

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 827 282**

51 Int. Cl.:

**B02C 17/16** (2006.01)

**B02C 17/18** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.05.2019 PCT/EP2019/063656**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.12.2019 WO19228983**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.05.2019 E 19725763 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.08.2020 EP 3618966**

54 Título: **Trituradora tridimensional, procedimiento de implementación y usos de la misma**

30 Prioridad:

**29.05.2018 FR 1854592**

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

**20.05.2021**

73 Titular/es:

**DEASYL SA (100.0%)  
Chemin du pont-du-Centenaire 109  
1228 Plan-les-Ouates, CH**

72 Inventor/es:

**THIEL, JULIEN;  
LACOSTE, FRANÇOIS;  
LAIR, VALENTIN;  
HALLOUMI, SAMY;  
MALPARTIDA, IRÈNE y  
MOEVUS, BENOÎT**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

ES 2 827 282 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**

Trituradora tridimensional, procedimiento de implementación y usos de la misma

**5 Campo técnico al que se refiere la invención**

La presente invención se refiere al campo de las trituradoras tridimensionales adecuadas para permitir una microtrituración de al menos una materia prima. En particular, la presente solicitud se refiere a una trituradora tridimensional que presenta en su interior un dispositivo de calentamiento y, en particular un dispositivo de calentamiento por inducción.

Luego, la invención se refiere a un procedimiento de implementación de la trituradora antes mencionada, así como sobre sus usos con el fin de, en particular, realizar reacciones de síntesis de química orgánica o inorgánica.

**15 Antecedentes de la técnica**

Se conoce, por el estado de la técnica, la solicitud de patente estadounidense n.º US 5.597.126 relativa a una trituradora de microperlas tridimensional que permite la trituración en medio líquido de un producto generalmente en forma de polvo.

Esta trituradora comprende, en particular, una cámara de trituración cilíndrica o cónica, que se extiende según un eje longitudinal, que sirve para recibir las microperlas y el medio líquido. La cámara consta, en un extremo, de una entrada de producto y en su otro extremo, opuesto al primero, una salida de producto. La trituradora también comprende un mezclador que es coaxial con el eje de la cámara y es adecuada para pivotar para poner en movimiento el medio líquido y las microperlas. El mezclador también, además, varios órganos de mezcla distribuidos a lo largo de su longitud con el fin de favorecer la trituración.

Este tipo de trituradora se utiliza, en particular, en el campo farmacéutico, con el fin de reducir el diámetro de un producto, por ejemplo, del orden de un micrómetro al nanómetro.

El documento DE 44 34 940 describe una trituradora destinada a triturar/moles un objeto, tal como piedra o equivalente y que comprende una envoltura que comprende una pared cilíndrica que delimita una cámara de trituración, un agitador dispuesto en la cámara y que comprende un tubo de alimentación en donde puede circular un medio caliente o un medio frío con el fin de calentar o enfriar el objeto durante la trituración.

El documento KR 101 822 480 describe un procedimiento con el fin de producir un fertilizante orgánico a partir de desechos orgánicos de plantas o de animales. Este documento describe, en particular, que los desechos orgánicos de plantas o de animales de partida se mezclan en un mezclador de transferencia que comprende un agitador de tornillo mientras se calienta a una temperatura que va de 40 a 645 °C, luego se pulverizan en una trituradora a una temperatura que va de 50 a 65 °C.

El documento DE 100 64 828 describe una trituradora que comprende una cámara anular de calentamiento o de enfriamiento dispuesta en la periferia de una cámara de trituración.

Los documentos JP 2001 180933 y JP 2009 0006333 también describen una trituradora de perlas con el fin de triturar un objeto.

Aunque satisfactorio con el fin de reducir el tamaño de partículas de un producto, existe la necesidad en el estado de la técnica de una nueva trituradora tridimensional de microperlas que presente propiedades mejoradas.

El objeto de la presente invención es, de este modo, proporcionar una nueva trituradora tridimensional adecuada, en particular, para mejorar la dispersión o la puesta en contacto de al menos un compuesto de partida, preferentemente de al menos dos, industrialmente explotable y fácil de implementar.

**55 Objeto de la invención**

Para tal efecto, la presente invención se refiere a una trituradora tridimensional que comprende al menos:

- una cámara de trituración estacionaria que presenta una pared con forma general cilíndrica que se extiende según un eje longitudinal XX y delimita un espacio interior, siendo dicha cámara de trituración adecuada para recibir y mezclar al menos un compuesto de partida, generalmente al menos dos, en un medio líquido, para formar una mezcla inicial, estando dicha cámara destinada a llenarse parcialmente con al menos un cuerpo de trituración, preferentemente microperlas, comprendiendo la cámara de trituración estacionaria, en un primer extremo, al menos una entrada que sirve para introducir al menos dicho al menos un compuesto de partida y el medio líquido y, en un segundo extremo, una salida adecuada para evacuar un producto final formado en dicha cámara de trituración estacionaria;

- un agitador dispuesto en dicha cámara de trituración estacionaria, que consta de una varilla alargada según el eje longitudinal XX, siendo dicho agitador adecuado para pivotar para poner en movimiento el conjunto del cuerpo de trituración/mezcla inicial,
- 5 caracterizado por que la cámara de trituración estacionaria integra en dicho espacio interior al menos un dispositivo de calentamiento que está implantado para calentar al menos una zona de dicha cámara de trituración estacionaria.

En particular, el dispositivo de calentamiento es un dispositivo de calentamiento por inducción.

10 Por estas características, la trituradora según la invención permite realizar reacciones de mecanosíntesis, en particular, continuamente, que son eficaces a través de la presencia del dispositivo de calentamiento, tal como un dispositivo de calentamiento por inducción. En efecto, tal dispositivo permite, por ejemplo, activar reacciones de síntesis de química orgánica o de química inorgánica que necesitan una cierta temperatura de reacción, poder utilizar compuestos de partida que pueden estar en forma líquida en función de su temperatura de fusión, o utilizar compuestos de partida

15 cuya viscosidad no sea adecuada a temperatura ambiente. De este modo, la trituradora según la invención ya está destinado solo al compuesto de partida en forma de polvo, que es el uso general de una trituradora tridimensional de microperlas.

20 Por consiguiente, la trituradora según la invención presenta la ventaja de formar un reactor que permite la síntesis eficaz de compuestos químicos ya que es capaz de funcionar a temperatura y, además, de aumentar los rendimientos de estas síntesis químicas, reduciendo al mismo tiempo los tiempos de reacción habituales. Como se ilustra en la parte experimental a continuación, los tiempos de reacción generalmente pasan de 3 a 13 horas a un tiempo inferior a 1 hora, normalmente inferior a 1 minuto (ejemplo, reacción de transesterificación de carbonato de dimetilo según la tasa de conversión deseada).

25 Por lo demás, el dispositivo de calentamiento, tal como un dispositivo de calentamiento por inducción, permite calentar la mezcla inicial que se encuentra en forma de un flujo líquido, incluso si éste presenta un caudal alto y sin disipación de calor en el exterior de la trituradora. En efecto, el dispositivo de calentamiento situado en el corazón de la cámara estacionaria, permite aportar suficiente energía calorífica al flujo continuo, es decir, el caudal continuo del compuesto o de los compuestos de partida en el medio líquido que cruza la cámara estacionaria. Un simple calentamiento de la

30 periferia de la cámara estacionaria resultaría en una pérdida total ya que parte de esta energía se habría disipado al exterior del cuenco, lo que no es el caso del dispositivo de calentamiento según la invención.

35 Por último, la presente invención tiene la ventaja de permitir el posicionamiento (en la entrada y/o en el medio de la cámara estacionaria, etc.) y el ajuste (temperatura deseada) de dicho al menos un dispositivo de calentamiento, tal como un dispositivo de calentamiento por inducción, en función de la reacción deseada.

Otras características no limitantes y ventajosas de la trituradora tridimensional según la invención, consideradas individualmente o según todas las combinaciones técnicamente posibles, son las siguientes:

- 40 - dicho dispositivo de calentamiento por inducción es soportado por al menos parte de dicho agitador permitiendo la puesta en movimiento rotativo de dicho dispositivo de calentamiento por inducción;
- dicho dispositivo de calentamiento por inducción comprende: al menos un inductor adecuado para generar un campo magnético, y al menos un susceptor, conductor de electricidad, que está acoplado a dicho inductor y que es adecuado para ser calentado por este último;
- 45 - la cámara de trituración estacionaria incorpora una pantalla magnética dispuesta entre dicho inductor y dicha varilla del agitador, para orientar el calentamiento hacia la mezcla inicial;
- dicha pantalla magnética consta de una primera parte tubular ajustada sobre al menos parte de la longitud de dicha varilla del agitador y una segunda parte en forma de disco, conectada a la primera parte, que está dispuesta en perpendicular a dicha varilla;
- 50 - dicho al menos un inductor es una bobina o un solenoide que presenta espiras que rodean parte de dicha varilla del agitador, ventajosamente una sección aguas arriba, estando dicha parte de varilla, en su caso, protegida por dicha pantalla magnética;
- dicho al menos un susceptor corresponde a un primer órgano de mezcla, dispuesto en perpendicular al agitador, situado ventajosamente en el primer extremo de la cámara de trituración estacionaria;
- 55 - el primer órgano de mezcla consta de una base unida a la varilla del agitador, estando implantado dicho inductor al nivel de dicha base;
- la cámara de trituración estacionaria comprende, dispuesto(s) en perpendicular al agitador, uno o varios otros órganos de mezcla, diferente(s) del primer órgano de mezcla;
- dicho al menos un dispositivo de calentamiento por inducción está situado cerca del primer extremo de la cámara de trituración estacionaria;
- 60 - dicho al menos un dispositivo de calentamiento por inducción está conectado a un generador de corriente eléctrica alterna dispuesto fuera de dicha cámara de trituración por medio de al menos un medio de suministro de corriente, que es preferentemente coaxial con la varilla del agitador;
- la cámara de trituración estacionaria consta de un medio de control de presión, tal como una válvula;
- 65 - la trituradora comprende un medio de enfriamiento, tal como un intercambiador térmico, dispuesto en el exterior de dicha cámara de trituración estacionaria en el lado del segundo extremo;

- la trituradora comprende al menos un medio de control de la temperatura y/o al menos un medio de control de la presión en el interior de la cámara de trituración estacionaria.

