# (11) **EP 2 657 630 A2**

# (12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:30.10.2013 Patentblatt 2013/44

(51) Int Cl.: **F25D 3/10**<sup>(2006.01)</sup>

F25D 3/12 (2006.01)

(21) Anmeldenummer: 13163580.7

(22) Anmeldetag: 12.04.2013

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AL AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MK MT NL NO PL PT RO RS SE SI SK SM TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

**BA ME** 

(30) Priorität: 27.04.2012 DE 102012008591

(71) Anmelder:

Messer France S.A.S.
 92816 Puteaux Cedex (FR)

 Messer Group GmbH 65812 Bad Soden (DE)

(72) Erfinder:

Tebib, Emir
 77410 Gressy (FR)

Gockel, Frank
 42553 Velbert (DE)

(74) Vertreter: Münzel, Joachim R. Messer Group GmbH Messer-Platz 1

65812 Bad Soden (DE)

# (54) Verfahren und Vorrichtung zum Herstellen gekühlter Produkte

(57) Bekannt sind Kühlverfahren, bei denen die zu kühlenden Produkte mit einem kryogenen Kühlmedium in einer Mischeinrichtung in direkten thermischen Kontakt gebracht werden. Als Kühlmedium kommt dabei insbesondere Kohlendioxidschnee oder tiefkalt verflüssigter Stickstoff oder eine Mischung aus Flüssigstickstoff und Kohlendioxidschnee zum Einsatz. Problematisch bei diesen Gegenständen ist der oft nur unzureichende Wärmeübertrag zwischen dem zu kühlenden Produkt und dem Kühlmedium, insbesondere bei sehr tiefen Tempe-

raturen.

Erfindungsgemäß kommt als Kühlmedium tiefkalt verfestigter Stickstoff zum Einsatz, der bevorzugt aus Flüssigstickstoff (7)durch Absenkung des Drucks in einem mit Flüssigstickstoff und dem Produkt befüllten Druckbehälter (2) gewonnen wird.

Der Wärmeübergang zwischen Produkt und dem festen Stickstoff ist gegenüber dem Stand der Technik wesentlich höher, wodurch die Wirtschaftlichkeit des Kühlverfahrens verbessert wird.

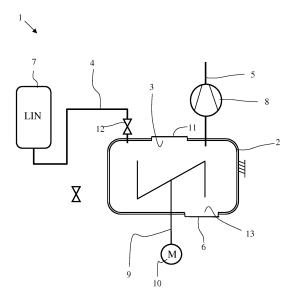


Fig. 1

40

#### Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen gekühlter Produkte, bei dem ein zu kühlendes Produkt mit einem kryogenen Kühlmedium in direkten thermischen Kontakt gebracht, mit diesem durchmischt und anschließend das Kühlmedium vom gekühlten Produkt getrennt wird. Die Erfindung betrifft des Weiteren eine entsprechende Vorrichtung.

**[0002]** Bekannt sind Verfahren zum Kühlen von Lebensmitteln oder pharmazeutischen Produkten, bei denen das zu kühlende Produkt mit dem Kühlmedium in einem Mischer vermischt wird. Als Kühlmedium kommt dabei ein kryogenes Kühlmedium zum Einsatz, also ein Kühlmedium, dessen Temperatur deutlich unter 0°C liegt, wie beispielsweise Kohlendioxidschnee oder ein tiefkalt verflüssigtes Gas, wie flüssiger Stickstoff, flüssiger Sauerstoff oder Flüssigerdgas.

**[0003]** Beispielsweise ist aus der EP 1 867 902 A2 ein System zum Eindosieren eines flüssigen kryogenen Mediums bekannt, bei dem das flüssige Kühlmedium mittels Injektionsdüsen in einen das Produkt enthaltenden Behälter, beispielsweise einen Mischer zum Kühlen von Lebensmittelprodukten eingebracht wird.

**[0004]** Die Kühlung mit flüssigem Kohlendioxid, das unter Druck herangeführt und bei der Entspannung unter starker Abkühlung teilweise in Kohlendioxidschnee übergeht, ermöglicht eine sehr effektive Fest- Fest Übertragung der Wärme vom Produkt auf das Kühlmedium, wobei der Kohlendioxidschnee rückstandsfrei sublimiert. Allerdings ist die Kühlrate bzw. der Wärmestrom des Kohlendioxidschnees aufgrund der Temperatur von ca. minus 78, 9°C begrenzt.

