



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 222 690**

⑤① Int. Cl.7: **A61K 9/14**
C01B 33/193
A23K 1/16

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **99910448 .2**

⑧⑥ Fecha de presentación: **29.03.1999**

⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0984772**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **15.03.2000**

⑤④ Título: **Composición que comprende un líquido absorbido sobre un soporte a base de una sílice precipitada.**

③⑩ Prioridad: **30.03.1998 FR 98 03909**

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.02.2005

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.02.2005

⑦③ Titular/es: **RHODIA CHIMIE**
25, quai Paul Doumer
92408 Courbevoie Cédex, FR

⑦② Inventor/es: **Viot, Jean-François**

⑦④ Agente: **Tavira Montes-Jovellar, Antonio**

ES 2 222 690 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).

ES 2 222 690 T3

DESCRIPCIÓN

Composición que comprende un líquido absorbido sobre un soporte a base de una sílice precipitada.

5 La presente invención se refiere a una composición que comprende un líquido, en particular, un complemento líquido de alimentación animal absorbido sobre un vehículo a base de una sílice precipitada particular.

Igualmente, es relativa a la utilización de esta sílice como vehículo de líquido.

10 Se conoce acondicionar líquidos, en particular, los aditivos de alimentación animal, sobre vehículos sólidos, en particular sobre un vehículo de sílice. Este acondicionamiento tiene generalmente por objeto transformar un líquido no o difícilmente manipulable en polvo fluido que se puede almacenar fácilmente, por ejemplo en sacos, y manipulable más fácilmente, y que se puede también dispersar sin dificultad y que se mezcla bien con otros constituyentes sólidos divididos.

15 En la exposición que sigue, se entiende por composición acondicionada la composición así obtenida, es decir, un líquido absorbido sobre un vehículo de sílice.

20 Esta composición acondicionada debe poder ser manipulada fácilmente, lo que incluye una buena fluidez y un espolvoreado bajo. Igualmente, debe presentar un contenido bastante importante en materia activa (líquido), así como una densidad bastante elevada. Estas distintas exigencias son a veces contradictorias y a menudo no son cumplidas por los vehículos de sílices del estado de la técnica anterior (véase las patentes de EE.UU. n° US-A-4.617.294, US-A-4.717.561 y US-A-4.820.532 y la solicitud de patente europea n° EP-A-0345109).

25 Así, el objeto principal de la invención es proporcionar una nueva presentación de composición acondicionada que posee además, de manera ventajosa, a la vez una buena fluidez, un espolvoreado bajo e incluso nulo y una densidad preferentemente bastante elevada.

30 La firma solicitante encontró que, con este fin, la utilización de una sílice precipitada que tiene, entre otras cosas, una morfología bien específica, en este caso una presentación bajo la forma de bolas sensiblemente esféricas, y un tamaño medio de las partículas relativamente elevado, como vehículo para líquidos, por ejemplo para el clorhidrato de colina, ha sido especialmente satisfactoria.

35 En la exposición que sigue, el tamaño medio de las partículas se mide según la norma francesa NF X 11507 (de diciembre de 1970) por tamizado en seco y determinación del diámetro que corresponde a una retención acumulado de 50%.

Se determina la densidad de relleno en estado comprimido (DRT) según la norma francesa NF T 30-042.

40 La absorción de aceite DOP se mide según la norma francesa NF T 30-022 (de marzo de 1953) empleando el ftalato de dioctilo.

45 Los volúmenes porosos dados se miden por porosimetría de mercurio: la preparación de cada muestra se puede hacer del siguiente modo: se seca previamente cada muestra durante 2 horas en estufa a 200°C, luego se coloca en un recipiente de ensayo en los 5 minutos siguientes a su salida de la estufa y se desgasifica bajo vacío, por ejemplo con la ayuda de una bomba de distribuidores rotatorios; los diámetros de poros se calculan por la relación de WASHBURN con un ángulo de contacto teta igual a 140° y una tensión superficial gamma igual a 484 Din/cm (porosímetro tipo MICROMERITICS 9300).

50 La superficie específica BET se determina según el método de BRUNAUER - EMMET - TELLER descrito en "The journal of the American Chemical Society", Vol. 60, página 309, febrero de 1938 y que corresponde a la norma francesa NF T 45007 (de noviembre de 1987).