La invención también propone un procedimiento para implementar la trituradora tridimensional tal como se define

5 anteriormente, caracterizado por que comprende las siguientes etapas sucesivas:

(i) el arranque del dispositivo de calentamiento, preferentemente un dispositivo de calentamiento por inducción y la puesta en rotación del agitador;

10 (ii) la introducción de dicho al menos un compuesto de partida, generalmente de al menos dos, en el medio líquido, para formar una mezcla inicial, a través de la entrada a la cámara de trituración estacionaria;

(iii) la trituración de dicha mezcla inicial que es calentada por el medio de calentamiento a una temperatura de al menos 60 °C, preferentemente, que va de 60 a 800 °C, en particular, de 60 a 400 °C, durante un tiempo de estancia inferior o igual a 30 minutos, preferentemente, inferior o igual a 15 minutos, en particular, inferior o igual a 1 minuto

15 y, en particular, que va de 5 a 25 segundos;

(iv) la recuperación a la salida de la cámara de trituración estacionaria del producto final formado en dicha cámara.

Preferentemente, el procedimiento comprende la siguiente etapa adicional:

20 (v) el enfriamiento del producto final, de modo que éste presente una temperatura inferior o igual a 60 °C, preferentemente inferior o igual a 50 °C y típicamente inferior o igual a 30 °C.

Por último, la presente invención se refiere al uso de la trituradora tridimensional tal como se describió anteriormente para realizar reacciones de síntesis de química orgánica e inorgánica o para triturar al menos un compuesto de partida.

25 Para el resto de la descripción, a menos que se especifique lo contrario, la indicación de un intervalo de valores "de X a Y" o "entre X e Y", en la presente invención, se entiende que incluye los valores X e Y.

Por "compuesto de partida", se entienden todos los compuestos que pueden estar presentes en forma líquida, gas, sólido (polvo, etc.), siendo generalmente el compuesto de partida un reactivo que permite realizar una reacción de síntesis química con otro compuesto de partida y/o el medio líquido según la reacción deseada.

30 Por medio líquido, significa cualquier medio líquido que permita mejorar la mezcla del(de los) compuesto(s) de partida con los cuerpos de trituración, como micropérlas; según la reacción deseada, este medio de partida también puede corresponder a uno de los reactivos en exceso.

35 Por "producto final", se entiende el producto obtenido a la salida de la trituradora, incluyendo en particular también los productos de reacción intermedios.

### 40 Descripción de las figuras

La invención se comprenderá mejor y otras finalidades, detalles, las características y ventajas de este último surgirán más claramente al leer la siguiente descripción de ejemplos de realización no limitativos de la invención, con referencia a las figuras adjuntas en las que:

45 - la figura 1 muestra una vista en sección, según un plano de sección que pasa por el eje longitudinal XX, de una trituradora tridimensional según un primer modo de realización de la invención que comprende en particular un dispositivo de calentamiento por inducción;

- la figura 2 muestra una vista en sección según el eje longitudinal XX de una trituradora tridimensional según un segundo modo de realización de la invención que comprende en particular dos dispositivos de calentamiento por inducción;

50 - la figura 3 representa, según los planos de sección que pasan por el eje longitudinal XX y por el eje AA, diferentes variantes de realización de trituradoras tridimensionales según la invención, cada una de las cuales comprende un dispositivo de calentamiento y al menos un agitador que posiblemente soporta otro órgano de mezcla: (a) el agitador comprende varios otros órganos de mezcla de acuerdo con la trituradora de la figura 1, (b) el agitador consta además de dedos adecuados para cooperar con los otros órganos de mezcla y (c) el agitador no consta de órganos de mezcla y dedos; y

55 - la figura 4 muestra los espectros de difracción de rayos X (XRD) de cristales de glicerolato de zinc obtenidos utilizando la trituradora según la invención y su procedimiento de implementación asociado con acetato de zinc como catalizador cuando se utiliza el dispositivo de calentamiento (temperatura 93 °C): ejemplo 4 para el difractograma situado en la parte superior, o sin dispositivo de calentamiento (temperatura 23 °C): ejemplo 3 para el difractograma en la parte inferior. También se presentan los difractogramas de identificación tomados de los archivos DRX ICDD N.º 00-023-1975 para glicerolato de zinc, e ICDD N.º 04-007-1614 para óxido de zinc.

### 60 Descripción detallada de un ejemplo de realización

65 El Solicitante está comprometido con el desarrollo de una nueva trituradora tridimensional mejorada, adaptada para

implementación a una escala industrial.

5 En particular, el solicitante ha desarrollado una trituradora que permite realizar, la mayoría de las veces en una sola etapa, de las reacciones de síntesis química que presentan una tasa de conversión de buena a excelente, en tiempos de reacción muy cortos (generalmente en menos de una hora y típicamente en menos de 10 minutos) a temperaturas mayores o iguales a 60 °C y esto con un consumo de energía relativamente bajo.

Haciendo referencia a las figuras 1 a 3, a continuación, se describirá tal trituradora según la invención.

10 La trituradora tridimensional 100 comprende al menos una cámara de trituración estacionaria 1 que tiene una pared 7 con forma general cilíndrica que envuelve un interior 8.

La pared 7 se extiende según un eje longitudinal XX, ventajosamente horizontal.

15 Esta cámara de trituración estacionaria 1 está configurada para recibir y mezclar al menos un compuesto de partida, generalmente al menos dos, en un medio líquido, para formar una mezcla inicial.

20 En efecto, cuando la trituradora 100 esté destinado a reducir el tamaño de las partículas o de un polvo, la cámara 100 puede acomodar un solo compuesto de partida. Cuando la trituradora 100 esté destinada a realizar síntesis químicas, la cámara puede recibir al menos dos compuestos de partida distintos. Generalmente, se introducirán al menos dos compuestos de partida en la cámara de trituración estacionaria 1.

25 Por lo demás, esta cámara de trituración estacionaria 1 también está destinada a llenarse parcialmente con al menos cuerpos de trituración 6, tales como microperlas 6.

La cámara estacionaria 1 comprende, en un primer extremo 2 (aguas arriba), una entrada 4 que desemboca en la cámara de trituración estacionaria 1 y que sirve para introducir el compuesto o compuestos de partida y el medio líquido.

30 Esta entrada 4 también se puede utilizar para introducir las microperlas 6 antes de la implementación de la trituradora 100. Como se verá más adelante, la dimensión y la naturaleza de las microperlas 6 dependen de la reacción de síntesis deseada y se pueden ajustar en consecuencia.

35 La cámara de trituración 100 comprende, en un segundo extremo 3 (aguas abajo), una salida 5 que conduce al exterior y que está configurada para descargar un producto final formado en la cámara de trituración 1 estacionaria.

La salida 5 consta generalmente de un medio de separación (no representado), tal como un tamiz o una rejilla, adaptado para evacuar sólo el producto final y, en consecuencia, retener las microperlas 6 cuando la trituradora 100 está en funcionamiento.

40 En particular, la entrada 4 generalmente está conectada a al menos una bomba, por ejemplo, peristáltica (no representada). Esta bomba permite suministrar el(los) compuesto(s) de partida o incluso la mezcla inicial, si ha sido preparado de antemano, en el interior de la cámara de trituración estacionaria 1 a través de la entrada 4.

45 El(los) compuesto(s) de partida, o la mezcla inicial preparada de antemano, puede(n) estar contenido(s), por ejemplo, en al menos un recipiente, tal como un tanque. La bomba también permite, durante el funcionamiento de la trituradora tridimensional 100, llevar la mezcla de partida según un cierto caudal que es ajustable, en lo sucesivo denominado "caudal de paso". Este caudal de paso también forma una corriente en la cámara estacionaria 1 que hace posible conducir la mezcla de partida desde la entrada 4 a la salida 5.

50 La trituradora tridimensional 100 también comprende un agitador 10 que consta de una varilla alargada 11 según el eje longitudinal XX y que se extiende principalmente alrededor del primer extremo 2 hasta más allá del segundo extremo 3 de la cámara estacionaria 1.

55 Esta varilla alargada 11 se extiende ventajosamente coaxialmente con el eje longitudinal XX mencionado anteriormente.

Este agitador 10 es adecuado, en particular, para pivotar para poner en movimiento, además del mencionado inicio del paso, el conjunto del cuerpo de trituración 6 y mezcla inicial.

60 En particular, el agitador 10 está configurado para encenderse solo, según el eje longitudinal XX, a través de una varilla alargada 11 (o árbol rotativo), para impartir en el seno de la cámara estacionaria 1 un movimiento de remolino a la mezcla inicial y de este modo efectuar una agitación intensa entre esta mezcla inicial y las microperlas 6 presentes en la cámara 1 según la superficie interna de la pared 7 de esta cámara 1.

65 En particular, el agitador 10 a través de su varilla alargada 11 puede presentar una velocidad de rotación mayor o igual

a 100 revoluciones por minuto, ventajosamente superior o igual a 1000 revoluciones por minuto (rpm), preferentemente superior o igual a 2000 revoluciones por minuto y típicamente superior o igual a 2500 revoluciones por minuto.