[0005] Flüssiger Stickstoff weist dagegen eine Temperatur von minus 196°C auf; problematisch bei der Verwendung von flüssigen kryogenen Kühlmedien ist jedoch die häufig nur unzureichende Wärmeübertragung zwischen Produkt und Kältemedium aufgrund des Leidenfrost-Effekts. Um dem zu begegnen, wurde in der EP 1 887 296 A2 sowie der US 2010/00474224 A1 vorgeschlagen, als Kühlmedium eine Suspension aus flüssigem Stickstoff und Trockeneisteilchen einzusetzen. Beim Kühlvorgang wird Wärme vom Produkt auf die Trockeneisteilchen übertragen, die in der Suspension auf die tiefe Temperatur des Stickstoffs gebracht wurden. Zwar wird auf diese Weise der Leidenfrost-Effekt umgangen, nachteilig bei Kühlsystemen, die mit zwei unterschiedlichen Kühlmedien arbeiten, ist jedoch der nicht unbeträchtliche logistische Aufwand für die Bevorratung, Anlieferung und Zuführung der beiden Kühlmedien. Insbesondere erfolgt der Transport von flüssigem Kohlendioxid meist bei Umgebungstemperatur unter hohem Druck, während flüssiger Stickstoff eine thermisch gut isolierte Transportleitung erfordert.

**[0006]** Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zu Grunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Herstellen gekühlter Produkte zu schaffen, bei dem bzw. bei der die Probleme, die bei flüssigen kryogenen Kühlmedien auf-

treten, überwunden werden und gleichzeitig die Effizienz der Kühlung gegenüber den aus dem Stand der Technik bekannten Verfahren verbessert wird.

**[0007]** Gelöst ist diese Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Patentanspruchs 1.

[0008] Erfindungsgemäß wird also ein zu kühlendes Produkt zwecks Kühlung mit tiefkaltem festem Stickstoff in direkten thermischen Kontakt gebracht und mit diesem durchmischt. Der als Kühlmedium eingesetzte Stickstoff schmilzt oder sublimiert dabei zumindest teilweise, der beim Schmelzen des festen Stickstoffs entstehende flüssige Stickstoff verdampft zumindest teilweise und trägt somit im weiteren Verlauf der Kühlprozedur zur Kühlung des Produkts bei.

[0009] Als "tiefkalter fester Stickstoff" wird hier Stickstoff mit einer Temperatur unterhalb seines Schmelzpunkts verstanden. Der Schmelzpunkt von festem Stickstoff liegt am Tripelpunkt bei einem Druck von 125 mbar bei etwa -210°C (63 K). Der Schmelzpunkt wird bei niedrigerem Druck zu noch tieferen Temperaturen verschoben.

[0010] Fester Stickstoff ist bereits in Verbindung mit der Kühlung von supraleitenden Apparaturen bekannt. Beispielsweise wird bei einem aus der EP 1 604 950 A1 bekannten Gegenstand ein auf Basis eines Hochtemperatur-Supraleiters arbeitender Elektromagnet mit einem schlammartigen Gemisch aus flüssigem und festem Stickstoff in thermischen Kontakt gebracht und dadurch für die Dauer des Einsatzes der Apparatur auf seiner Arbeitstemperatur von etwa minus 200°C gehalten. Aus der GB 2 460 016 A ist ein weiteres Verfahren zur Kühlung eines supraleitenden Systems bekannt, bei dem das supraleitende System über einen Wärmetauscher mit festem Stickstoff in thermischen Kontakt steht.