55 La superficie específica CTAB es la superficie externa determinada según la norma francesa NF T 45007 (de noviembre de 1987) (5.12).

60 El tiempo de vertido t_c de las composiciones acondicionadas, que ilustra su fluidez, se mide por paso de 50 gramos de producto a través de un silo de vidrio de orificio calibrado: diámetro del cilindro: 50 mm; altura del cilindro: 64 mm; ángulo de cono 53°; diámetro de paso a la base del cono: 12 mm. Según este método, se rellena el silo, se cierra en su base, con la ayuda de 50 gramos de producto; luego se abre su base y se anota, después del vertido total de dichos 50 gramos, el tiempo de paso, denominado tiempo de vertido t_c del producto.

65 La composición según la invención comprende al menos un líquido absorbido sobre un vehículo que contiene una sílice precipitada, dicha sílice precipitada se presenta en forma de bolas sensiblemente esféricas y que poseen:

- un tamaño medio de las bolas superior a 150 μm ,
- una densidad de relleno en estado comprimido (DRT) inferior a 0,29,

ES 2 222 690 T3

- una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos 88% en peso,
- un volumen poroso (V_{d1}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1\ \mu\text{m}$ superior a $2,0\ \text{cm}^3/\text{g}$.

5 Así, la sílice precipitada utilizada en la composición acondicionada según la invención se presenta bajo una forma muy particular, en este caso bajo la forma de bolas sensiblemente esféricas.

10 El tamaño medio de dichas bolas es superior a $150\ \mu\text{m}$, y, ventajosamente, igual al menos a $200\ \mu\text{m}$; en general, es a lo sumo de $320\ \mu\text{m}$, preferentemente a lo sumo de $300\ \mu\text{m}$; puede estar comprendido entre 200 y $290\ \mu\text{m}$, en particular, entre 210 y $285\ \mu\text{m}$, por ejemplo entre 215 y $280\ \mu\text{m}$. Este tamaño puede, en particular, estar comprendido entre 260 y $280\ \mu\text{m}$.

15 La densidad de relleno en estado comprimido (DRT) de esta sílice precipitada es inferior a $0,29$. Es preferentemente relativamente alta y por lo tanto está comprendida estrictamente entre $0,24$ y $0,29$, en particular, está comprendida entre $0,25$ y $0,28$.

20 Esta sílice presenta una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos un 88% en peso. Esto significa que al menos 88% en peso de las partículas de esta sílice son retenidos por un tamiz cuya abertura de mallas es de $75\ \mu\text{m}$.

Así, esta sílice presenta un contenido en peso de partículas finas más bien bajo.

25 De manera preferida, su porcentaje de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ es de al menos un 90% en peso, en particular de al menos un 92% en peso, o incluso de al menos un 93% en peso, y puede ser inferior al 94% en peso.

Es por ejemplo de al menos un 90% en peso e inferior a 96% en peso, en particular, inferior a 94% en peso.

30 La sílice precipitada utilizada en la composición acondicionada según la invención es, por lo tanto, bastante poco espolvoreada.

Dicha sílice posee un volumen poroso (V_{d1}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1\ \mu\text{m}$ superior a $2,0\ \text{cm}^3/\text{g}$, en particular de al menos $2,1\ \text{cm}^3/\text{g}$, por ejemplo de al menos $2,2\ \text{cm}^3/\text{g}$.

35 Presenta habitualmente una absorción de aceite DOP de al menos $270\ \text{ml}/100\ \text{g}$, preferentemente de al menos $275\ \text{ml}/100\ \text{g}$, en particular superior a $280\ \text{ml}/100\ \text{g}$. Esta puede así estar comprendida entre 275 y $320\ \text{ml}/100\ \text{g}$, por ejemplo entre 280 y $310\ \text{ml}/100\ \text{g}$, en particular, entre 280 y $295\ \text{ml}/100\ \text{g}$.

40 Su superficie específica BET está comprendida generalmente entre 140 y $240\ \text{m}^2/\text{g}$, en particular, entre 140 y $200\ \text{m}^2/\text{g}$. Por ejemplo, está comprendida entre 150 y $190\ \text{m}^2/\text{g}$. Puede en particular estar comprendida entre 160 y $170\ \text{m}^2/\text{g}$.