5 En el sentido de la invención, "una velocidad de rotación superior o igual a 100 revoluciones por minuto" comprende los siguientes valores: 100; 150; 200; 250; 300; 350; 400; 450; 500; 550; 600; 650; 700; 750; 800; 850; 900; 950; 1000, etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores, "una velocidad de rotación superior o igual a 1000 revoluciones por minuto" comprende los siguientes valores: 1000; 1100; 1200; 1300; 1400; 1500; 1600; 1700; 1800; 1900; 2000; 2100; 2200; 2300; 2400; 2500; 2600; 2700; 2800; 2900; 3000; 3100; 3200; 3300; 3400; 3500; 3600; 3700; 3800; 3900; 4000; 4500; 5000; 5500; 6000; etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores.

10 En general, el agitador 10 presenta una velocidad de rotación que va de 1000 rpm a 5000 rpm, en particular de 1500 rpm a 4500 rpm, preferentemente de 2000 rpm a 4000 rpm y típicamente de 2800 a 3200 rpm.

15 Con el fin de mejorar esta agitación, el agitador 10, al igual que la superficie interna de la pared interna 7 de la cámara 1, pueden presentar diversas configuraciones posibles que se representan, por ejemplo, en la figura 3.

Según una primera configuración ilustrada en la figura 3a, el agitador 10 comprende, a lo largo de su varilla alargada 11, órganos de mezcla 22, 26 "rotativos", dispuestos perpendicularmente a ella.

20 Tal como se describirá más adelante, un órgano de mezcla 22 (llamado "primer órgano de mezcla") también puede corresponder a un susceptor del medio de calentamiento 20 según la invención y, de este modo, es diferente de los otros órganos de mezclas 26 (llamados "otros órganos de mezcla").

25 Este primer órgano de mezcla 22, así como los demás órganos de mezcla 26, puede corresponder a los órganos de mezcla descritos en el documento US 5 597 126.

En particular, pueden constar de al menos dos discos circulares paralelos entre sí, configurados para poner en movimiento los cuerpos de trituración 6 (microperlas).

30 El número de estos órganos de mezcla 22, 26 dentro de la cámara de trituración 1 puede variar de 2 a 8, preferentemente de 2 a 5.

Estos órganos de mezcla 22, 26 permiten, por un lado, para mejorar la trituración de la suspensión inicial mezclando más las microperlas 6 y, por otro lado, acelerar el tiempo de reacción.

35 Según una segunda configuración ilustrada en la figura 3b, el agitador 10 también puede comprender, a lo largo de su varilla 11, uno o varios órganos de mezclas 22, 26 "rotativos" y que también son adecuados para cooperar con los dedos 28 "fijos", dispuestos perpendicularmente con relación a la pared interna 7 de la cámara 1.

40 Un dedo 28 se presenta, en particular, en la forma de un anillo que se extiende perpendicularmente desde la pared 7.

Para esta configuración, los órganos de mezcla 22, 26 y los dedos 28 están dispuestos escalonados, a saber, los órganos de mezcla 22, 26 y los dedos 28 están dispuestos de manera alterna en la cámara 1.

45 Los dedos 28 forman de este modo contratedos, cada uno dispuesto entre dos órganos de mezcla 22, 26.

Además, el espesor de la varilla 11 aumenta en comparación con la configuración anterior (figura 3a) de modo que la periferia de los órganos de mezcla 22, 26 está cerca de la pared interna 7 y la de los dedos 28 está cerca de la periferia de la varilla del agitador 10.

50 De este modo, en esta configuración, el volumen de la cámara se reduce en comparación con la configuración anterior, permitiendo en consecuencia una mejor agitación entre la suspensión inicial, las microperlas 6 y la pared interna 7 de la cámara 1.

55 Según una tercera configuración, el volumen de la cámara 1 se puede reducir aún más como se ilustra en la figura 3c.

60 Según este modo, el agitador 10 presenta un diámetro externo ligeramente inferior al diámetro interno de la cámara 1, formando de este modo una cámara anular 12 de pequeño volumen dispuesta entre la pared externa del agitador 10 y la pared interior 7 de la cámara 1. Las microperlas (no representadas) se disponen en esta cámara anular 12. Durante el funcionamiento de esta tercera configuración, la suspensión partida se introduce por la entrada 4 con un cierto caudal, que luego viajará a través de la cámara anular 12 hasta la salida 5, mientras se agita por las microperlas 6.

65 La geometría de la cámara de trituración 1 y del agitador 10 puede ser ajustada por un experto en la materia en función de la reacción deseada, así como el tiempo de reacción deseado. Por ejemplo, también es posible que la cámara de trituración 1 comprenda un acelerador con el fin de mejorar la trituración de la mezcla inicial. Este acelerador es conocido por los expertos en la materia, no se detallará a continuación.

En general, la cámara estacionaria tiene un diámetro de 75 mm a 300 mm para una longitud de 80 mm a 900 mm y un agitador 10 tiene un tamaño que va de 65 mm a 260 mm. De este modo, el volumen de la cámara de trituración puede variar de 0,35 L a 600 L, preferentemente de 0,35 L a 400 L, y típicamente de 0,35 L a 62 L.

En el sentido de la invención, "un volumen de la cámara estacionaria 1 que va de 0,35 L y 600 L" comprende los siguientes valores: 0,35; 0,5; 0,8; 1; 2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10; 15; 20; 25; 30; 35; 40; 45; 50; 55; 60; 65; 70; 80; 85; 90; 100; 110; 120; 130; 140; 150; 160; 170; 180; 190; 200; 210; 220; 230; 240; 250; 260; 270; 280; 290; 300; 350; 400; 450; 500; 550; 600, etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores.

Preferentemente, las microperlas 6 alojadas en la cámara de trituración 3 de la trituradora 1 durante su funcionamiento son de forma sustancialmente esférica y tienen un diámetro medio menor o igual a 5 mm, generalmente que va de 0,05 mm y 4 mm, preferentemente de 0,2 a 3 mm, en particular de 0,3 a 2 mm, y típicamente del orden de 0,5 a 1 mm. De preferencia, el diámetro de las microperlas es menor o igual a 1 mm y típicamente es del orden de 0,05 mm a 1 mm.

Preferentemente se eligen entre microperlas que presentan una alta dureza y una resistencia a la abrasión relativamente buena.

En particular, las microperlas 6 tienen una dureza Vickers medida según la norma EN ISO 6507-1 (2005) mayor o igual a 900 HV1, preferentemente que va de 900 HV1 y 1600 HV1, típicamente que va de 1000 y 1400 HV1 y en particular que va de 110 y 1300 HV1.

En el sentido de la invención, "una dureza Vickers mayor o igual a 900 HV1" comprende los siguientes valores: 900; 910; 920; 930; 940; 950; 960; 970; 980; 990; 1000; 1010; 1020; 1030; 1040; 1050; 1060; 1070; 1080; 1090; 1000; 1110; 1120; 1130; 1140; 1150; 1160; 1170; 1180; 1190; 1200; 1300; 1400; 1500; 1600; 1700; etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores.

Ventajosamente, presentan una densidad real elevada. En general, las microperlas según la invención tienen una densidad real superior o igual a 2 g/cm<sup>3</sup>, en particular que va de 2 a 15 g/cm<sup>3</sup>, preferentemente de 3 a 12 g/cm<sup>3</sup>, y típicamente de 4 a 10 g/cm<sup>3</sup>.

De este modo, las microperlas según la invención pueden ser microperlas de cerámica, (óxido de circonio ZrO<sub>2</sub>, silicato de circonio ZrSiO<sub>4</sub>); microperlas de acero, microperlas de carburo de tungsteno, microperlas de vidrio o una de sus combinaciones.

Preferentemente, las microperlas son de cerámica porque no generan contaminación por su desgaste.

En particular, las microperlas están hechas de óxido de circonio.

Posiblemente, las microperlas de óxido de circonio pueden estabilizarse con otro óxido, tal como el óxido de cerio, óxido de itrio y/u óxido de silicio.

A modo de ejemplos, las siguientes composiciones, resumidas en la tabla 1 a continuación, convienen para formar las microperlas según la invención:

Tabla 1

Composición de microperlas	Dureza HV1	Densidad real (g/cm <sup>3</sup> )	Fabricante
Microperlas de óxido de circonio estabilizadas por óxido de cerio -80 % de ZrO <sub>2</sub> -20 % de CeO	1180	≥ 6,10	Saint-Gobain (Zirmil®Y Ceramic Beads) o EIP (Procerox® ZO Cer)
Microperlas de óxido de circonio estabilizadas con itrio - 95 % ZrO <sub>2</sub> - <5 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - Resto: Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1250	≥ 5,95	EIP (Procerox® ZO (Y))
Microperlas de óxido de circonio estabilizadas por itrio y silicio: - 78 % ZrO <sub>2</sub> , - 12 % SiO <sub>2</sub> , - 5 % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> et - 4 % Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	> 700	> 4,80	Saint-Gobain (ER120 Ceramic Beads)

(continuación)

Composición de microperlas	Dureza HV1	Densidad real (g/cm <sup>3</sup> )	Fabricante
Microperlas de silicato de circonio ZrSiO <sub>4</sub>	≥ 800	> 6,5	Saint-Gobain (Rimax Ceramic Beads)
Microperlas de vidrio	500	> 3,76	-
Microperlas de acero	700	> 7,7	-

Generalmente, las microperlas 6 adecuadas para la invención no están hechas de vidrio o exclusivamente de vidrio.

5 En particular, las microperlas 6 representan, en volumen, con relación al volumen total de la cámara estacionaria 2 del 50 % al 85 %, preferentemente del 55 % al 70 %.