[0011] Der Einsatz von festem Stickstoff zum Herstellen gekühlter Produkte, insbesondere zur Herstellung gekühlter Lebensmittel oder Arzneimittel wurde bislang jedoch noch nicht beschrieben. Die Produkte können durch das erfindungsgemäße Verfahren schnell und problemlos während des Kühlvorgangs auf eine Temperatur von bevorzugt zwischen minus 30°C und minus 15°C gebracht und anschließend bei dieser Temperatur gelagert (Tiefkühlprodukte). Die erfindungsgemäße Verwendung von festem Stickstoff als Kühlmedium ermöglicht jedoch auch die Kühlung von Produkten auf noch tiefere Temperaturen, beispielsweise Temperaturen zwischen minus 200°C und minus 100°C, die durch andere Kühlmedien nicht oder nur mit hohem Aufwand erreicht werden können. Die Verwendung von festem Stickstoff weist dabei einige Vorzüge gegenüber anderen Kühlmedien auf. Neben der tiefen Temperatur ist diese insbesondere der Umstand dass durch die Vermischung des in der Regel festen oder pastösen Produkts mit dem festen Stickstoff ein rascher Wärmeübergang, weitgehend ohne Verzögerungen aufgrund des nicht-vorhandenen Leidenfrost-Effektes erfolgt. Da ein wesentlicher Teil der zur Kühlung des Produkts erforderlichen Energie von der Schmelzwärme des Stickstoffs bereitgestellt wird, ist im

Vergleich zu flüssigem Stickstoff oder anderen flüssigen Kühlmedien eine wesentlich geringere Menge an Stickstoff zur Erzielung des gleichen Kühleffekts erforderlich. [0012] Bevorzugt wird die Menge an festem Stickstoff so gewählt, dass der beim Kühvorgang geschmolzene Stickstoff im weiteren Verlauf der Kühlaufgabe zumindest weitgehend verdampft, wodurch zusätzlich die Verdampfungswärme des Stickstoffs zur Kühlung des Produkts herangezogen wird. Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere zum Herstellen von gekühlten festen, flüssigen, pulverförmigen, granulierten oder pastösen Produkten, insbesondere von Lebensmitteln, wie beispielsweise Eiskrem, oder von biochemischen, medizinischen oder pharmazeutischen Produkten, wie beispielsweise Blutplasma, Zellkulturen, pharmazeutischen Wirkstoffen, etc.

[0013] Eine vorteilhafte Weiterbildung der Erfindung sieht vor, dass der feste Stickstoff aus flüssigem Stickstoff durch adiabatische Erniedrigung des Drucks oder des Stickstoffpartialdrucks in einer über dem flüssigen Stickstoff vorliegenden Gasphase hergestellt wird. Dies wird beispielsweise dadurch erzielt, dass der Innenraum eines thermisch isolierten Druckbehälters, in dem flüssiger Stickstoff bei zunächst noch Umgebungsdruck (ca. 1 bar) vorliegt, durch Evakuierung mittels einer Vakuumpumpe auf einen Druckwert unterhalb des Tripelpunktdrucks (125 mbar) von Stickstoff gebracht wird. Alternativ kann die Verfestigung auch dadurch erfolgen, dass der Stickstoffpartialdruck in der Gasphase über dem Flüssigstickstoff durch Zugabe eines weiteren Gases, das bei den tiefen Temperaturen nicht ausfriert, wie beispielsweise Wasserstoff oder Helium, auf einen entsprechenden Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff gebracht wird. Bevorzugt wird der Druck im Druckbehälter bzw. der Stickstoffpartialdruck in der Gasphase über dem Flüssigstickstoff dabei auf einen Wert zwischen 1 mbar und 125 mbar, besonders bevorzugt auf einen Wert zwischen 10 mbar und 30 mbar gebracht.

[0014] In einer besonders vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung werden der Stickstoff und das zu kühlende Produkt einem an eine Vakuumpumpe angeschlossenen Druckbehälter zugeführt, in welchem der Stickstoff durch Absenkung des Drucks im Druckbehälter zumindest teilweise verfestigt wird. Das zu kühlende Produkt und der feste Stickstoff befinden sich anschließend in thermischem Kontakt, wobei der Wärmeübergang durch geeignete Maßnahmen, beispielsweise eine innige Durchmischung von festem Stickstoff und zu kühlendem Produkt mittels einer im Druckbehälter installierten Mischeinrichtung, weiter verbessert werden kann. Drei Varianten dieser Ausgestaltung werden dabei als besonders zweckmäßig angesehen:

In einer ersten Variante wird das zu kühlende Produkt und flüssiger Stickstoff dem Druckbehälter zugeführt und dort miteinander in thermischen Kontakt gebracht. Anschließend wird der Druck im Druckbehälter auf einen Wert unterhalb des Tripelpunkt-

drucks von Stickstoff abgesenkt. Dabei verfestigt sich der flüssige Stickstoff zumindest teilweise.

