

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 815 558**

51 Int. Cl.:

B27L 11/06 (2006.01)

B27L 11/00 (2006.01)

B07B 4/02 (2006.01)

D21B 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.07.2017 E 17181319 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.07.2020 EP 3275610**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de polvo de nudos de madera enriquecido**

30 Prioridad:

29.07.2016 FR 1657361

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

30.03.2021

73 Titular/es:

**NORSKE SKOG GOLBEY, SASU (100.0%)
Route Jean-Charles Pellerin Zone Industrielle III
88190 Golbey, FR**

72 Inventor/es:

KLEM, ARMAND

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 815 558 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de polvo de nudos de madera enriquecido

- 5 La invención se refiere a un procedimiento de fabricación de polvo de nudos de madera enriquecido de acuerdo con la reivindicación 1. El estado de la técnica más cercano es el documento WO 02/098830 A1.

10 Los nudos de los árboles no tienen la misma estructura ni la misma composición química que el resto del tronco. Estos nudos constituyen la base de las ramas situada en el interior del tronco. Generalmente, los nudos son más compactos y más densos que el resto del tronco. Los nudos de ciertos árboles contienen moléculas de interés para diferentes industrias, principalmente la industria farmacéutica y la industria alimentaria. De esta manera, los nudos de las coníferas son conocidos por contener entre 6 y 29 % de lignanos, mientras que esta familia de productos está prácticamente ausente de las partes del tronco alejadas de los nudos. Por el contrario, los nudos contienen menos celulosa que el resto del tronco, pero más sustancias que absorben la luz. Además, sus fibras son más cortas.

15 de modo que dificulta la obtención de un grado de blancura elevado. Por tanto, la industria del papel trata de excluir en la medida de lo posible desde el principio del proceso de fabricación las astillas de madera que contienen nudos.

20 El documento WO 02/09893 A1 presenta un procedimiento para fabricar polvo de nudos de madera a partir de astillas que sirven como base para la industria del papel. Las astillas que contienen nudos son generalmente más grandes que las otras. Se separan pasándolas a través de un tamiz y/o por un separador por aire. Estas astillas "sobredimensionadas" son luego trituradas para ser reducidas en virutas, cuyas dimensiones están comprendidas entre 5 y 30 mm de largo y 2 a 7 mm de espesor. Las virutas se secan hasta obtener un contenido de materia seca de al menos el 85 %. Las virutas secas se mezclan entonces con agua fría contenida en un depósito y se dejan reposar durante aproximadamente 1,5 minutos. Las virutas que contienen los nudos, con una densidad superior a 1, caen al fondo del depósito, mientras que las virutas exentas de nudos, menos densas, permanecen en la superficie. La fracción sedimentada en el fondo del depósito se recupera, se seca y se somete a un procedimiento de extracción química de lignanos. Los resultados de los análisis muestran que el contenido total de lignanos en la fracción sedimentada es de aproximadamente 9,7 % y que la fracción sedimentada contiene entre 80 y 100 % de los lignanos.

30 El objetivo de la invención es mejorar la calidad del extracto de madera para obtener un extracto que tenga un alto contenido en lignanos y cuya calidad permite el aprovechamiento en campos como el farmacéutico o el alimentario.