45 Su superficie específica CTAB puede estar comprendida entre 140 y $230\ \text{m}^2/\text{g}$, en particular, entre 140 y $190\ \text{m}^2/\text{g}$. Por ejemplo, está comprendida entre 150 y $180\ \text{m}^2/\text{g}$, en particular entre 150 y $165\ \text{m}^2/\text{g}$.

Presenta en general una humedad reducida; su tasa de humedad (pérdida por el secado a 105°C durante 2 horas) es preferentemente inferior a 6% en peso, por ejemplo inferior a 5% en peso.

50 De manera ventajosa, la sílice empleada en la composición según la invención es procedente del secado, por medio de un atomizador de boquillas, de una suspensión de sílice obtenida por precipitación. Preferentemente, dicha suspensión de sílice que se debe secar presenta una tasa de materia seca comprendida entre 18,0 y 20,5% en peso, en particular entre 18,5 y 20,0% en peso, especialmente, entre 19,0 y 20,0% en peso.

55 Esta sílice se puede preparar por un método del tipo que comprende la reacción de un silicato con un agente acidificante por lo que se obtiene una suspensión de sílice precipitada, luego la separación y el secado con la ayuda de un atomizador de boquillas de esta suspensión, siendo la precipitación realizada de la siguiente manera.

60 (1) se forma un material de partida inicial que incluye al menos una parte de la cantidad total de silicato introducido en la reacción y, en general, al menos un electrolito, siendo la concentración en silicato (expresada en SiO_2) en dicho material de partida inicial inferior a $100\ \text{g}/\text{l}$, en particular, inferior a $90\ \text{g}/\text{l}$, y siendo la concentración en electrolito (sulfato de sodio por ejemplo) en dicho material de partida inicial inferior a $17\ \text{g}/\text{l}$, por ejemplo inferior a $14\ \text{g}/\text{l}$,

65 (2) se añade el agente acidificante a dicho material de partida hasta la obtención de un valor de pH del medio de la reacción de al menos aproximadamente 7, generalmente está comprendida entre aproximadamente 7 y 8,

ES 2 222 690 T3

(3) se añade al medio de la reacción del agente acidificante y, cuando proceda, simultáneamente la cantidad restante del silicato,

5 presentando la suspensión que se debe secar una tasa de materia seca comprendida entre 18,0 y 20,5% en peso, en particular entre 18,5 y 20,0% en peso.

Hay que apuntar, de una manera general, que el procedimiento en cuestión es un procedimiento de síntesis de sílice de precipitación, es decir, que se hace actuar, en condiciones particulares, un agente acidificante sobre un silicato.

10 La elección del agente acidificante y del silicato se hace de una manera bien conocida de por sí.

Se puede recordar que se utiliza generalmente como agente acidificante un ácido mineral fuerte tal como el ácido sulfúrico, el ácido nítrico o el ácido clorhídrico, o un ácido orgánico tal como el ácido acético, el ácido fórmico o el ácido carbónico.

15 El agente acidificante puede estar diluido o concentrado; su normalidad puede estar comprendida entre 0,4 y 8 N, por ejemplo entre 0,6 y 1,5 N.

20 En particular, en el caso en que el agente acidificante sea el ácido sulfúrico, su concentración puede estar comprendida entre 40 y 180 g/l, por ejemplo entre 60 y 130 g/l.

Se puede, por otra parte, utilizar como silicato cualquier forma corriente de silicatos tal como metasilicatos o disilicatos y ventajosamente un silicato de metal alcalino, en particular, el silicato de sodio o de potasio.

25 El silicato puede presentar una concentración expresada en sílice comprendida entre 40 y 330 g/l, en particular entre 60 y 300 g/l, por ejemplo entre 60 y 250 g/l.

De manera general, se emplea, como agente acidificante, el ácido sulfúrico, y, como silicato, el silicato de sodio.

30 En el caso en que se utiliza el silicato de sodio, éste presenta, en general, una relación ponderal $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ comprendida entre 2 y 4, por ejemplo entre 3,0 y 3,7.