[0015] In einer zweiten Variante wird flüssiger Stickstoff dem Druckbehälter zugeführt. Durch Absenken des Drucks im Druckbehälter auf einen Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff, etwa mittels einer an den Druckbehälter angeschlossenen Vakuumpumpe, wird fester Stickstoff gewonnen. Anschließend wird dem Druckbehälter über eine Druckschleuse das zu kühlende Produkt zugeführt und mit dem festen Stickstoff in thermischen Kontakt gebracht.

[0016] In einer dritten Variante wird zuerst das zu kühlende Produkt dem Druckbehälter zugeführt und danach der Druck in Druckbehälter auf einen Wert unterhalb des Tripelpunkts von Stickstoff abgesenkt. Anschließend wird dem Druckbehälter über eine Druckschleuse oder einen Injektor flüssiger Stickstoff zugeführt, wobei der Druck im Druckbehälter weiterhin auf einen Wert unterhalb des Tripelpunkts verbleibt oder weiter abgesenkt wird. Der zugeführte flüssige Stickstoff verfestigt sich aufgrund des niedrigen Drucks zumindest teilweise. Anschließend wird der so erzeugte feste Stickstoff mit dem bereits im Druckbehälter befindlichen Produkt in thermischen Kontakt gebracht.

[0017] Nach Beendigung der Kühlaufgabe wird bei allen vorgenannten Varianten der Druck im Druckbehälter durch Zuführung von Luft, Stickstoff oder eines anderen Inertgases, wie beispielsweise Argon oder ein anderes Edelgas, bis auf Umgebungsdruck erhöht. Das durch den Kühlvorgang auf seine Zieltemperatur abgekühlte Produkt wird aus dem Druckbehälter entnommen. Der im Druckbehälter noch vorhandene, als Kühlmedium eingesetzte Stickstoff sublimiert oder verdampft.

**[0018]** Die Kühlung des Produkts erfolgt bevorzugt auf eine Zieltemperatur zwischen minus 100°C und minus 10°C, bevorzugt zwischen minus 30°C und minus 18°C, jedoch können auch extreme Produkttemperaturen von unter minus 200°C mit diesem Verfahren erreicht werden.

**[0019]** Die Aufgabe der Erfindung wird auch mit einer Vorrichtung zum Herstellen gekühlter Produkte mit den Merkmalen des Patentanspruchs 9 gelöst.

[0020] Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist also mit einem Druckbehälter und einer im Druckbehälter integrierten Mischeinrichtung ausgerüstet, welcher Druckbehälter eine Zuführung für ein zu kühlendes Produkt und eine mit einem Tank für flüssigen Stickstoff verbundene Zuleitung für flüssigen Stickstoff aufweist, wobei der Druckbehälter und/oder die Mischeinrichtung mit einer thermischen Isolierung ausgerüstet ist, und an den Druckbehälter eine Vakuumpumpe angeschlossen ist.
[0021] Im Betrieb der erfindungsgemäßen Vorrichtung wird mittels der Vakuumpumpe der Druck im Druckbehälter auf Druckwerte unterhalb des Tripelpunkts von Stickstoff herabgesetzt. Dadurch wird im Druckbehälter befindlicher und/oder über die Zuleitung herangeführter Stickstoff zumindest teilweise verfestigt. Produkt, das

40

20

40

45

beispielsweise im flüssigen, pastösen oder pulverförmigen Zustand oder in Form von Pellets im Druckbehälter vorliegt oder während oder nach der Druckabsenkung dem Druckbehälter über die (in diesem Falle als Druckschleuse ausgestaltete) Produktzuführung zugeführt wird, kommt im Druckbehälter mit dem verfestigten Stickstoff in thermischen Kontakt und wird durch diesen gekühlt. Durch die Mischeinrichtung erfolgt eine innige Durchmischung von Produkt und festem Stickstoff. Im Anschluss an die Kühlbehandlung kann das gekühlte Produkt über die Produktzuführung wieder entnommen werden, bei der es sich beispielsweise um eine Öffnung im Druckbehälter handelt, die mit einem Deckel oder einer Druckschleuse druckdicht verschließbar ist. Alternativ ist eine von der Produktzuführung unterschiedene Produktentnahmeeinrichtung vorgesehen. Der letztgenannte Fall von separaten Einrichtungen, insbesondere Druckschleusen, zur Produktzuführung und -entnahme ermöglicht insbesondere einen kontinuierlichen Betrieb der erfindungsgemäßen Vorrichtung.