En el sentido de la invención, "un volumen del 50 al 85 %" comprende los siguientes valores: 50; 55; 60; 65; 70; 75; 80; 85; etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores.

10 Por último, la trituradora 100 según la invención comprende al menos un dispositivo de calentamiento, tal como, por ejemplo, un dispositivo de calentamiento por inducción 20 que se ilustra en particular en las figuras 1 y 2.

15 En particular, el(los) dispositivo(s) de calentamiento por inducción 20 está(n) integrado(s) en el interior de la cámara de trituración estacionaria 1 y permiten calentar al menos una zona de dicha cámara de trituración estacionaria 1.

Según una característica de la invención, el(los) dispositivo(s) de calentamiento por inducción 20 está(n) ubicado(s) en la entrada de la cámara 1, es decir, alrededor del primer extremo 2 para poder calentar el flujo de mezcla inicial tan pronto como se introduzca y por tanto permitir y/o activar la síntesis química.

20 Según un modo de realización preferido de la invención, el dispositivo de calentamiento por inducción 20 está soportado al menos por una parte de dicho agitador 10, permitiendo la puesta en movimiento rotativo del dispositivo de calentamiento por inducción 20 alrededor del eje longitudinal XX.

Esta característica presenta la ventaja de permitir un mejor calentamiento del flujo que forma la mezcla inicial.

25 Generalmente, el dispositivo de calentamiento por inducción 20 comprende:

- al menos un inductor 21, adecuado para generar un campo magnético, y
- al menos un susceptor 22, conductor de electricidad, que está acoplado a dicho inductor 21 y que es adecuado para calentarse por este último 21.

30 En particular, el inductor 21 es una bobina o un solenoide que presenta espiras que rodean una parte de dicha varilla 11 del agitador 10, ventajosamente una sección aguas arriba situada en el lado del primer extremo 2 como se muestra en la figura 1.

35 El inductor 21 es adecuado, en particular, para generar un campo magnético que permitirá el calentamiento de los materiales conductores de su entorno, y en particular del susceptor 22 al que está acoplado. En efecto, el susceptor, que es conductor de electricidad, es adecuado para capturar el campo magnético emitido por el inductor.

40 Preferentemente, el inductor 21 está fabricado de alambre Litz de múltiples hilos y, de este modo, está bobinado sobre la varilla 11 de la trituradora 100. A modo de ejemplo, un cable de IDPartner de 300 hilos Litz Cu 9,425 mm<sup>2</sup> 6x50x0,2 mm es conveniente para la invención.

45 Según un primer modo de realización esquematizado en la figura 3c, la trituradora tridimensional 100 no comprende los órganos de trituración 22 o 26, siendo la agitación de la mezcla inicial efectuada en la cámara anular 12 de pequeño volumen.

De este modo, el dispositivo de calentamiento por inducción 20 está dispuesto preferentemente en la entrada de la cámara 1, en la unión entre la varilla 11 y el agitador 10 de mayor diámetro.

50 Según este modo de realización, el inductor 21, tal como una bobina, puede rodear la varilla 11; el susceptor 22 puede presentar la forma de un disco perpendicular a la varilla 11 que rodea dicha bobina.

El conjunto de bobina y susceptor puede ponerse en rotación mediante la varilla 11.

55 Según un segundo modo de realización tal como se representa en las figuras 3a, 3b y de manera más detallada en las figuras 1 y 2, la trituradora tridimensional 100 comprende órganos de mezcla 22 o 26.

Según este modo de realización, el susceptor 22 puede corresponder al primer órgano de mezcla implantado al nivel

del primer extremo 2, a saber, en el órgano de mezcla más cercana al extremo 2 de la cámara de trituración estacionaria 1.

5 Este primer órgano de mezcla 22 de este modo, se fabrica en un material que conduce la electricidad con el fin de poder formar el suscepto.

A modo de ejemplo, este primer órgano de mezcla puede estar hecho de un material resistivo como el acero al carbono con el fin de tener el máximo acoplamiento con respecto al campo magnético emitido por el inductor.

10 Además, la elección de este material también se indica en que presenta preferentemente resistencia a la fluencia a alta temperatura, tal como 800 °C. A modo de ejemplo, el primer órgano de mezcla 22 puede estar hecho de acero inoxidable Phytorm® 260 equivalente al acero inoxidable férrico Kara de ArcelorMittal grado K44. Este material se puede calentar hasta 700 °C lo que permite que el flujo líquido que lo cruza pase de la temperatura ambiente a la temperatura deseada.

15 Los otros órganos de mezcla 26 que son diferentes del primer órgano de mezcla 22, a saber, no son necesariamente conductores de electricidad, en particular, pueden realizarse de fundición cromada o cerámica del tipo óxido de circonio.

20 Con referencia a la figura 1, este primer órgano de mezcla 22 generalmente consta de una base unida a la varilla 11 del agitador 10. Preferentemente, el inductor 21 se implantado al nivel de esta base.

25 Generalmente, el dispositivo de calentamiento por inducción 20 está conectado a un generador de corriente eléctrica alterna dispuesto fuera de dicha cámara de trituración 1 a través de al menos un medio de suministro de corriente 27 que es coaxial a la varilla 11 del agitador 10.

30 En particular, el generador puede presentar una potencia que va de 5 a 15 kW y preferentemente de 10 kW con una frecuencia que varía, por ejemplo, de 17 a 200 kHz. Consta de una caja de capacidad que puede estar en paralelo o en serie. A modo de ejemplo, un generador de serie ID Partner de referencia IX3600 modelo PO8010 es conveniente para realizar la trituradora según la invención.

35 El medio de suministro de la corriente 27 puede corresponder, por ejemplo, a hilos de cobre, preferentemente un hilo de suministro de corriente, ir hacia la bobina y un hilo de suministro de corriente de vuelta hacia el generador. Estos hilos se pueden conectar al generador a través de un contactor 29. Este medio de suministro puede modificar el centro de gravedad de la varilla 11 del agitador 10. Sin embargo, se puede equilibrar compensándolo mediante la inserción de tornillos, por ejemplo, de tungsteno.

40 En general, el contactor 29 también es coaxial con la varilla 11 del agitador 10. Esta disposición presenta la ventaja de alimentar corriente a la bobina cuando el agitador 10 está rotación.

45 De este modo, el generador proporciona una corriente alterna sinusoidal, cuya frecuencia está definida por la oscilación del sistema formado por el conjunto: caja de capacidad del generador, el inductor 21 y el suministro de corriente 27. La corriente del generador es luego administrada al inductor 21 por el contactor 29 conectado a este último a través del medio de suministro de corriente 27. El inductor 21, alimentado con corriente, entonces podrá generar un campo magnético que será recogido por el primer órgano de mezcla 22 y permitirá que se caliente. Este primer órgano de mezcla 22, que está puesto en rotación por la varilla 11 del agitador 10, entonces podrá calentar eficazmente por conducción térmica la mezcla inicial (flujo) que cruza la cámara de trituración 1.

50 En general, la cámara de trituración estacionaria 1 incorpora una pantalla magnética 23 dispuesta entre dicho inductor 21 y dicha varilla 11 del agitador 10, para orientar el calentamiento hacia la mezcla inicial.

55 En efecto, es posible que el agitador 10 o su varilla 11 esté fabricado de un material conductor de electricidad y, de este modo, con el fin de evitar el sobrecalentamiento del agitador 10, es preferente proteger el agitador 10 o al menos la parte de varilla 11 que está rodeada por el inductor 21.

60 En particular, la pantalla magnética 23 (con sección en L) consta de una primera parte tubular 24 que está ajustada sobre al menos una parte de la longitud de dicha varilla 11 del agitador 1, generalmente la parte de la varilla que está rodeada por la bobina 21, y una segunda parte en forma de disco 25 o de corona, conectada a la primera parte 24, que está dispuesta en perpendicular a dicha varilla 11.

65 Esta pantalla magnética 23 también presenta la ventaja de dirigir el campo magnético emitido por la bobina 21 al primer órgano de mezcla 22 con el fin de que toda la potencia se concentre en el exterior del inductor y, en particular, no se dirige hacia la varilla 11. De este modo, la zona de calentamiento está restringida a la periferia exterior de la varilla 11 y particularmente concentrada en el primer órgano de mezcla 22.

A modo de ejemplo, la pantalla magnética puede ser un toro cilíndrico de Fluxtrol®.

Como se acaba de describir con referencia a la figura 1, la trituradora 100 puede comprender un dispositivo 20 de calentamiento por inducción.

- 5 Sin embargo, como variante, es posible que la trituradora 100 comprenda, como se representa en la figura 2, dos dispositivos de calentamiento por inducción 20.

10 Tal como se ha representado en la figura 2, los dos dispositivos de calentamiento 20 se ensamblan generalmente en serie, a saber, un primer dispositivo de calentamiento idéntico al dispositivo de calentamiento descrito anteriormente está conectado a un segundo dispositivo de calentamiento.

El segundo dispositivo de calentamiento también es similar al primer dispositivo de calentamiento, excepto que está conectado al mismo generador y al mismo contactor que el primer dispositivo de calentamiento.

15 En particular, el medio de suministro de corriente del segundo dispositivo de calentamiento está dispuesto entre el primer órgano de mezcla y el segundo órgano de mezcla, este segundo órgano de mezcla actúa como un susceptor del segundo medio de calentamiento 20. Este está dispuesto a la derecha de la varilla 11 y consta de una base unida a la misma. La bobina del segundo medio de calentamiento también rodea la varilla 11 al nivel de esta base. El segundo dispositivo de calentamiento también comprende una pantalla magnética que comprende dos partes: una primera parte tubular que está ajustada sobre una parte de la varilla 11 que va desde el disco 25 de la pantalla magnética del primer dispositivo de calentamiento a la bobina del segundo dispositivo de calentamiento que incluye la sección rodeada por la bobina, y una segunda parte también en forma de disco conectada a la primera parte y que está dispuesta en perpendicular a la varilla.