35 Este objetivo se logra mediante el procedimiento de acuerdo con la invención que proporciona las siguientes etapas:

- a) Recuperación de astillas de madera;
- b) Clasificación mecánica de las astillas de madera y retirada de la fracción que tenga una densidad superior a una densidad umbral (D1) y/o un tamaño superior a un tamaño umbral (T1), correspondiendo la densidad umbral (D1) a la densidad media de las astillas de madera y siendo situada entre 0,7 y 0,9 g/cm³ y correspondiendo el tamaño umbral (T1) al tamaño umbral que define el rechazo de depuración por tamaño excesivo en la etapa de clasificación de las astillas de madera en un procedimiento de fabricación de pasta termomecánica y/o el tamaño umbral (T1) que equivale de 35 a 45 mm;
- 40 c) Clasificación óptica de la fracción de astillas retirada en la etapa b) y recogida de las astillas que presentan nudos que tengan un tamaño superior a un tamaño umbral (T2) en una de las dimensiones y/o exentos de contaminantes;
- 45 d) Trituración de las astillas recogidas en la etapa c) hasta una granulometría umbral (T3) comprendida entre 6 a 8 mm;
- e) Secado del material triturado obtenido en la etapa d) hasta que su tasa de humedad sea inferior a una tasa de humedad umbral (H);
- 50 f) Clasificación por densidad del material triturado y separación de la fracción que tenga una densidad superior a una densidad umbral (D2);
- g) Micronización de la fracción separada en la etapa f) para obtener un polvo que tiene un tamaño de partículas máximo inferior a una granulometría umbral (T4), aumentando la granulometría umbral (T4) a 1 mm;

55 procedimiento en donde las otras variables pueden asumir los siguientes valores:

- el tamaño umbral (T2) de la etapa c) equivale a 1 cm;
- la densidad umbral (D2) de la etapa f) equivale a 1;
- la tasa de humedad umbral (H) de la etapa e) es inferior al 15 %;
- 60 - los contaminantes eliminados en la etapa c) comprenden principalmente trozos de corteza, astillas atacadas por moho, hongos, astillas sin nudos o elementos de abeto douglas.

65 Gracias al polvo de madera obtenido por este procedimiento, es posible obtener extractos de polvo de madera de una excelente calidad que pueden ser usados principalmente en el campo farmacéutico, agroalimentario y alimentario, así como en el campo de la cosmética. La legislación en estos campos limita significativamente el tipo y el porcentaje de disolventes que pueden usarse durante las fases de extracción. Además, ciertos elementos como los terpenos solo

se permiten en cantidades muy pequeñas en los extractos procedentes de nudos de madera. Lo mismo se aplica a los hongos y a las bacterias. Otro requisito en este sector es que las moléculas extraídas no se degraden térmicamente. Es importante que en ninguna etapa del procedimiento la temperatura del material supere los 40 °C con el fin de evitar cualquier degradación química de las moléculas contenidas en el polvo.