**[0022]** Die in den Druckbehälter integrierte Mischeinrichtung umfasst beispielsweise einen Mischer, ein Mahlwerk, ein Rührwerk, einem Kneter, eine drehbare Mischtrommel oder eine Kombination von mehreren solcher Einrichtungen.

**[0023]** Anhand der Zeichnung soll ein Ausführungsbeispiel der Erfindung näher erläutert werden. Die einzige Zeichnung (Fig. 1) zeigt schematisch eine erfindungsgemäße Vorrichtung.

[0024] Die in der Zeichnung gezeigte Vorrichtung 1 zum Kühlen von Produkten umfasst einen thermisch isolierten Druckbehälter 2 mit einer Produktzuführung 3, einer Zuführung 4 für flüssigen Stickstoff, einer Absaugleitung 5 sowie einer Entnahmeöffnung 6 für gekühltes Produkt. Bei der Produktzuführung 3 und der Entnahmeöffnung 6 handelt es sich im Beispiels jeweils um eine Öffnung im Druckbehälter 2, die geeignet ist, das zu kühlende Produkt im festen, flüssigen, pastösen, pulverförmigen, oder granuliertem Zustand zuzuführen bzw. das gekühlte Produkt im festen, pastösen, pulverförmigen oder granulierten Zustand zu entnehmen, und die mit einem Deckel druckdicht verschlossen werden kann. Im Rahmen der Erfindung ist es jedoch ebenso vorstellbar, das Produkt über eine einzige druckdicht verschließbare Öffnung oder über eine oder mehrere Druckschleusen dem Druckbehälter zuzuführen und nach der Behandlung aus diesem wieder zu entnehmen. Beim Produkt handelt es sich beispielsweise um ein Lebensmittel, beispielsweise Eiskremmasse, die durch die Kältebehandlung im Druckbehälter 2 vollständig auf eine Temperatur von beispielsweise unter minus 18°C durchgefroren werden soll.

[0025] Die Zuführung 3 ist mit einem Tank 7 für flüssigen Stickstoff verbunden, bei dem es sich beispielsweise um ein Dewargefäß oder einen Standtank handelt. In der Absaugleitung 5 ist eine Vakuumpumpe 8 vorgesehen, mittels der der Druck im Druckbehälter 2 auf einen Wert unterhalb des Drucks am Tripelpunkt von Stickstoff

(ca. 125 mbar) gebracht werden kann. Beispielsweise kann mittels der Vakuumpumpe 8 der Druck im Innern des Druckbehälters 2 auf einen Wert zwischen 10 mbar und 50 mbar abgesenkt werden. Des Weiteren ist die Vorrichtung 1 mit einer Mischeinrichtung 9 zum Mischen von im Druckbehälter 2 vorliegenden Substanzen ausgerüstet, die über eine Vakuumdurchführung mittels eines außerhalb des Druckbehälters 2 angeordneten Motors 10 betätigt werden kann.

[0026] Beim Betrieb der Vorrichtung 1 wird zunächst das zu kühlende Produkt über Zuführung 3 sowie flüssiger Stickstoff über Zuleitung 4 in den Druckbehälter 2 eingebracht. Im Druckbehälter 2 herrscht zunächst noch ein Druck, der dem Umgebungsdruck (1 bar) entspricht. Anschließend wird ein in der Zuleitung 3 angeordneter Deckel 11 und ein in der Zuführung 4 angeordnetes Ventil 12 geschlossen. Mittels der Vakuumpumpe 8 wird der Druck im Druckbehälter 2 auf einen Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff abgesenkt.

