de la fórmula (I) y el complejo de la fórmula (II), o

- 30 - de una mezcla de la forma libre, de la sal de la fórmula (I) y del complejo de la fórmula (II).

3. Partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, en la que:

- el contenido de agua es inferior al 3 %, en particular inferior al 2 % o al 1,5 % en masa,

- el contenido de calcio está comprendido entre el 6 y el 11 % en masa, en particular entre el 6,5 y el 10 %, más particularmente entre el 7 y el 9 %, siendo el contenido de calcio en particular del 8 %, o

- 35 - el porcentaje en masa de dicho compuesto B con respecto a la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre el 10 % y el 40 %, en particular entre el 15 % y el 35 %, más particularmente entre el 20 % y el 32 %.

4. Partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que dicho metal se selecciona del grupo que comprende Mg, Be, Ca, Sr, Ba, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Pt, B, Al, Ga, In, en particular, Mg, Ca, Fe, Mn, Al, Cu, Zn, siendo la sal de la fórmula (I) en particular (HMTBA)₂Ca, (HMTBA)₂Mg, (HMTBA)₂Fe, (HMTBA)₂Mn, (HMTBA)₂Zn, (HMTBA)₂Cu, (HMTBA)₃Fe, (HMTBA)₃Al, (Metionina)₂Ca, (Metionina)₂Mg, (Metionina)₂Fe, (Metionina)₂Mn, (Metionina)₂Zn, (Metionina)₂Cu, (Metionina)₃Fe, (Metionina)₃Al, (Cisteína)₂Ca, (Cisteína)₂Mg, (Cisteína)₂Fe, (Cisteína)₂Mn, (Cisteína)₂Zn, (Cisteína)₂Cu, (Cisteína)₃Fe, o (Cisteína)₃Al, más en particular, una sal de la fórmula (HMTBA)₂Ca, (HMTBA)₂Mg, (HMTBA)₂Fe, (HMTBA)₂Mn, (HMTBA)₂Zn, (HMTBA)₂Cu, (Metionina)₂Ca,

(Metionina)₂Mg, (Metionina)₂Fe, (Metionina)₂Mn, (Metionina)₂Zn, (Metionina)₂Cu, (Cisteína)₂Ca, (Cisteína)₂Mg, (Cisteína)₂Fe, (Cisteína)₂Mn, (Cisteína)₂Zn o (Cisteína)₂Cu.

5. Partícula de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que:

- dicho anión A⁻ es 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato,

5 y/o

- dicho compuesto B comprendido en dicha capa es ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), o una de sus sales o complejos.

6. Composición pulverulenta que consiste o que comprende partículas como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

10 7. Composición pulverulenta de partículas de acuerdo con la reivindicación 6, en la que el tamaño granulométrico de dichas partículas varía de 10 a 3000 µm, en particular de 20 a 300 µm, más particularmente de 100 a 250 µm, en promedio granulométrico [Dv(0,5)].

8. Composición pulverulenta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 a 7:

- cuya densidad aparente es superior a 350 g/L, en particular superior a 400 g/L, o

15 - cuya densidad compactada es superior a 400 g/L, en particular superior a 450 g/L.

9. Composición pulverulenta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, que comprende, además de dichas partículas, aceite, en particular aceite vegetal.

10. Proceso para la preparación de una partícula que comprende:

• un núcleo que consiste esencialmente en una sal de la siguiente fórmula (I):

20 $(A^-)_n M^{n+} (I)$

en la que:

A⁻ representa un anión seleccionado del grupo que consiste en 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoato, metionato y cisteinato,

M representa un metal divalente o trivalente,

25 n es igual a 2 cuando dicho metal es divalente y a 3 cuando dicho metal es trivalente, y