35 El material de partida inicial comprende en general un electrolito. El término electrolito se entiende aquí en su aceptación normal, es decir, que significa cualquier sustancia iónica o molecular que, cuando está en solución, se descompone o se disocia para formar iones o partículas cargadas. Se puede citar como electrolito una sal del grupo de las sales de los metales alcalinos y alcalino-térreos, en particular, la sal del metal de silicato de partida y el agente acidificante, por ejemplo el cloruro de sodio en el caso de la reacción de un silicato de sodio con el ácido clorhídrico o, preferentemente, el sulfato de sodio en el caso de la reacción de un silicato de sodio con el ácido sulfúrico.

40 En el caso (preferido) de un material de partida que no comprende más que una parte de la cantidad total de silicato introducido en la reacción, se procede, en la etapa (3), a una adición simultánea de agente acidificante y de la cantidad restante de silicato.

45 Esta adición simultánea se realiza preferentemente de tal modo que el valor del pH sea constantemente igual (a +/- 0,2 aproximadamente) al alcanzado al final de la etapa (2).

En general, en una etapa siguiente, se añade al medio de la reacción una cantidad suplementaria de agente acidificante, preferentemente hasta la obtención de un valor del pH del medio de la reacción comprendido entre 3 y 6,5, en particular entre 4 y 6,5.

50 Por lo tanto, se puede ventajosamente efectuar, después de esta adición de una cantidad suplementaria de agente acidificante, una maduración del medio de la reacción, pudiendo esta maduración, por ejemplo, durar de 2 a 60 minutos, en particular, de 3 a 20 minutos.

55 En el caso de un material de partida que comprende la cantidad total del silicato introducido en la reacción, se procede, en la etapa (3), a una adición de agente acidificante, preferentemente hasta la obtención de un valor del pH del medio de la reacción comprendido entre 3 y 6,5, en particular entre 4 y 6,5.

60 Igualmente, se puede, por lo tanto, ventajosamente efectuar, después de esta etapa (3), una maduración del medio de la reacción, pudiendo esta maduración, por ejemplo, durar de 2 a 60 minutos, en particular, de 3 a 20 minutos.

La temperatura del medio de la reacción está comprendida generalmente entre 70 y 98°C.

65 Según una variante del procedimiento, la reacción se efectúa a una temperatura constante, preferentemente comprendida entre 80 y 95°C.

Según otra variante (preferida) del procedimiento, la temperatura de fin de reacción es más elevada que la temperatura de principio de reacción: así, se mantiene la temperatura al principio de la reacción preferentemente entre 70 y

ES 2 222 690 T3

95°C, luego se aumenta la temperatura, preferentemente hasta un valor comprendido entre 80 y 98°C, valor al cual se mantiene hasta el fin de la reacción.

5 Se obtiene, al final de las etapas que acaban de ser descritas, un caldo de sílice que se separa a continuación (separación líquido-sólido).

En general, dicha separación comprende una filtración y un lavado con la ayuda de un filtro equipado de un medio de compactación.

10 Este filtro puede ser un filtro de banda equipado de un rodillo que garantiza la compactación.

Sin embargo, preferentemente, este filtro es un filtro prensa, la separación comprende por lo tanto en general una filtración, un lavado luego una compactación, por medio de dicho filtro.

15 La suspensión de sílice precipitada así recuperada (torta de filtración) se seca a continuación por atomización, por medio de un atomizador de boquillas.

20 De manera muy preferida, esta suspensión debe presentar inmediatamente antes de su secado una tasa de materia seca comprendida entre 18,0 y 20,5% en peso, en particular entre 18,5 y 20,0% en peso, por ejemplo entre 19,0 y 20,0% en peso.

25 Hay que tener en cuenta que la torta de filtración no está siempre en condiciones que permiten una atomización, en particular, debido a su elevada viscosidad. De una manera conocida de por sí, se somete entonces la torta a una operación de disgregación. Esta operación se puede realizar por paso de la torta por una trituradora de tipo coloidal o de bola. La disgregación se efectúa generalmente en presencia de un compuesto del aluminio, en particular de aluminato de sodio. La operación de disgregación permite, en particular, reducir la viscosidad de la suspensión que se debe secar posteriormente.

30 La firma solicitante descubrió que la sílice precipitada definida más arriba y por lo tanto que tiene una morfología bien específica, en este caso una presentación en forma de bolas sensiblemente esféricas y densas, un tamaño medio de las partículas relativamente elevado, presentaba una buena fluidez y un carácter poco espolvoreado, y convenía bien especialmente para el acondicionamiento de los líquidos.