[0027] Alternativ kann auch zunächst der Stickstoff eingebracht, der Druck abgesenkt und erst anschließend das Produkt zugeführt werden, oder es kann zunächst das Produkt zugeführt, der Druck abgesenkt und erst anschließend der flüssige Stickstoff über eine Druckschleuse oder einen (hier gleichfalls nicht gezeigten) Injektor eingebracht werden. In der erstgenannten der beiden Alternativen kommt anstelle eines Deckels 11 eine Druckschleuse zum Einsatz, in der letztgenannten Alternative kommt anstelle des Ventils 12 eine Druckschleuse oder ein Injektor zum Einsatz.

[0028] Durch die Druckerniedrigung geht der im Druckbehälter 2 vorliegende Stickstoff zumindest teilweise in den festen Zustand über. Mittels der Mischeinrichtung 9 werden Produkt und fester Stickstoff im Druckbehälter 2 innig durchmischt. Aufgrund des Vorliegens beider Stoffe im festen bzw. pastösen Zustand findet ein guter Wärmeübergang statt. Der Druck im Druckbehälter 2 wird während der Behandlung laufend kontrolliert und mittels der Vakuumpumpe auf einem vorgegebenen Arbeitsdruck von beispielsweise zwischen 10 mbar und 50 mbar gehalten.

[0029] Im Anschluss an die Behandlung wird der Druck im Druckbehälter 2 durch Zuführung von Luft oder eines Inertgases wie Stickstoff oder Argon wieder dem Umgebungsdruck angeglichen. Der als Kühlmedium eingesetzte Stickstoff verdampft oder sublimiert und trennt sich auf diese Weise vom zu kühlenden Produkt. Durch Öffnen eines in der Entnahmeöffnung 6 angeordneten Deckels 13 wird das Produkt anschließend über die Produktausleitung entnommen. Alternativ kann der Druck im Druckbehälter 2 auch auf dem tiefen Einsatzdruck bleiben und das Produkt wird über eine (in diesem Fall anstelle des Deckels 13 installierte) Druckschleuse entnommen. Selbstverständlich können die Produktzuführung und die Entnahmeöffnung auch identisch sein, d.h. das Produkt wird über die gleiche Öffnung oder Druckschleuse in den Druckbehälter eingebracht, über die er auch entnommen wird.

15

20

25

30

35

40

[0030] Anstelle des zuvor beschriebenen batchweisen Betriebs kann in einer Variante der erfindungsgemäßen Vorrichtung auch ein kontinuierlicher Betrieb erfolgen. Dazu ist sowohl die Produktzuführung 3 als auch die Entnahmeöffnung 6 jeweils mit Druckschleusen ausgerüstet, die eine Zuführung von zu kühlendem Produkt über die Zuführung 6 und eine Entnahme von gekühltem Produkt aus dem Druckbehälter 2 ermöglichen, ohne dass dazu der Druck im Druckbehälter 2 auf Umgebungsdruck gebracht werden muss. In diesem Fall wird während der Behandlung laufend flüssiger Stickstoff über die Zuführung 4 zugeführt und der Druck im Druckbehälter auf seinem Arbeitdruck von beispeisweise zwischen 20 mbar und 50 mbar gehalten.

#### <u>Bezugszeichenliste</u>

#### [0031]

- 1. Vorrichtung
- 2. Druckbehälter
- 3. Produktzuführung
- 4. Zuführung für flüssigen Stickstoff
- Absaugleitung
- 6. Entnahmeöffnung (für gekühltes Produkt)
- 7. Tank
- 8. Vakuumpumpe
- 9. Mischeinrichtung
- 10. Motor
- 11. Deckel
- 12. Ventil
- Deckel

## Patentansprüche

 Verfahren zum Herstellen gekühlter Produkte, bei dem ein zu kühlendes Produkt mit einem kryogenen Kühlmedium in direkten thermischen Kontakt gebracht, mit diesem durchmischt und anschließend das Kühlmedium vom gekühlten Produkt getrennt wird,

#### dadurch gekennzeichnet,

dass als Kühlmedium tiefkalter, fester Stickstoff zum Einsatz kommt.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der feste Stickstoff aus flüssigem Stickstoff durch Erniedrigung des Drucks oder des Stickstoffpartialdrucks in einer über dem flüssigen Stickstoff vorliegenden Gasphase auf einen Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff hergestellt wird.
- 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck bzw.
  - der Stickstoffpartialdruck auf einen Wert zwischen 1 mbar und 125 mbar, bevorzugt zwischen 10 mbar

und 30 mbar abgesenkt wird.