• una capa que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA),

en donde dicha capa recubre dicho núcleo,

30 en donde el porcentaje en masa de dicho compuesto B en relación con la sal de la fórmula (I) del núcleo está comprendido entre el 10 % y el 50 %, en donde dicho compuesto B no tiene o no solo tiene la forma de una sal de la fórmula (I),

en donde el contenido de compuestos orgánicos que contienen azufre (TOS) en dicha partícula es superior al 87 % en masa, en particular superior al 88 %, 89 % o 90 % en masa, en relación con la masa total de dicha partícula,

35 en donde dicho procedimiento comprende una etapa de pulverización sobre un sólido que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I) como se definió con anterioridad, de una composición que comprende un compuesto B seleccionado del grupo que consiste en ácido 2-hidroxi-4-metil-tio-butanoico (HMTBA), estando comprendida la masa de dicho compuesto B entre el 10 % y el 50 % de la masa de la sal de la fórmula (I) del sólido,

para obtener dicha partícula,

40 en particular, en donde dicha composición comprende además agua, estando comprendido el porcentaje en masa de agua de dicha composición entre 0,5 y 50.

11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que dicha etapa de pulverización se lleva a cabo:

- en un lecho de aire fluidizado discontinuo o continuo,

o

- en un vibrofluidizador,

o

- en torre de atomización por copulverización,

en donde dicha etapa de pulverización se realiza en particular en forma continua.

5 12. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11, en el que se obtiene el núcleo que consiste esencialmente en una sal de la fórmula (I):

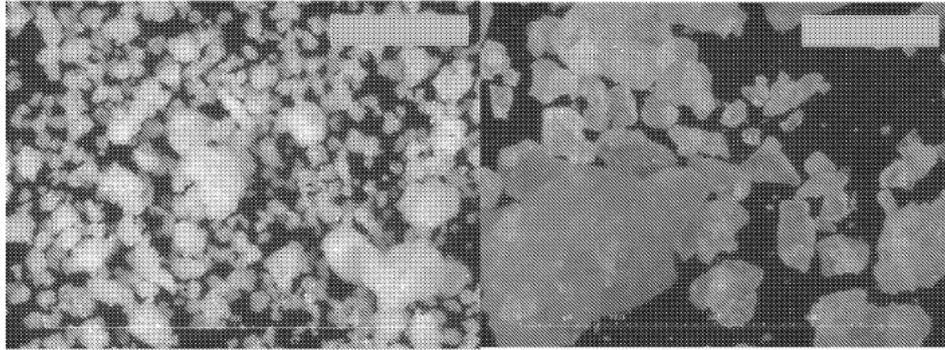
- por atomización reactiva,

- en un lecho de aire fluidizado, granulador, granulador rotativo o mezclador,

- por extrusión reactiva, o

10 - utilizando un mezclador estático o dinámico.