- 5 La densidad umbral (D1) para la etapa b) se sitúa preferentemente entre 0,75 y 0,85 g/cm³.
- El tamaño umbral (T1) de la etapa b) equivale preferentemente a aproximadamente 40 mm.
- 10 Con el tamaño umbral (T2) de la etapa c) que equivale a 1 cm, las astillas que contienen nudos que no superan 1 cm en una de sus dimensiones no se retienen.
- La granulometría umbral (T3) retenida para la etapa (d) es preferentemente inferior a 7 mm.
- 15 Reteniendo una densidad umbral (D2) para la etapa f) que equivale a 1, se tiene en cuenta el hecho de que los nudos tienen una densidad superior a 1, mientras que la madera que rodea los nudos tiene una densidad cercana a 0,9 en la madera húmeda y 0,7 en la madera seca.
- 20 La tasa de humedad umbral (H) de la etapa e) es preferentemente inferior a 12 %.
- Puede suceder que las astillas de madera recuperadas en la etapa a) contengan abeto douglas, lo cual es indeseable. Esta madera, de color naranja oscuro, es fácil de detectar y eliminar en la etapa c).
- 25 La etapa c) de clasificación óptica puede llevarse a cabo, por ejemplo, mediante un sensor óptico y/o un sensor de rayos X.
- El sensor de rayos X permite distinguir las astillas que contengan nudos de otras astillas, y la clasificación óptica permite retirar los elementos de abeto douglas, las cortezas y las astillas contaminadas por los hongos. Todos estos elementos son descartados durante la clasificación.
- 30 Durante la etapa f), la clasificación por densidad se puede llevar a cabo en seco usando un dispositivo de clasificación por densidad en seco, preferentemente con etapas de clasificación por densidad montadas en cascada con un reciclaje corriente arriba.
- 35 Una mesa gravimétrica que funciona con aire con etapas de clasificación por densidad montadas en cascada y un reciclaje corriente arriba es, en efecto, preferible a la clasificación por densidad en agua.
- 40 Las astillas de madera recuperadas en la etapa a) están constituidas, por ejemplo, por astillas de aserradero, rollizos descortezados y luego puestos en astillas en una cortadora o una mezcla de ambos. Principalmente, las astillas pueden ser rechazos procedentes de la etapa de clasificación de las astillas de madera en un procedimiento de pasta termomecánica o química. También pueden ser rechazos de los aserraderos o ser procedentes de la fabricación de objetos de fibras moldeadas o de la industria de los tableros de madera.
- 45 Las astillas de madera de la etapa a) pueden estar constituidas por una mezcla de 65 a 85 %, preferentemente de 70 a 80 %, astillas de aserradero y de 15 a 35 %, preferentemente de 20 a 30 % de rollizos descortezados y triturados.
- Las astillas de madera de la etapa a) son preferentemente astillas de una o más de las especies seleccionadas entre el grupo que comprende *Abies alba*, *Picea abies*, *Betula pendula*, *Pinus sylvestris*, *Abies sibirica*, *Pinus sibirica*, *Abies balsamea*, *Thuja occidentalis*, *tuya occidental*, *Pinus cembra*, *Pseudotsuga menziesii* (abeto douglas), *Larix decidua*, *Picea glauca*, *Picea mariana*, *Picea pingens*, *Abies pectinata*, *Abies lasiocarpa*, *Pinus banksiana*, *Pinus resinosa*, *Larix laricina*, *Larix sibirica*, *Thuja plicata*, *Fagus sylvatica*, *Populus tremula*, *Populus tremulus*, *Tsuga heterophylla*, *Pinus contorta*, y *Juniperus virginiana* (cedro rojo), y preferentemente de abeto (*Abies Alba*) y picea (*Picea Abies*).
- 50 La clasificación mecánica de la etapa b) puede llevarse a cabo mediante un tamiz de astillas. La clasificación por densidad en la etapa f) puede llevarse a cabo mediante un dispositivo que hace vibrar el material triturado mientras se sopla aire desde abajo, transportando el aire las fracciones que tienen una densidad inferior a la densidad umbral (D2).
- La micronización de la etapa g) puede llevarse a cabo mediante un triturador de desgaste que pone las partículas del material triturado en suspensión en el aire y las agita. En este caso, es preferible, durante la micronización, mantener el material triturado a una temperatura inferior o igual a 40 °C, preferentemente usando el flujo de aire del triturador de desgaste. La micronización permite aumentar mecánicamente la superficie específica del material con el fin de aumentar las posibilidades de intercambio y extracción.
- 60 La fracción micronizada en la etapa g) puede filtrarse pasando a través de un tamiz de 1 mm, volviendo el rechazo de la filtración por tamiz preferentemente a pasar a la micronización.
- 65

La invención se describe a continuación con más detalle mediante la figura 1, que muestra un diagrama esquemático del procedimiento.

5 El objetivo del procedimiento de la invención es fabricar polvo de nudos enriquecido. Los nudos de los árboles contienen compuestos fenólicos bioactivos que pueden ser de interés para los diferentes segmentos del mercado y, principalmente, para las industrias farmacéuticas y alimentarias. Estas moléculas pueden extraerse fácilmente de los tejidos de los nudos y, por tanto, pertenecen a la familia de los "extraíbles". Las moléculas contenidas en los "extraíbles" dependen de la naturaleza de la madera. Los lignanos se encuentran principalmente en los nudos de
10 árboles resinosos o los flavonoides en los nudos de árboles planifolios.

Las moléculas buscadas se sitúan especialmente en la parte densa del nudo. Por tanto, el procedimiento debe permitir clasificar los nudos sanos, y luego separar el núcleo del nudo de su periferia. El procedimiento usa la diferencia de densidad entre el centro del nudo (superior a 1) y la madera normal que lo rodea, que es de aproximadamente 0,7
15 para la madera seca y 0,9 para la madera húmeda.