- 4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der feste Stickstoff und das zu kühlende Produkt einem an eine Vakuumpumpe (8) angeschlossenen Druckbehälter (2) zugeführt wird, in dem der Stickstoff durch Absenkung des Drucks im Druckbehälter (2) zumindest teilweise verfestigt wird.
- 5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das zu kühlende Produkt und flüssiger Stickstoff dem Druckbehälter (2) zugeführt und miteinander in thermischen Kontakt gebracht werden, und anschließend der Druck im Druckbehälter (2) auf einen Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff abgesenkt wird.
- 6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass flüssiger Stickstoff dem Druckbehälter (2) zugeführt und durch Absenken des Drucks im Druckbehälter (2) auf einen Wert unterhalb des Tripelpunkdrucks von Stickstoff verfestigt wird, anschließend dem Druckbehälter (2) das zu kühlende Produkt zugeführt und mit dem festen Stickstoff in thermischen Kontakt gebracht wird.
- 7. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das zu kühlende Produkt dem Druckbehälter (2) zugeführt wird und anschließend der Druck in Druckbehälter (2) auf einen Wert unterhalb des Tripelpunktdrucks von Stickstoff abgesenkt wird, anschließend dem Druckbehälter (2) flüssiger Stickstoff zugeführt wird, der sich im Druckbehälter (2) zumindest teilweise verfestigt und mit dem Produkt in thermischen Kontakt gebracht wird.
- 8. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Produkt durch den thermischen Kontakt mit dem tiefkalten, festen Stickstoff auf eine Temperatur von zwischen minus 200°C und minus 15°C, bevorzugt auf zwischen minus 30°C und minus 18°C gekühlt wird.
- 9. Vorrichtung zum Herstellen gekühlter Produkte, mit einem Druckbehälter (2) und einem in den Druckbehälter (2) integrierten Mischeinrichtung (9), der eine Zuführung (3) für ein zu kühlendes Produkt sowie eine mit einem Tank für flüssigen Stickstoff verbundenen Zuleitung (4) für flüssigen Stickstoff aufweist, wobei der Druckbehälter (2) und/oder die Mischeinrichtung (9) mit einer thermischen Isolierung ausgerüstet ist und an den Druckbehälter (2) eine Vakuumpumpe (8) angeschlossen ist.
  - **10.** Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, **dass** die Mischeinrichtung einen Mischer (9), ein Mahlwerk, ein Rührwerk, einen Kneter, eine

Mischtrommel oder eine Kombination aus mehreren dieser Einrichtungen umfasst.

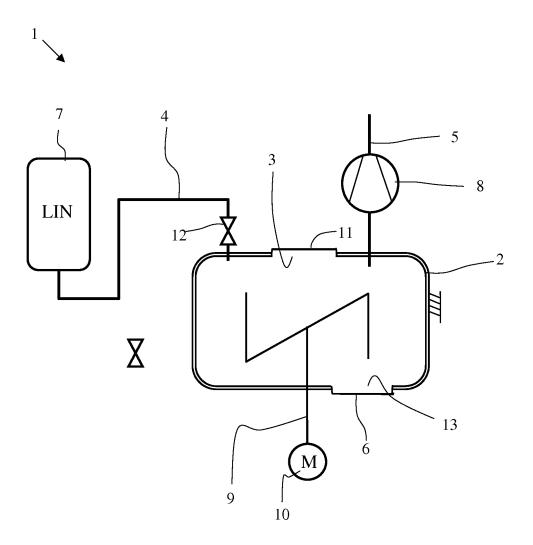


Fig. 1

### EP 2 657 630 A2

#### IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

## In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

- EP 1867902 A2 [0003]
- EP 1887296 A2 **[0005]**
- US 201000474224 A1 [0005]

- EP 1604950 A1 [0010]
- GB 2460016 A **[0010]**