35 Como líquidos, se pueden, en particular, citar los líquidos orgánicos tal como los ácidos orgánicos, los agentes tensioactivos, por ejemplo utilizados en detergencia, de tipo aniónico tales como los sulfonatos o de tipo no iónico tales como los alcoholes, los aditivos orgánicos para caucho y los plaguicidas. Se puede utilizar como líquidos agentes conservadores (ácido fosfórico y ácido propiónico, en particular), aromas y colorantes.

40 La firma solicitante constató que la sílice precipitada descrita anteriormente se adaptaba especialmente al acondicionamiento de los complementos líquidos de alimentación, en particular, de alimentación animal.

45 Así, el líquido contenido en la composición acondicionada conforme a la invención es preferentemente un complemento líquido de alimentación animal. Se pueden, en particular, citar vitaminas, tal como la vitamina E, la colina y, preferentemente, el clorhidrato de colina.

La operación de absorción del líquido sobre el vehículo a base de dicha sílice precipitada se puede efectuar de manera clásica, en particular por pulverización del líquido sobre la sílice en un mezclador.

50 Si la cantidad de líquido absorbido depende en general de la aplicación buscada, la composición según la invención presenta habitualmente, en particular, en el caso del clorhidrato de colina, un contenido en líquido de al menos un 60% en peso, especialmente comprendido entre 60 y 75% en peso, en particular, entre 60 y 70% en peso (con respecto al peso total de la composición); puede por ejemplo estar comprendido entre 63 y 68% en peso, en particular, entre 64 y 67% en peso.

55 Se pueden utilizar contenidos en líquido inferiores, en particular, en el caso de la vitamina E.

60 La composición acondicionada según la invención, debido a la presencia de la sílice precipitada que tiene las características previamente mencionadas, presenta, de manera ventajosa, en particular, en el caso del clorhidrato de colina y especialmente para un contenido en clorhidrato de colina comprendida entre 63 y 68% en peso, preferentemente entre 64 y 67% en peso, un espolvoreado bajo o incluso nulo y una muy buena fluidez, combinados, en general, a una elevada densidad.

65 La composición acondicionada según la invención, en particular en el caso del clorhidrato de colina, presenta, de manera preferida, un tiempo de vertido t_v (medido para 50 gramos de producto y para un diámetro de paso de 12 mm) inferior a 11 segundos, especialmente a lo sumo de 10 segundos, en particular, inferior a 7 segundos, lo que da fe de su muy buena fluidez.

Además, la composición acondicionada conforme a la invención, en particular en el caso del clorhidrato de colina,

ES 2 222 690 T3

presente habitualmente una densidad de relleno en estado comprimido (DRT) de al menos 0,68, por ejemplo de al menos 0,70, en particular, de al menos 0,72.

5 Finalmente, en general, dicha sílice precipitada confiere a esta composición, en particular en el caso del clorhidrato de colina, una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos 95% en peso, en particular, de al menos un 96% en peso. Esta tasa, en particular en el caso del clorhidrato de colina, es preferentemente de al menos un 97% en peso, por ejemplo de al menos un 98% en peso. Esta composición presenta así habitualmente un contenido en peso de partículas finas muy bajo. Por lo tanto, es poco o incluso nada espolvorosa.

10 La invención tiene igualmente por objeto la utilización de la sílice precipitada descrita anteriormente como vehículo de líquido, tal como por ejemplo uno de los líquidos citados más arriba.

El ejemplo siguiente ilustra la invención:

15 Ejemplo

1) En un reactor en acero inoxidable provisto de un sistema de agitación por hélices y de una calefacción por doble envolvente, se introducen:

20 - 345 litros de agua,

- 7,5 kg de Na_2SO_4 , y

25 - 588 litros de silicato de sodio acuoso que presenta una relación ponderal $\text{SiO}/\text{Na}_2\text{O}$ igual a 3,5 y una densidad a 20°C igual a 1,133.