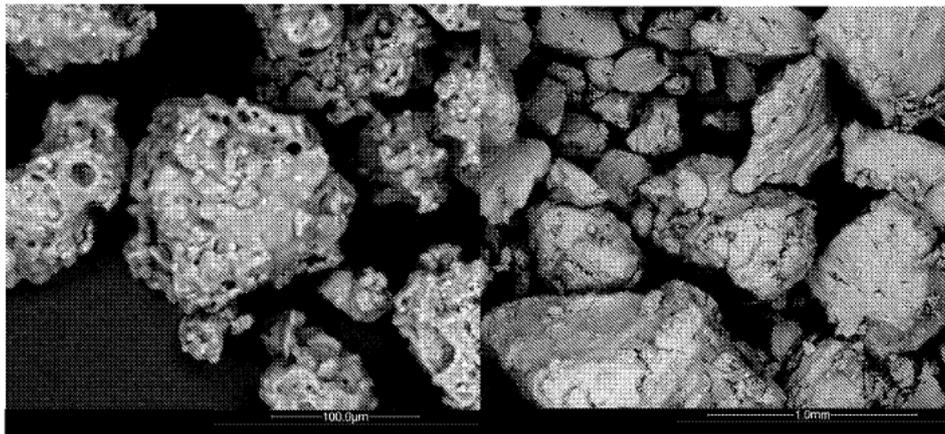
FIGURA 1



A

B

FIGURA 2



A

B

FIGURA 3A