25 Esta segunda parte permite, en particular, orientar el campo magnético emitido por la bobina hacia el segundo órgano de mezcla.

30 Asimismo, en función de la dimensión de la trituradora y la reacción de síntesis química deseada, es posible que la trituradora 100 comprenda más dispositivos de calentamiento por inducción 20. No obstante, en general, uno o dos dispositivos de calentamiento por inducción 20 son suficientes para realizar las reacciones de síntesis deseadas.

En particular, la cámara de trituración estacionaria 1 puede incluir un medio de control de la presión, tal como al menos una válvula (no representada). De este modo, es posible trabajar en una atmósfera controlada.

35 Asimismo, la trituradora 100 puede comprender al menos un medio de control de la temperatura, tal como uno o más termopares dispuestos en la superficie de la cámara de trituración 1. Por ejemplo, se pueden integrar tanto en la entrada, así como en la salida de la cámara de trituración.

40 Generalmente, la trituradora también comprende un medio de enfriamiento 30 del producto final, tal como un intercambiador térmico, dispuesto en el exterior de dicha cámara de trituración estacionaria 1 en el lado del segundo extremo 3.

45 Este medio de enfriamiento 30 presenta la ventaja de reducir la temperatura del producto final para evitar una posible fuga térmica. Para ello, el medio de enfriamiento es adecuado para bajar la temperatura del producto final a una temperatura que puede alcanzar la temperatura ambiente (es decir, 15 y 30 °C) o al menos a una temperatura que permita terminar la reacción de síntesis deseada.

50 La presente invención también se refiere a un procedimiento de implementación de la trituradora tridimensional 100 tal como se describe anteriormente, en particular de una trituradora tridimensional 100 que comprende al menos:

- una cámara de trituración estacionaria (1) que presenta una pared con forma general cilíndrica que se extiende según un eje longitudinal XX y delimita un espacio interior, siendo dicha cámara adecuada para recibir y mezclar al menos un compuesto de partida, generalmente al menos dos, en un medio líquido, para formar una mezcla inicial, estando dicha cámara de trituración estacionaria (1) destinada a llenarse parcialmente con al menos un cuerpo de trituración (6), preferentemente micropelras, comprendiendo la cámara de trituración estacionaria (1), en un primer extremo (2), al menos una entrada (4) que sirve para introducir dicho al menos un compuesto de partida y dicho medio líquido y, en un segundo extremo (3), una salida (5) adecuada para evacuar un producto final formado en dicha cámara de trituración estacionaria (1);
- un agitador (10) dispuesto en dicha cámara de trituración estacionaria (1), que consta de una varilla alargada (11) según el eje longitudinal XX, siendo dicho agitador (10) adecuado para pivotar a fin de poner en movimiento el conjunto del cuerpo de trituración/mezcla inicial, integrando la cámara de trituración estacionaria (1) en dicho espacio interior al menos un dispositivo de calentamiento (20) que está implantado para calentar al menos una zona de dicha cámara de trituración estacionaria (1).

65 Por supuesto, todas las características de la trituradora definidas anteriormente se incluyen aquí para la descripción

del procedimiento de implementación.

En particular, el procedimiento está caracterizado por que comprende las siguientes etapas sucesivas:

- 5 (i) el arranque del dispositivo de calentamiento, preferentemente un dispositivo de calentamiento por inducción 20 y la puesta en rotación del agitador 10;
- (ii) la introducción de dicho al menos un compuesto de partida, generalmente de al menos dos, en el medio líquido, para formar una mezcla inicial, a través de la entrada 4 a la cámara de trituración estacionaria 1;
- 10 (iii) la trituración de dicha mezcla inicial que es calentada por el medio de calentamiento 20 a una temperatura de al menos 60 °C, preferentemente, que va de 60 a 800 °C, preferentemente 60 a 400 °C de durante un tiempo de estancia inferior o igual a 30 minutos, preferentemente, inferior o igual a 15 minutos, en particular, inferior o igual a 1 minuto y, en particular, que va de 5 a 25 segundos;
- (iv) la recuperación a la salida de la cámara de trituración estacionaria 1 del producto final formado en dicha cámara.

- 15 Preferentemente, el procedimiento comprende la siguiente etapa adicional:
- (v) el enfriamiento del producto final, de modo que éste presente una temperatura inferior o igual a 60 °C, preferentemente inferior o igual a 50 °C y típicamente inferior o igual a 30 °C.

- 20 En primer lugar, el procedimiento según la invención comprende la etapa (i) que comprende, en particular, el arranque del dispositivo de calentamiento, tal como del dispositivo de calentamiento por inducción 20.

- Para ello, el generador se pone en funcionamiento con el fin de emitir una corriente alterna que será transmitida por el contactor y el medio de suministro de corriente hasta la bobina 21. La bobina emitirá entonces un campo magnético variable que será captado por el primer órgano de mezcla 22. Este primer órgano de mezcla 22, que es conductor de electricidad, se sumergirá en este campo magnético gracias, en particular, a la pantalla magnética que por un lado protege el agitador 10 y por otro lado dirige el campo magnético hacia él. Esto formará una corriente eléctrica inducida al nivel de este primer órgano de mezcla, también llamada corriente de Foucault. El movimiento de los electrones que forman esta corriente inducida disipa el calor por efecto Joule al nivel del primer órgano de mezcla.
- 25

- 30 Durante esta etapa (i), la varilla 11 del agitador 10 también se pone en rotación.

A continuación, se procede a la etapa de introducción (ii) de o de los compuestos de partida que, por ejemplo, ya pueden estar previamente mezclados con el fin de formar una mezcla inicial con el medio líquido.

- 35 Una vez preparada la mezcla inicial, esta última se lleva a la trituradora tridimensional 100 a través de, generalmente, la bomba peristáltica con caudal ajustable a través de la entrada 4. La bomba peristáltica permite seguir mezclando la mezcla inicial antes de entrar en la cámara 1. Además, tal como se ha indicado anteriormente, esta bomba permite introducir la suspensión de partida en la cámara 1 con un caudal de paso controlado.

- 40 Generalmente, la mezcla inicial se introduce a un caudal de paso superior o igual a 10 L/h.

- En el sentido de la invención, "un caudal de paso superior o igual a 10 L/h" comprende los siguientes valores: 10 L/h; 15 L/h; 20 L/h; 25 L/h; 30 L/h; 35 L/h; 40 L/h; 45 L/h; 55 L/h; 60 L/h; 65 L/h; 70 L/h; 80 L/h; 85 L/h; 90 L/h; 95 L/h; 100 L/h; 110 L/h; 120 L/h; 130 L/h; 140 L/h; 150 L/h; 50 L/h; 55 L/h; 60 L/h; 65 L/h; 70 L/h; 75 L/h; 80 L/h; 85 L/h; 90 L/h; 95 L/h; 100 L/h; 105 L/h 110 L/h; 115 L/h; 120 L/h 125 L/h; 130 L/h; 135 L/h; 140 L/h; 145 L/h; 150 L/h; 155 L/h; 160 L/h; 165 L/h; 170 L/h; 175 L/h; 180 L/h; 200 L/h; 300 L/h; 400 L/h; 500 L/h; 600 L/h; 700 L/h; 800 L/h; 900 L/h; 1 m<sup>3</sup>/h; 2 m<sup>3</sup>/h; 3 m<sup>3</sup>/h; 4 m<sup>3</sup>/h; 5 m<sup>3</sup>/h; 6 m<sup>3</sup>/h; 7 m<sup>3</sup>/h; 8 m<sup>3</sup>/h; 9 m<sup>3</sup>/h; 10 m<sup>3</sup>/h; 11 m<sup>3</sup>/h; 12 m<sup>3</sup>/h; 13 m<sup>3</sup>/h; 14 m<sup>3</sup>/h; 15 m<sup>3</sup>/h; etc., o cualquier intervalo comprendido entre estos valores.
- 45

- 50 En particular, la mezcla inicial se introduce a un caudal de paso que va de 10 a 130 L/h, preferentemente que va de 20 a 100 L/h y típicamente que va de 30 a 90 L/h.

- Por supuesto, los caudales de paso pueden variar en función de la dimensión de la trituradora tridimensional de microperlas utilizada para realizar el procedimiento. Por ejemplo, para una trituradora tridimensional de microperlas que presenta una cámara estacionaria 1 de 0,5 L de volumen, el caudal de paso podrá ser del orden de 40 a 150 L/h, tal como aproximadamente 45 L/h; mientras que para trituradoras de dimensiones más grandes que presentan, en particular, una cámara estacionaria 2 de 60 L, el caudal podrá ser del orden de 2 a 15 m<sup>3</sup>/h, tal como aproximadamente 4 m<sup>3</sup>/h.
- 55

- 60 Una vez que la mezcla inicial se ha introducido en la cámara 1, comienza la etapa de trituración (iii).

- Bajo el efecto de la corriente creada por el caudal de paso, la suspensión de partida viaja a través de la cámara estacionaria 1 desde la entrada 4 hasta la salida 5, mientras se pone en movimiento por el agitador 10 que permite una agitación intensa de esta suspensión con las microperlas 6 y, en caso necesario, con los órganos de mezcla 26, los dedos 28, etc., a lo largo de la pared interna 7 de la cámara 1.
- 65

El medio de calentamiento por inducción 20 permiten calentar los flujos que cruzan la cámara 1 a una temperatura de al menos 60 °C, preferentemente, que va de 60 a 800 °C, en particular, de 60 a 400 °C durante un tiempo de estancia inferior o igual a 30 minutos, preferentemente, inferior o igual a 15 minutos, en particular, inferior o igual a 1 minuto y, en particular, que va de 5 a 25 segundos.