La primera etapa, denominada etapa a), consiste en proporcionar astillas usadas habitualmente para la fabricación de pasta de papel. El papel puede fabricarse mediante diferentes procedimientos, principalmente por un procedimiento de fabricación de pasta termomecánica (TMP) a partir de una mezcla de astillas de madera. Estas astillas están generalmente compuestas por un 75 % de astillas de aserradero (coproducto convertido en astillas) y un 25 % de rollizos de aclareos de abeto, de píceas, y pueden contener entre 5 y 10 % de pino douglas. Una vez que los rollizos son descortezados y se convierten en astillas por trituración, estas últimas se mezclan con las astillas de aserraderos.

En la etapa siguiente, la etapa b), la mezcla se clasifica mecánicamente con el fin de retirar la fracción más pesada y/o cuyas dimensiones son mayores que la masa general. En efecto, los nudos son más densos y más duros que el resto de la madera, son más difíciles de triturar. Las astillas que contienen nudos son generalmente más grandes que las que contienen madera normal. En la práctica, esta etapa b) forma parte de una etapa preliminar de fabricación de pasta de papel. En esta etapa preliminar, el fabricante de papel retira los elementos que son demasiado grandes, demasiado gruesos, anormalmente densos y demasiado pequeños, lo que podría degradar la calidad de la pasta y,
25 por tanto, la del papel. Solo los elementos cuyas dimensiones son superiores a un tamaño umbral (T1) y/o cuya densidad es superior a una densidad umbral (D1) se recuperan para la fabricación del polvo de acuerdo con la invención. Concretamente, el tamaño umbral (T1) equivale entre 35 y 45 mm, y la densidad umbral (D1) entre 0,7 y 0,9 g/cm³, preferentemente entre 0,75 y 0,85 g/cm³ e idealmente 0,8 g/cm³. Es en esta fracción donde se encuentran los nudos. El clasificador que permite esta clasificación se inclina y promueve un movimiento de balanceo rotatorio (tamiz de astillas). Está equipado con rejillas de separación. Las partículas demasiado densas, como los nudos, se separan de las astillas normales y se unen a los elementos demasiado gruesos. La proporción de nudos en este rechazo de depuración es de aproximadamente 30 %.

Esta etapa b) permite multiplicar por 10 la concentración de nudos.

En la práctica, las dos primeras etapas del procedimiento son comunes a un procedimiento de fabricación de pasta de papel. Las astillas retenidas al final de la etapa b) están constituidas por una parte de las astillas rechazadas por el fabricante de papel. Esto se presenta esquemáticamente en la figura 1 por el cuadro que rodea las dos primeras etapas.

La tercera etapa, la etapa c), consiste en una clasificación óptica de los nudos. Permite obtener al final del procedimiento un polvo más concentrado en los nudos y lo menos contaminado posible por otros elementos.

Las astillas retiradas previamente en la etapa b) se disponen en una cinta y se someten a una clasificación que permite seleccionar las astillas con los nudos correctos. Un nudo correcto es un nudo de abeto o píceas que tiene un tamaño mínimo (T2) en una de sus dimensiones y que está exento de moho o ataque por hongos. Generalmente, se retienen los nudos que tienen al menos 1 cm de largo en una de sus dimensiones. En efecto, se encuentra entre las astillas que salen de la etapa b) elementos de abeto douglas, astillas atacadas por el azulado (hongo) o moho, trozos de corteza y, por supuesto, una gran cantidad de astillas sin nudos que contienen muy pocos productos activos interesantes.

Las astillas que no contienen nudos reducen la concentración de productos activos en el polvo final. Las astillas azuladas, los mohos y las cortezas alteran la calidad del polvo.