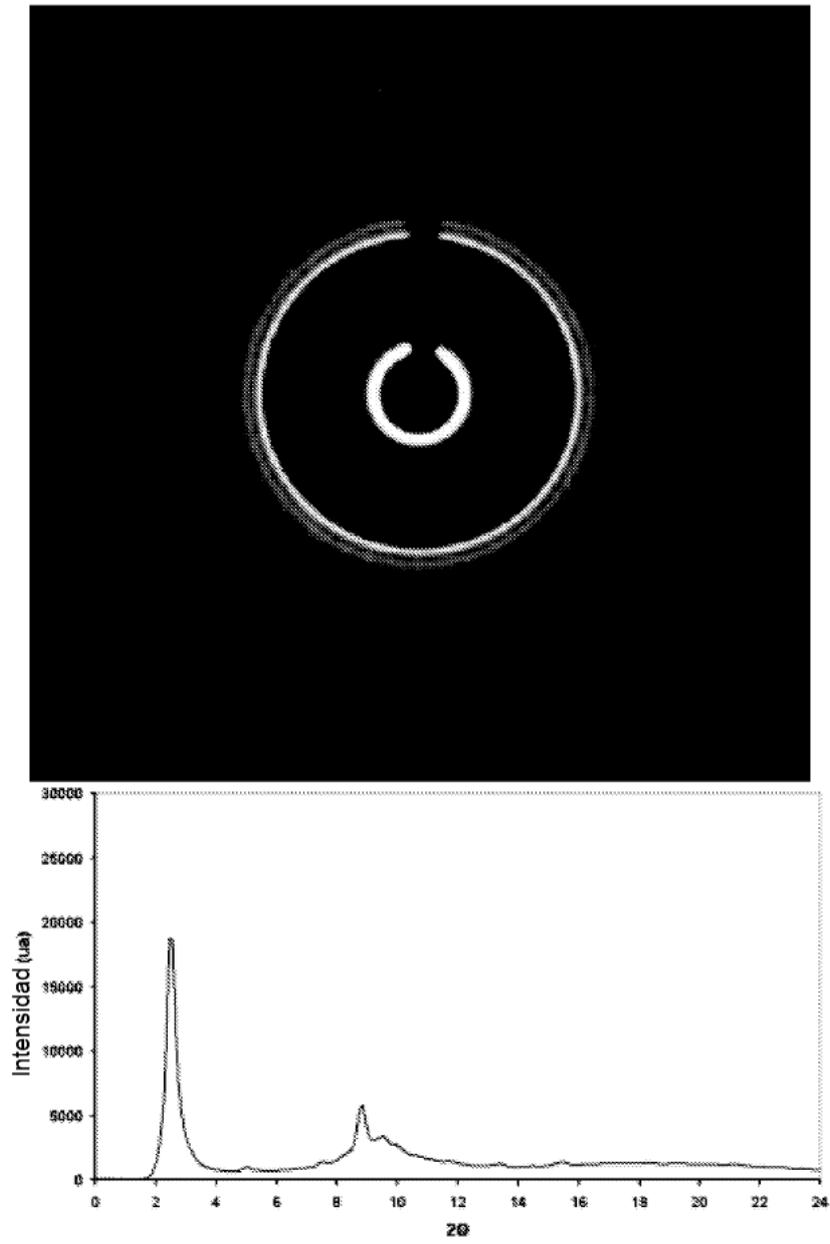


FIGURA 3B

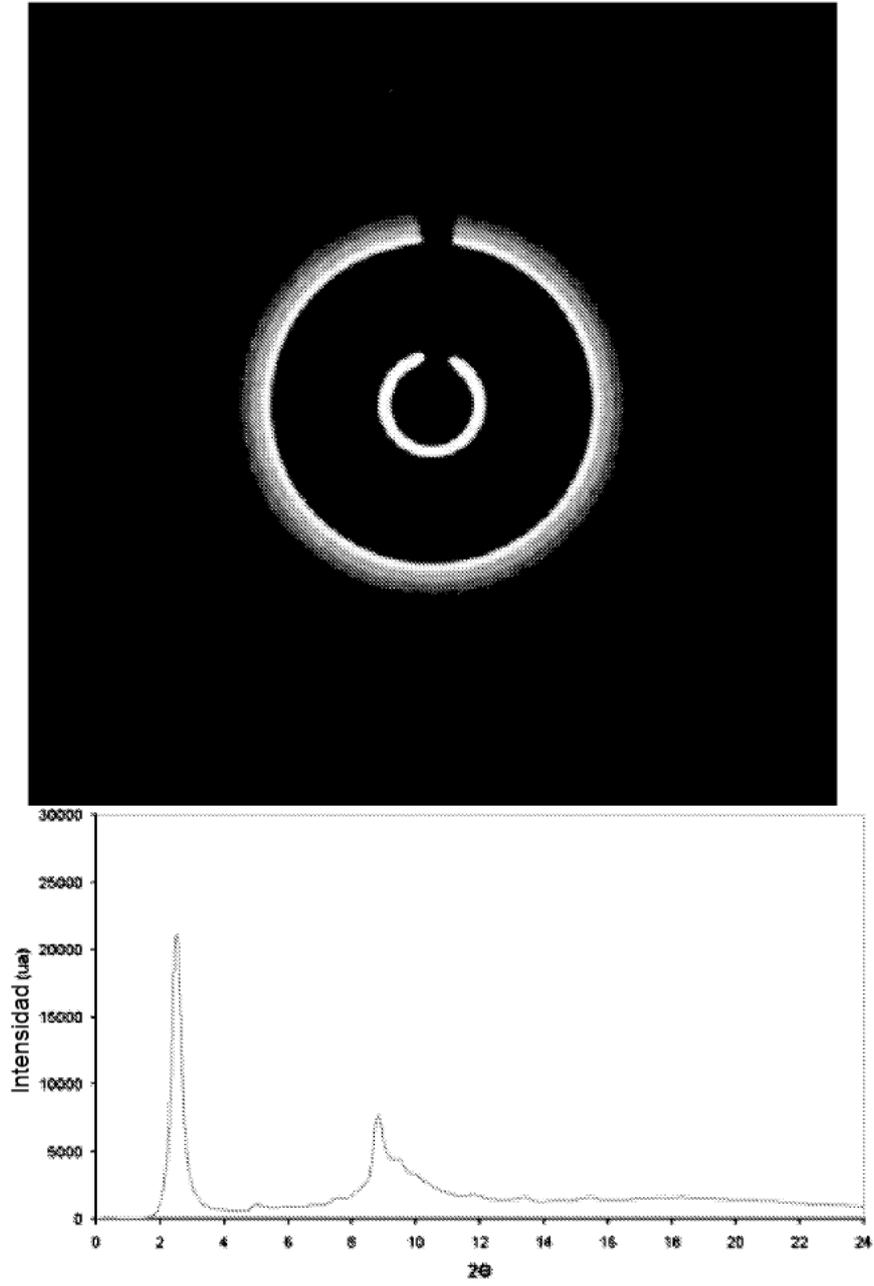