5 Según la invención, "una temperatura de al menos 60 °C" comprende los siguientes valores: 60; 61; 62; 63; 64; 65; 66; 67; 68; 69; 70; 71; 72; 73; 75; 80; 81; 82; 83; 84; 85; 86; 87; 88; 89; 90; 100; 110; 120; 130; 140; 150; 160; 170; 180; 190; 200; 210; 250; 300; 350; 400; 450; 500; 550; 600; 650; 700; 750; 800; 850; 900; 950; 1000; 1500; 2000; 2500; 3000; 3500; 4000; 4500; etc. y cualquier intervalo entre estos valores.

10 Asimismo, según la invención, "un tiempo de estancia inferior o igual a 30 minutos" comprende los siguientes valores: 30 minutos, 29 minutos, 28 minutos; 27 minutos; 26 minutos; 25 minutos; 20 minutos; 15 minutos; 14 minutos; 13 minutos; 12 minutos; 11 minutos; 10 minutos; 9 minutos; 8 minutos; 7 minutos; 6 minutos; 5 minutos; 4 minutos; 3 minutos; 2 minutos; 1 minutos; 55 segundos; 50 segundos; 45 segundos; 40 segundos; 35 segundos; 30 segundos; 25 segundos; 20 segundos; 15 segundos; 10 segundos; 5 segundos; etc., o cualquier intervalo entre estos valores.

15 El tiempo de estancia es generalmente inherente al volumen aparente de las perlas y al caudal de paso.

20 Por ejemplo, si el volumen aparente total de las perlas es de 270 cm<sup>3</sup> (perlas con una densidad aparente de 3,7 g/cm<sup>3</sup>) y el caudal de introducción de la suspensión es de 45 L/h, o bien, 12,45 cm<sup>3</sup>/s, entonces se estima que el tiempo de estancia de la suspensión en la cámara 2 es de aproximadamente 20 segundos. Por consiguiente, el tiempo de estancia se puede ajustar ventajosamente, por ejemplo, controlando la densidad aparente de las microperlas, así como el caudal de paso.

25 Se entiende que el término "volumen aparente" significa el volumen de las microperlas que incluye el aire intersticial entre las perlas. La densidad aparente es la relación entre la masa de las microperlas y el volumen aparente.

La velocidad de rotación del agitador puede variar, por ejemplo, de 4 a 20 Pi rad/s, preferentemente de 4 a 8 Pi rad/s.

30 La etapa de trituración se puede realizar en modo continuo o en modo discontinuo en uno o varios pasos (modo pendular o en recirculación).

35 Cuando se realiza en modo discontinuo, el número de pasos de la mezcla inicial y/o del producto final que se reintroduce en la cámara de trituración puede ir de 1 y 50, preferentemente de 1 a 10, en particular de 1 a 5 (es decir, después de un primer paso, el producto obtenido se recupera en la salida 5 y se vuelve a inyectar, gracias a la bomba, en la cámara 1 por la entrada 4 para permitir un segundo paso).

40 Según la invención, "un número de pasos que van de 1 a 50" comprende los siguientes valores: 50; 49; 48; 47; 45; 40; 35; 30; 25; 20; 15; 10; 9; 8; 7; 6; 5; 4; 3; 2; 1.

En particular, el número de pasos de la suspensión de partida es de 1 a 2, y preferentemente es de 1.

45 En efecto, el solicitante ha notado que un solo y único paso en la trituradora de microperlas, a pesar de un tiempo de estancia muy corto, permitiría obtener a la salida 5, un producto final completamente satisfactorio.

De este modo, esta etapa de trituración se realizará preferentemente en modo continuo.

Una vez realizada la etapa de trituración (iii), la mezcla final se recupera (iv) en la salida 5 de la trituradora 100.

50 Preferentemente, en la salida de la trituradora 100, la mezcla final se enfría gracias al intercambiador térmico. Este enfriamiento permite, en particular, evitar, si es necesario, un desenfreno de la reacción química llevada a cabo en la trituradora.

55 Para ello, el medio de enfriamiento es adecuado para bajar la temperatura del producto final a una temperatura que puede alcanzar la temperatura ambiente (es decir, 15 y 30 °C) o al menos a una temperatura que permita terminar la reacción de síntesis deseada.

60 En particular, tal como se ha mencionado más arriba, el enfriamiento del producto final se efectúa de modo que tenga una temperatura inferior o igual a 60 °C, preferentemente inferior o igual a 50 °C y típicamente inferior o igual a 30 °C.

Posiblemente, según la reacción deseada, se lava la mezcla final, se seca y/o se calcina.

65 La presente invención también se refiere al uso de la trituradora tridimensional 100 tal como se describió anteriormente para realizar reacciones de síntesis de química orgánica e inorgánica o para triturar al menos un compuesto de partida.

Asimismo, todas las características de la trituradora definida anteriormente se incluyen aquí para el uso según la

invención.

**Ejemplo**

5 La descripción de las pruebas a continuación se da a modo de ejemplo puramente ilustrativo y no limitativo.

A °Caracterización: DRX

10 Los espectros de difractor de rayos X (XRD) se recopilaron con un difractor X'Pert Pro MPD comercializado por la empresa PANalytical BV, equipado con un monocromador primario Ge(111) (radiación CuK $\alpha$ 1 (0,15406 nm) estricta).

El detector utilizado es un detector X'Celerator.

15 Las mediciones de DRX se realizaron entre 5° y 70° (en la escala 2 $\theta$ ) con un paso de 0,017°.

Los resultados de DRX se analizaron mediante el método Rietveld1, con ayuda del software X'Pert Highscore Plus (versión 4.0).

20 Para realizar las pruebas por DRX, las suspensiones de cristales de glicerolato de zinc se secaron previamente al aire a 50 °C, para obtener un polvo.

B° Trituradora según la invención

25 ✓ Aparatos

30 Las pruebas se llevaron a cabo en una trituradora de microperlas tridimensional Dynamill ECM AP 2L de la empresa Willy A. Bachofen AG, que contiene 1 kg de microperlas, y que ha sido adaptado para incluir un dispositivo de calentamiento 20 según la invención tal como se representa en la figura 1. A saber, la trituradora comprenden un dispositivo de calentamiento colocado en la entrada de la cámara estacionaria, y el primer órgano de mezcla actúa como un suscepto.

En particular, el dispositivo de calentamiento presenta las siguientes características:

35 *Tabla 2*

Elementos	Características
Generador	Generador de potencia de 10 kW con una frecuencia variable de 17 a 200 kHz/generador serie IDPartner referencia IX3600 modelo PO8010.
Inductor	Alambres Litz resinados y de múltiples campas para ser desmontables. Cable de IDPartner 300 hebras Litz Cu 9,425 mm <sup>2</sup> 6x50x0,2 mm.
Susceptor	Órgano de mezcla tal como se describe en el documento US 5 597 126 (figura 4) fabricado de acero inoxidable Phyterm® 260 equivalente al acero inoxidable férrico Kara de ArcelorMittal calidad K44.
Pantalla magnética	Toro cilíndrico de Fluxtrol®
Medio de suministro de corriente	La varilla 11 se ha modificado para integrar el suministro de corriente coaxial de 3 mm <sup>2</sup> de cobre. Este cable coaxial modifica el centro de gravedad de la varilla; de este modo se equilibra compensándolo mediante la inserción de tornillos de tungsteno.
Termopares	De tipo K a la entrada y salida de la cámara de trituración.
Contacto	Contacto rotativo de cobre.

Las microperlas son de óxido de circonio y presentan un diámetro de 0,45/0,55 mm. Las características de las microperlas utilizadas para las pruebas se resumen en la Tabla 3 a continuación:

40 *Tabla 3*

<b>Perlas</b>	0,45/0,55 mm
Composición (% en masa)	93 % ZrO <sub>2</sub> 5 % Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 2% otros
Densidad específica	6,0 g/cc
Densidad aparente	3,7 kg/l
Dureza Vickers	1250 HV1

Las microperlas de 0,45/0,55 mm se comercializan en particular bajo el nombre de marca Zirmil® Y Ceramic Beads

por la empresa Saint-Gobain.

La cámara de trituración de la trituradora presenta una capacidad de 2000 ml y está llena, en volumen, en relación con su volumen total y en función de las pruebas, de 80 % de las microperlas descritas anteriormente.

5 En funcionamiento, las microperlas se ponen en agitación mediante un agitador a una velocidad de rotación de 2890 cifras/min. El agitador también consta de discos mezcladores de hierro fundido cromado.

✓ Materias primas

10 Para las pruebas, las materias primas de partida son: óxido de zinc (ZnO) con una pureza del 99 % comercializado por la empresa Ampère Industries, y glicerol con una pureza del 99,5 %, comercializado por la empresa Reactolab.

C° Procedimiento general implementado para las pruebas

15 ✓ Pruebas según la invención

Para realizar cada prueba a continuación, se realizan las siguientes etapas:

- 20 - se prepara una suspensión de partida en un vaso de precipitados a partir de óxido de zinc y glicerol, según una relación másica de glicerol a óxido de zinc de 5,5 y de un catalizador (ácido acético o acetato de zinc), luego, la suspensión de partida se pone en agitación con ayuda de un agitador magnético;
- luego se trae, a través de una bomba peristáltica con caudal ajustable a la trituradora Dynamill ECM AP 2L modificada descrita anteriormente: el caudal de paso a través de la trituradora puede alcanzar varios cientos de L/h. En esta prueba, se fijó en 150 l/h correspondiente a un tiempo de estancia de aproximadamente 20 segundos;
- 25 - la suspensión de partida se pasa luego a través de la trituradora que comprende microperlas de 0,45-0,55 mm de diámetro durante una cierta duración (que depende del caudal paso de la suspensión de partida) a temperatura ambiente (20-25 °C), permitiendo de este modo, en la salida de la trituradora, la obtención de una suspensión de cristales de glicerolato de zinc;
- 30 - por último, se recupera la suspensión de cristales de glicerolato de zinc.