La cuarta etapa, la etapa d), consiste en triturar las astillas recogidas en la etapa c) hasta obtener una granulometría umbral (T3), fijada entre 6 y 8 mm, de manera preferente aproximadamente 7 mm. Los nudos se Trituran, por ejemplo, en un triturador equipado con un rotor provisto cuchillas y una rejilla calibrada. Esta etapa permite homogeneizar el tamaño de la materia prima, cortar en elementos el núcleo del nudo y otros elementos de madera normal. También permite que los nudos triturados se sequen más rápidamente.

Se proporciona en el contexto de la invención, en una etapa e), secar el material triturado obtenido a la salida de la

etapa d) hasta que su tasa de humedad sea inferior a una tasa de humedad umbral (H). Incrementando la humedad, se aumenta la diferencia en la densidad de las partículas del núcleo de los nudos con respecto a las partículas de madera simple. En efecto, la densidad de los nudos es en cualquier caso superior a 1, mientras que la densidad de la madera simple se incrementa a aproximadamente 0,9 para la madera húmeda y a solamente 0,7 para la madera seca.

5 Esta mayor diferencia de densidades facilitará la siguiente etapa que consiste en una clasificación por densidad. El secado también permite facilitar el molido posterior y evita la degradación del material al estabilizarlo. La tasa de humedad umbral está preferentemente fijada a 15 %, o incluso a 12 % o menos.

Después de la trituración en la etapa d), y el secado en la etapa e), la densidad del núcleo de los nudos es mucho mayor que la de la madera normal. La clasificación por densidad permite separar los elementos pesados (núcleo de los nudos) de los elementos ligeros (madera o giro de nudo). La máquina hace vibrar la mezcla mientras se sopla aire desde abajo, lo que causará la separación. Los componentes que tienen una densidad superior a un valor umbral (D2) se separan de los otros. Generalmente, esta densidad umbral (D2) se fija en 1. La ventaja de este procedimiento de clasificación neumática por densidad reside en el hecho de que el material triturado no se vuelve a humedecer como ocurre en la clasificación por sedimentación en un depósito de agua. Las etapas d), e) y f) permiten enriquecer el polvo final multiplicando por 5 la concentración de las moléculas de interés.

Con el fin de facilitar la extracción química de las moléculas de interés contenidas en el polvo de madera así obtenido, es preferible micronizar el material triturado para pasar de una granulometría (T3) a una granulometría inferior a un valor umbral (T4). Para ello, la fracción de material triturado separada en la etapa f) se somete a una etapa de micronización a fin de aumentar la superficie específica de extracción. El aparato usado puede ser un triturador por desgaste que permite reducir el material a polvo. Las partículas se suspenden en el aire y se agitan para que se froten entre sí y se fragmenten en polvo. El elevado flujo de aire permite mantener una temperatura máxima de 40 °C que preserva la calidad de las moléculas a extraer. Después de la separación del aire en un filtro de mangas, el polvo se filtra pasando a través de un tamiz de 1 mm, siendo los rechazos reciclados al principio de la micronización. La granulometría umbral (T4) es de 1 mm.

Todas estas etapas van acompañadas de un control de calidad y de un seguimiento del producto a lo largo de su transformación.

Se ha realizado un estudio para mostrar la importancia de las diferentes etapas. Este estudio se resume en la tabla a continuación:

Muestra	Clasificación manual de los nudos	Trituración basta	Secado	Clasificación gravimétrica	Micronización	Clasificación de tamaño inferior a 1 mm	Contenido de extracto en madera seca (etanol 15 %, agua 85 %)
1	0	X	0	X	X	X	1,20 %
2	X	X	0	X	X	X	4,20 %
3	X	X	X	X	X	X	5,60 %

35 Estos resultados muestran que la clasificación previa de las astillas y el secado antes de la clasificación gravimétrica son particularmente importantes.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de fabricación de polvo de nudos de madera enriquecida, que comprende las siguientes etapas:

- 5 a) Recuperación de astillas de madera;
- b) Clasificación mecánica de las astillas de madera y retirada de la fracción que tenga una densidad superior a una densidad umbral (D1) y/o un tamaño superior a un tamaño umbral (T1), correspondiendo la densidad umbral (D1) a la densidad media de las astillas de madera y estando situada entre 0,7 y 0,9 g/cm³ y correspondiendo el tamaño umbral (T1) al tamaño umbral que define el rechazo de depuración por tamaño excesivo en la etapa de clasificación de las astillas de madera en un procedimiento de fabricación de pasta termomecánica y/o siendo el tamaño umbral (T1) de 35 a 45 mm;
- 10 c) Clasificación óptica de la fracción de astillas retirada en la etapa b) con recogida de las astillas que presentan nudos que tienen un tamaño superior a un tamaño umbral (T2) en una de las dimensiones y/o exentos de contaminantes;
- 15 d) Trituración de las astillas recogidas en la etapa c) hasta una granulometría umbral (T3) comprendida entre 6 y 8 mm;
- e) Secado del material triturado obtenido en la etapa d) hasta que su tasa de humedad sea inferior a una tasa de humedad umbral (H);
- 20 f) Clasificación por densidad del material triturado y separación de la fracción que tenga una densidad superior a una densidad umbral (D2);
- g) Micronización de la fracción separada en la etapa f) para obtener un polvo que tiene un tamaño de partículas máximo inferior a una granulometría umbral (T4), ascendiendo la granulometría umbral (T4) a 1 mm;

procedimiento en donde las otras variables pueden asumir los siguientes valores:

- 25 - el tamaño umbral (T2) de la etapa c) es de 1 cm;
- la densidad umbral (D2) de la etapa f) es 1;
- la tasa de humedad umbral (H) de la etapa e) es inferior al 15 %;
- 30 - los contaminantes eliminados en la etapa c) comprenden principalmente trozos de corteza, astillas atacadas por moho, hongos, astillas sin nudos o elementos de abeto douglas.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que**

- 35 - la densidad umbral (D1) para la etapa b) se sitúa entre 0,75 y 0,85 g/cm³; y/o
- el tamaño umbral (T1) de la etapa c) es de aproximadamente 40 mm; y/o
- la tasa de humedad umbral (H) de la etapa e) es inferior al 12 %.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la etapa c) de clasificación óptica se lleva a cabo mediante un sensor óptico y/o un sensor de rayos X.

40 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** durante la etapa f), la clasificación por densidad se lleva a cabo en seco usando un dispositivo de clasificación por densidad en seco, preferentemente con etapas de clasificación por densidad montadas en cascada con un reciclaje corriente arriba.

45 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las astillas de madera de la etapa a) son astillas de aserradero, rollizos descortezados y triturados o una mezcla de ambos, principalmente son rechazos procedentes de la etapa de clasificación de las astillas de madera en un procedimiento de fabricación de papel termomecánico.

50 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** las astillas de madera de la etapa a) son una mezcla del 65 al 85 %, preferentemente del 70 al 80 %, de astillas de aserradero y del 15 al 35 %, preferentemente del 20 al 30 % de rollizos descortezados y triturados.

55 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las astillas de madera de la etapa a) son astillas de abeto, de píceas y/o de pino douglas.

8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la clasificación mecánica de la etapa b) se lleva a cabo mediante un tamiz de astillas.

60 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** la clasificación por densidad de la etapa f) se lleva a cabo mediante un dispositivo que hace vibrar el material triturado mientras se sopla aire desde abajo, transportando el aire las fracciones que tienen una densidad inferior a la densidad umbral (D2).

65 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado por que** la micronización de la etapa g) se lleva a cabo mediante un triturador de desgaste que pone las partículas del material triturado en suspensión en el aire y en agitación.

11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado por que** el material triturado durante la micronización se mantiene a una temperatura inferior o igual a 40 °C, preferentemente usando el flujo de aire del triturador de desgaste.
- 5
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que**, en la etapa g), la fracción micronizada se filtra pasando a través de un tamiz de 1 mm.
- 10
13. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, **caracterizado por que** el rechazo de la filtración por tamiz durante la etapa g) vuelve a pasar a la micronización.