FIGURA 3C

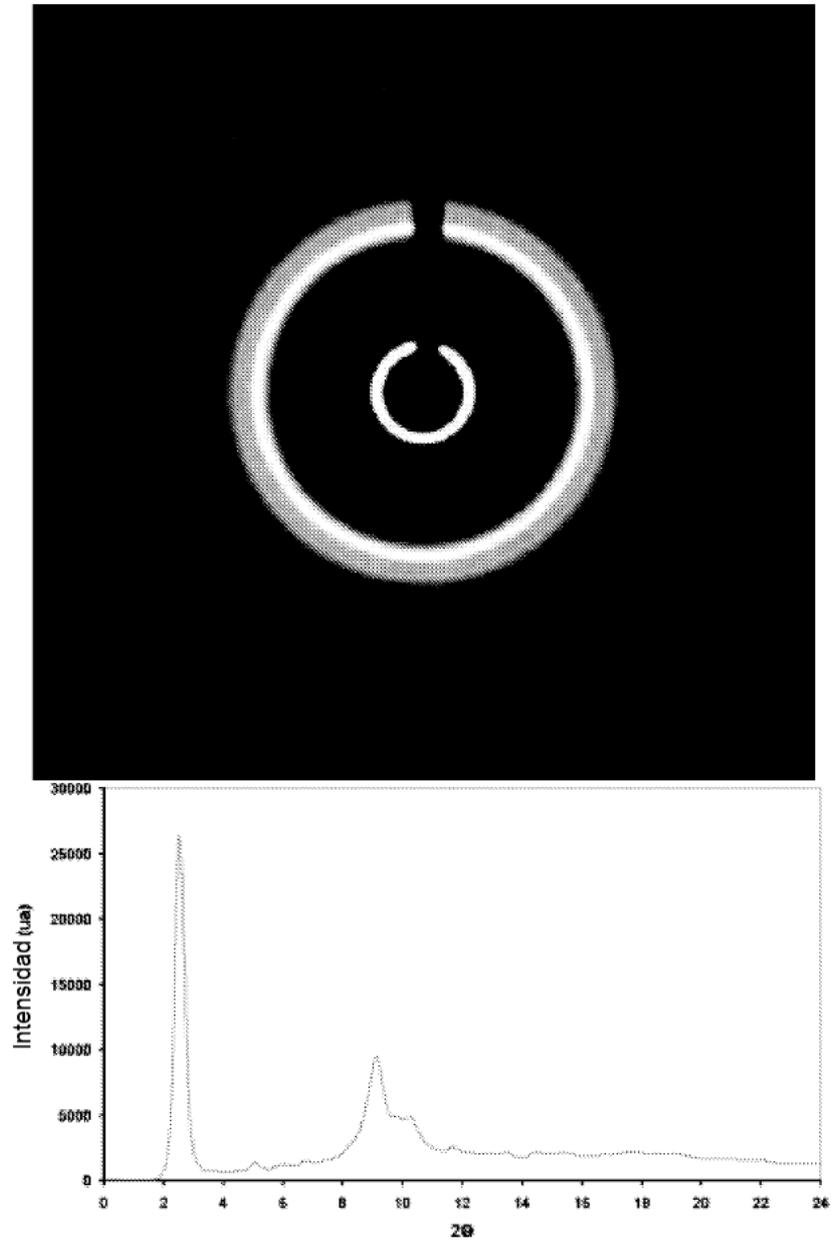


FIGURA 4