✓ Prueba comparativa

35 También se realizó una prueba comparativa. Esta prueba se implementó usando un procedimiento de fabricación de glicerolato de zinc según la técnica anterior. Esta prueba consiste en calentar en un mezclador de brazo en forma de Z capaz de calentarse (2L) hidrocincita de zinc (1692 gr) con glicerol (428 gr), un agente humectante Solsperse 21000 (38 g) y ácido acético como catalizador (3,6 g) durante 4-5 horas a 120-130 °C (ejemplo 1 del documento de Patente de Estados Unidos N.º 7 074 949).

40 D° Resultados

Pruebas	Producción de glicerolato de zinc					
	Reactor químico	Lote convencional	Trituradora invención			
			Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4
Catalizador	Ácido acético	Ácido acético	Ácido acético	Acetato de zinc	Acetato de zinc	
Temperatura	120-130 °C	20 °C	130 °C	23 °C	93 °C	
Tiempo de estancia	4-5 h	20 segundos	20 segundos	20 segundos	20 segundos	
Rendimiento molar en % mol	100 %	10 %	38 %	50 %	100 %	

Tabla 4

45 De este modo, como se muestra en los ejemplos 2 y 4, y en particular el ejemplo 4 según la invención, la trituradora según la invención permite realizar la reacción de síntesis química deseada en tiempos de estancia muy cortos.

50 En el ejemplo 2 realizado con el mismo catalizador que el descrito en la técnica anterior y con un tiempo de estancia de 20 segundos frente a 4-5 horas para la técnica anterior, el rendimiento obtenido es del 38 %, contra el 10 % sin el uso de un dispositivo de calentamiento según la invención. Por supuesto, el rendimiento del 38 % podría mejorarse aumentando el tiempo de estancia de la mezcla inicial, por ejemplo, con varios pasos en la cámara estacionaria o con un tiempo de estancia de 1 a 2 minutos, todavía muy inferior a las 4-5 horas de la técnica anterior.

55 En el ejemplo 4 realizado con un catalizador diferente al descrito en la técnica anterior y con un tiempo de estancia de tan solo 20 segundos, se obtiene un rendimiento del 100 % contra 4 a 5 horas de la técnica anterior, figura 4. Además, el rendimiento es del 100 % con el dispositivo de calentamiento contra solo el 50 % sin él: la presencia residual del reactivo ZnO se observa en el difractograma, figura 4.

**REIVINDICACIONES**

1. Trituradora tridimensional (100) que comprende al menos:

- 5 - una cámara de trituración estacionaria (1) que presenta una pared con forma general cilíndrica que se extiende según un eje longitudinal XX y delimita un espacio interior, siendo dicha cámara adecuada para recibir y mezclar al menos un compuesto de partida, generalmente al menos dos, en un medio líquido, para formar una mezcla inicial, estando dicha cámara de trituración estacionaria (1) destinada a llenarse parcialmente con al menos un cuerpo de trituración (6), preferentemente microperlas,
- 10 comprendiendo la cámara de trituración estacionaria (1), en un primer extremo (2), al menos una entrada (4) que sirve para introducir dicho al menos un compuesto de partida y dicho medio líquido y, en un segundo extremo (3), una salida (5) adecuada para evacuar un producto final formado en dicha cámara de trituración estacionaria (1);
- 15 - un agitador (10) dispuesto en dicha cámara de trituración estacionaria (1), que consta de una varilla alargada (11) según el eje longitudinal XX, siendo dicho agitador (10) adecuado para pivotar a fin de poner en movimiento el conjunto del cuerpo de trituración/mezcla inicial, integrando la cámara de trituración estacionaria (1) en dicho espacio interior al menos un dispositivo de calentamiento (20) que está implantado para calentar al menos una zona de dicha cámara de trituración estacionaria (1),
- 20 **caracterizada por que** el dispositivo de calentamiento (20) es un dispositivo de calentamiento por inducción.

2. Trituradora tridimensional (100) según la reivindicación 1, en donde dicho dispositivo de calentamiento por inducción (20) está soportado por al menos una parte de dicho agitador (10), permitiendo la puesta en movimiento rotativo de dicho dispositivo de calentamiento por inducción (20).

25 3. Trituradora tridimensional (100) según una cualquiera de las reivindicaciones 1 u 2, en donde dicho dispositivo de calentamiento por inducción (20) comprende:

- 30 - al menos un inductor (21) adecuado para generar un campo magnético, y
- al menos un susceptor (22), conductor de electricidad, que está acoplado a dicho inductor (21) y que es adecuado para ser calentado por dicho inductor (21).

35 4. Trituradora tridimensional (100) según la reivindicación 3, en donde la cámara de trituración estacionaria (1) incorpora una pantalla magnética (23) dispuesta entre dicho inductor (21) y dicha varilla alargada (11) del agitador (10), para orientar el calentamiento hacia la mezcla inicial.

40 5. Trituradora tridimensional (100) según la reivindicación 4, en donde dicha pantalla magnética (23) consta de una primera parte tubular (24) que está ajustada sobre al menos una parte longitudinal de dicha varilla alargada (11) del agitador (10) y una segunda parte en forma de disco (25), conectada a la primera parte tubular (24), que está dispuesta en perpendicular a dicha varilla alargada (11).

45 6. Trituradora tridimensional (100) según una cualquiera de las reivindicaciones 3 a 5, en donde dicho al menos un inductor (21) es una bobina o un solenoide que presenta espiras que rodean una parte de dicha varilla (11) del agitador (10), ventajosamente una sección aguas arriba de dicha varilla (11) situada en el primer extremo (2) de la cámara de trituración estacionaria (1), estando dicha parte de varilla (11), en su caso, protegida por dicha pantalla magnética (23).

7. Trituradora tridimensional (100) según una de las reivindicaciones 3 a 6, en donde dicho al menos un susceptor (22) corresponde a un primer órgano de mezcla, dispuesto en perpendicular al agitador (10) y a la varilla alargada (11), situado ventajosamente al nivel del primer extremo (2) de la cámara de trituración estacionaria (1).

50 8. Trituradora tridimensional (100) según la reivindicación 7, en donde el primer órgano de mezcla (22) consta de una base unida a la varilla alargada (11) del agitador (10), estando dicho inductor (21) implantado al nivel de dicha base.

55 9. Trituradora tridimensional (100) según una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, en donde la cámara de trituración estacionaria (1) comprende, dispuesto(s) en perpendicular al agitador (10), uno o varios otros órganos de mezcla (26), diferente(s) del primer órgano de mezcla (22).

60 10. Trituradora tridimensional (100) según una de las reivindicaciones anteriores 1 a 9, en donde dicho al menos un dispositivo de calentamiento por inducción (20) está situado cerca del primer extremo (2) de la cámara de trituración estacionaria (1).

65 11. Trituradora tridimensional (100) según una de las reivindicaciones anteriores 1 a 10, en donde dicho al menos un dispositivo de calentamiento por inducción (20) está conectado a un generador de corriente eléctrica alterna dispuesto fuera de dicha cámara de trituración (1) por medio de al menos un medio de suministro de corriente (27), que preferentemente es coaxial con la varilla (11) del agitador (10).

12. Trituradora tridimensional (100) según una de las reivindicaciones anteriores 1 a 11, **caracterizada por que**

comprende un medio de enfriamiento (30), tal como un intercambiador térmico, dispuesto en el exterior de dicha cámara de trituración estacionaria (1) y del lado del segundo extremo (3).

13. Procedimiento de implementación de una trituradora tridimensional (100) que comprende al menos:

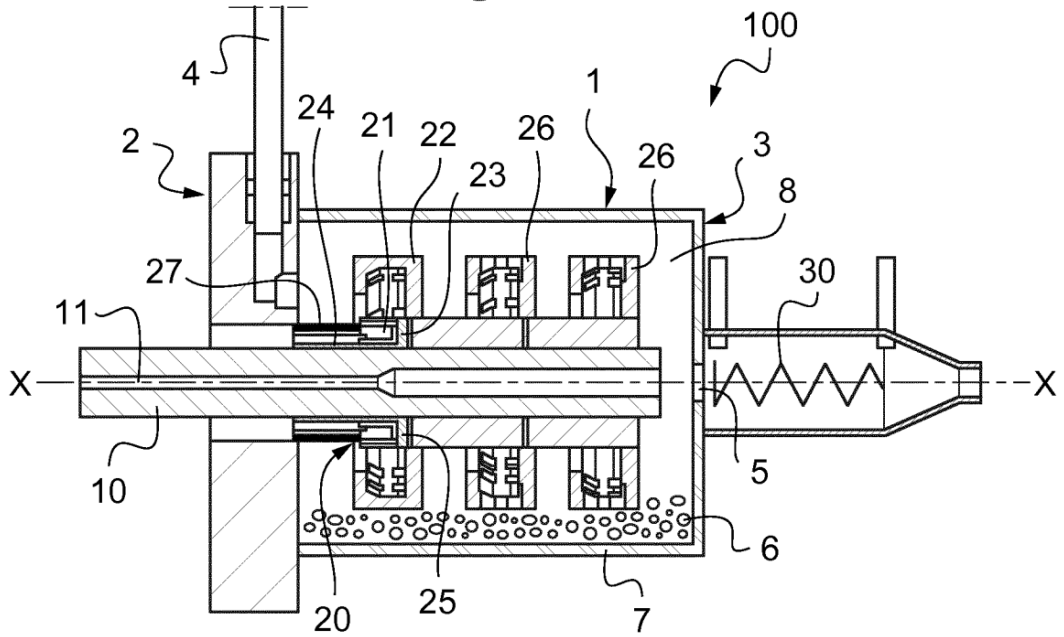
- 5
- una cámara de trituración estacionaria (1) que presenta una pared con forma general cilíndrica que se extiende según un eje longitudinal XX y delimita un espacio interior, siendo dicha cámara adecuada para recibir y mezclar al menos un compuesto de partida, generalmente al menos dos, en un medio líquido, para formar una mezcla inicial, estando dicha cámara de trituración estacionaria (1) destinada a llenarse parcialmente con al menos un
- 10 cuerpo de trituración (6), preferentemente microperlas, comprendiendo la cámara de trituración estacionaria (1), en un primer extremo (2), al menos una entrada (4) que sirve para introducir dicho al menos un compuesto de partida y dicho medio líquido y, en un segundo extremo (3), una salida (5) adecuada para evacuar un producto final formado en dicha cámara de trituración estacionaria (1);
- 15 - un agitador (10) dispuesto en dicha cámara de trituración estacionaria (1), que consta de una varilla alargada (11) según el eje longitudinal XX, siendo dicho agitador (10) adecuado para pivotar a fin de poner en movimiento el conjunto del cuerpo de trituración/mezcla inicial, integrando la cámara de trituración estacionaria (1) en dicho espacio interior al menos un dispositivo de calentamiento (20) que está implantado para calentar al menos una zona de dicha cámara de trituración estacionaria (1), estando dicho procedimiento **caracterizado por que** comprende las siguientes etapas sucesivas:
- 20 (i) el arranque del dispositivo de calentamiento, preferentemente, un dispositivo de calentamiento por inducción (20) y la puesta en rotación del agitador (10);
- (ii) la introducción de dicho al menos un compuesto de partida, generalmente de al menos dos, en el medio líquido, para formar una mezcla inicial, por la entrada (4) de la cámara de trituración estacionaria (1);
- 25 (iii) la trituración de dicha mezcla inicial que es calentada por el medio de calentamiento (20) a una temperatura de al menos 60 °C, preferentemente, que va de 60 a 800 °C, en particular, de 60 a 400 °C durante un tiempo de estancia inferior o igual a 30 minutos, preferentemente, inferior o igual a 15 minutos, en particular, inferior o igual a 1 minuto y, en particular, que va de 5 a 25 segundos;
- 30 (iv) la recuperación a la salida de la cámara de trituración estacionaria (1) del producto final formado en dicha cámara de trituración estacionaria (1).

14. Procedimiento según la reivindicación 13, que comprende la siguiente etapa adicional:

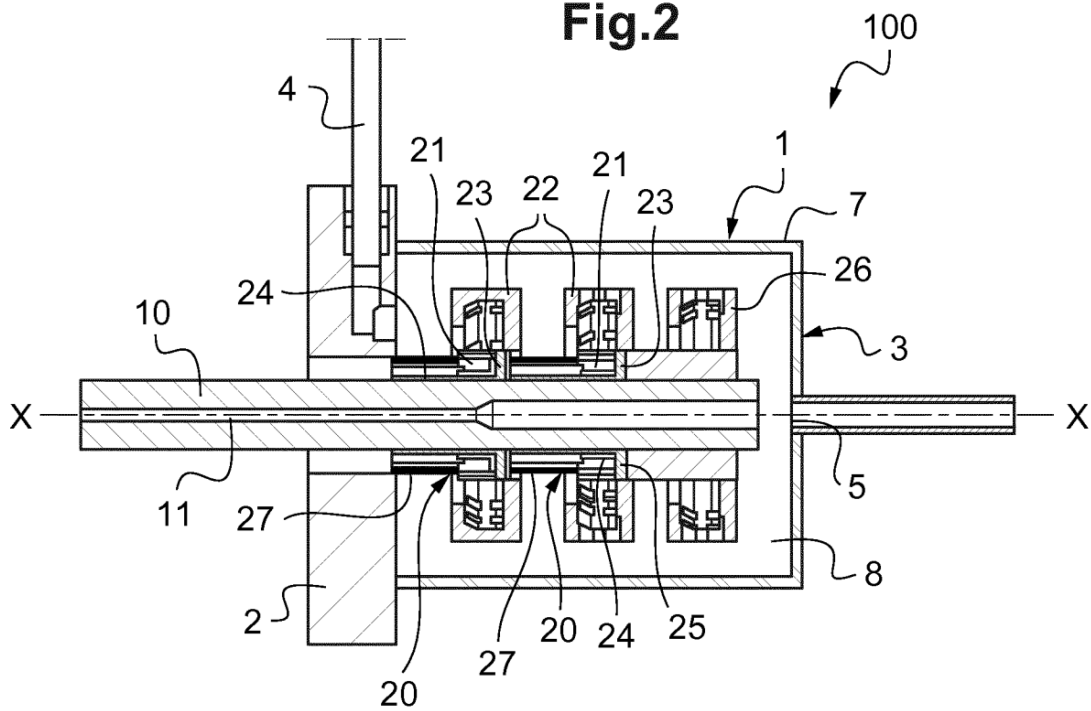
(v) el enfriamiento del producto final, de modo que éste presente una temperatura inferior o igual a 60 °C, preferentemente inferior o igual a 50 °C y típicamente inferior o igual a 30 °C.

15. Uso de una trituradora tridimensional (100) según una de las reivindicaciones anteriores 1 a 12, para realizar reacciones de síntesis de química orgánica e inorgánica o para triturar al menos un compuesto de partida.

**Fig.1**



**Fig.2**



**Fig.3**

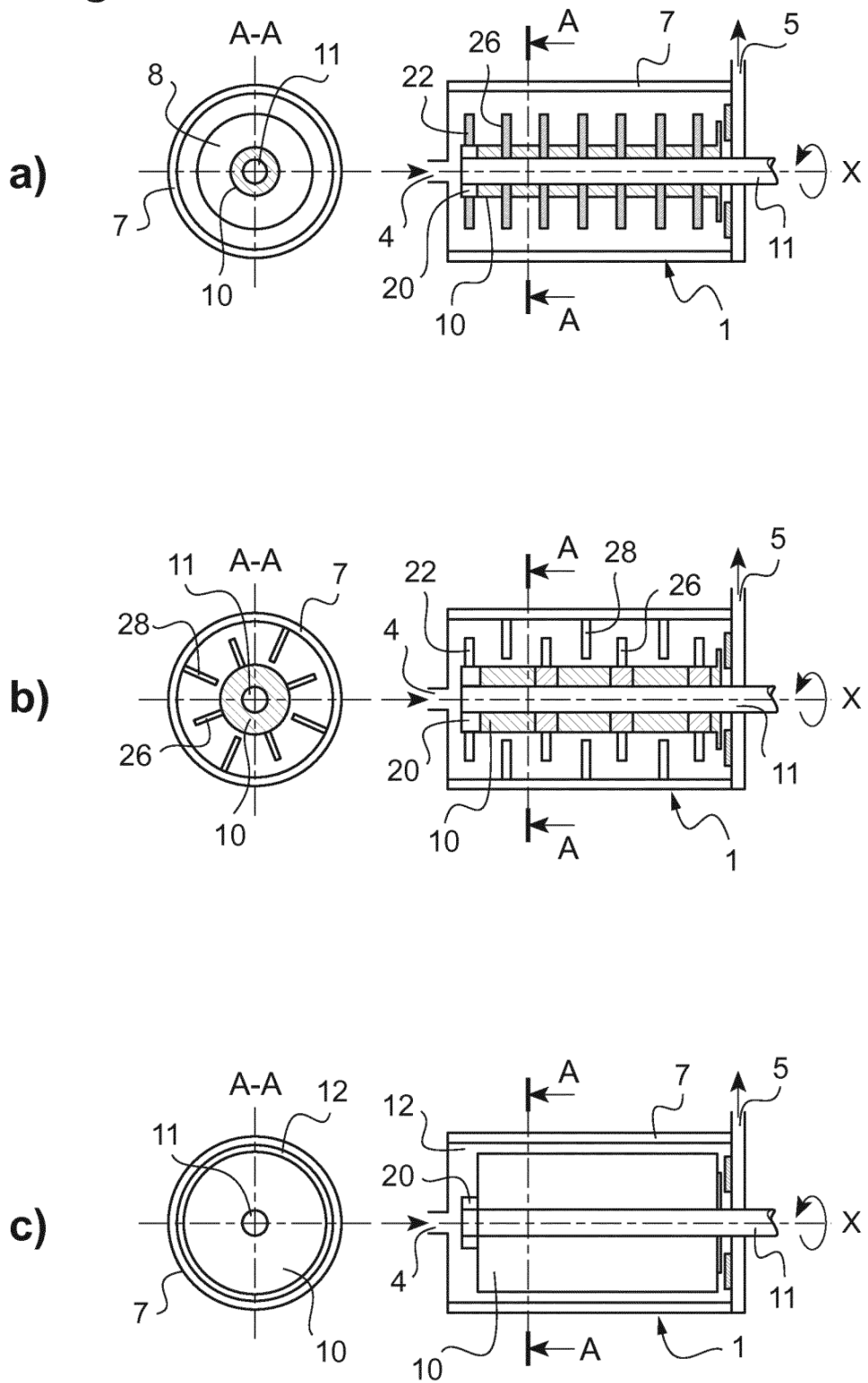


Fig.4