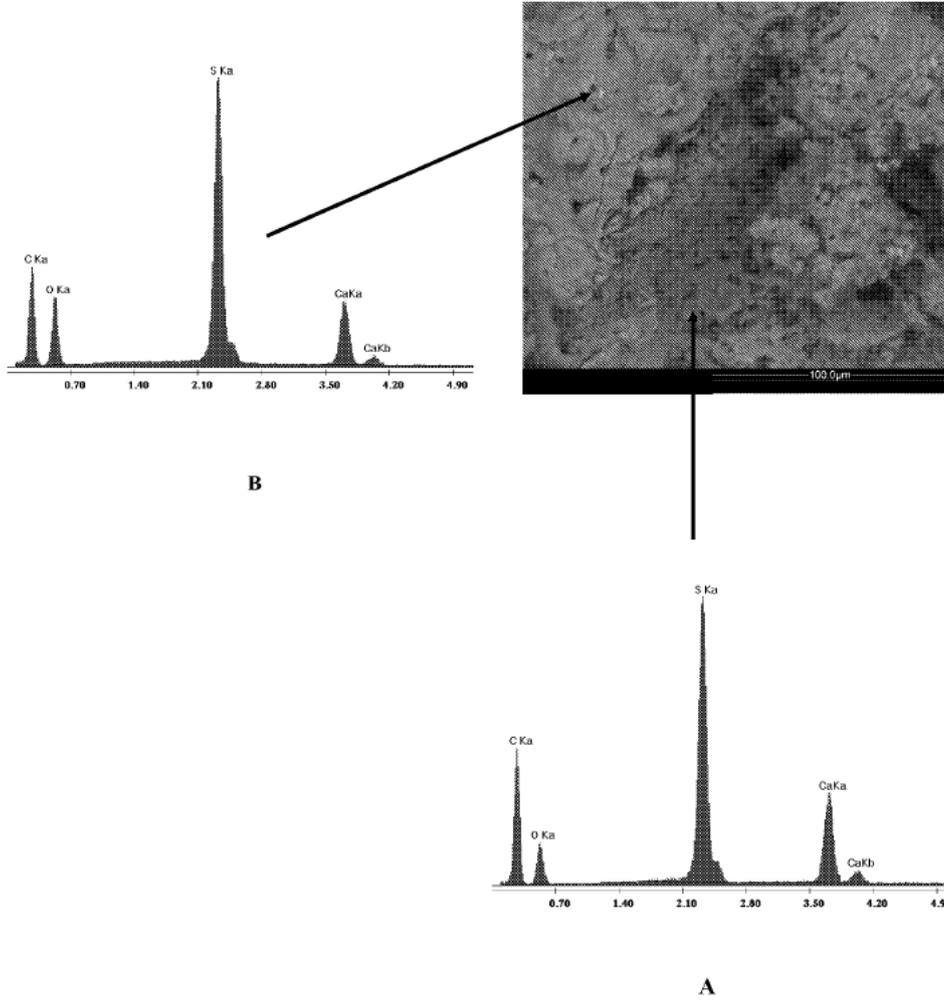


FIGURA 7

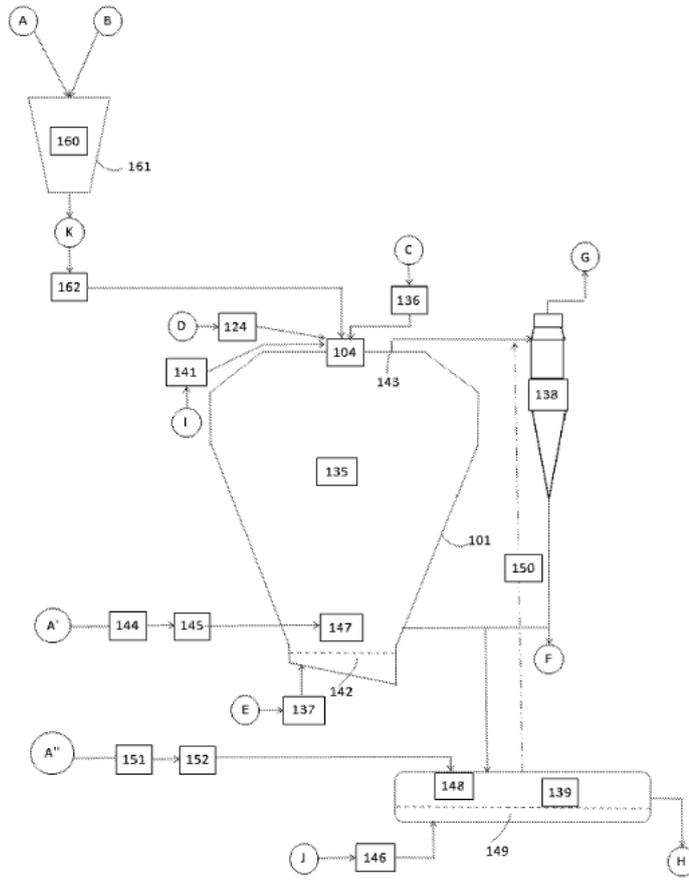


FIGURA 8