La concentración en silicato expresada en SiO_2 en el material de partida inicial es así de 85 g/l. La mezcla se lleva entonces a una temperatura de 79°C manteniéndola al mismo tiempo bajo agitación. Se introducen a continuación 387 litros de ácido sulfúrico diluido, de densidad a 20°C igual a 1,050, hasta obtener en el medio de la reacción un valor de pH (medida a su temperatura) igual a 8,0. La temperatura de la reacción es de 79°C durante los 25 primeros minutos; se lleva a continuación de 79 a 86°C en 15 minutos, luego se mantiene a 86°C hasta el final de la reacción.

30 Se introducen a continuación (es decir, cuando el pH del medio de la reacción alcanza el valor 8,0) conjuntamente en el medio de la reacción 82 litros de silicato de sodio acuoso del tipo descrito anteriormente y 134 litros de ácido sulfúrico, igualmente del tipo descrito anteriormente, siendo esta introducción simultánea de ácido y de silicato realizada de tal modo que el pH del medio de la reacción, durante el período de introducción, sea constantemente igual $8,0 \pm 0,1$. Después de la introducción de la totalidad del silicato, se sigue la introducción de ácido diluido durante 9 minutos para llevar el pH del medio de la reacción a un valor igual a 5,2. Después de esta introducción de ácido, se mantiene bajo agitación el caldo de la reacción obtenido durante 5 minutos.

40 La duración total de la reacción es de 118 minutos.

Se obtiene así un caldo o suspensión de sílice precipitada que se filtra a continuación y se lava por medio de un filtro prensa de placas verticales (estando dichas placas equipadas de membrana deformable que permite comprimir la torta de filtración por introducción de aire bajo presión), a una presión de 4,5 bares y durante el tiempo necesario con el fin de obtener una torta de sílice cuya pérdida al fuego es igual a 80,5 (por lo tanto, una tasa de materia seca del 19,5% en peso).

45 A continuación, se fluidifica la torta obtenida por acción mecánica y química (adición de una cantidad de aluminato de sodio que corresponde a una relación ponderal Al/SiO_2 de 3000 ppm); durante esta operación, se añade agua de tal manera a obtener un caldo que tiene una pérdida al fuego igual a 81,5% (por lo tanto, una tasa de materia seca del 18,5% en peso). Después de esta operación de disgregación, el caldo resultante, de pH igual a 6,4, se seca por medio de un atomizador de boquillas.

55 La sílice precipitada obtenida P1 se presenta en forma de bolas sensiblemente esféricas y posee las características suplementarias siguientes:

- tamaño medio de las partículas	260 μm
- densidad de relleno en estado comprimido (DRT)	0,28
- tasas de retención por el tamiz de $75\ \mu\text{m}$	93,0
- absorción de aceite DOP	290 ml/100 g
- volumen poroso (V_{d1}) constituido por los poros de $d < 1\ \mu\text{m}$	2,1 cm^3/g

60 2) se pone clorhidrato de colina sobre un vehículo formado por la sílice P1 preparada en 1).

La puesta sobre vehículo del clorhidrato de colina se efectúa en un mezclador en V de 7 litros que gira a 20

ES 2 222 690 T3

revoluciones por minuto, con un eje interior que gira a 1900 revoluciones por minuto, provisto de placas a través de las cuales se pulveriza el clorhidrato de colina y sobre las cuales se fijan cuchillos desmenuzadores.

5 Se carga la totalidad de la sílice P1 en el mezclador, luego se pulveriza el clorhidrato de colina (a una temperatura de 70°C y a un caudal de 100 ml/min) sobre esta sílice. Se mezcla durante 15 minutos, luego se homogeneiza durante 2 minutos suplementarios.

10 La composición acondicionada entonces obtenida contiene un 34% en peso de sílice precipitada P1 y un 66% en peso de clorhidrato de colina y posee las características suplementarias siguientes:

- tiempo de vertido t_v	6,5 segundos
- Densidad de relleno en estado comprimido (DRT)	0,70
- tasa de retención por el tamiz de 75 μm	> 95

15 Así, esta composición acondicionada a base de un vehículo de sílice precipitada, bajo forma de bolas sensiblemente esféricas, presenta una muy buena fluidez (lo que se ilustra, en particular, en un bajo tiempo de vertido t_v) y no es espolvorosa (lo que se ilustra, en particular, por una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de 75 μm elevada), teniendo al mismo tiempo una densidad más bien elevada.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

ES 2 222 690 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición acondicionada que comprende al menos un líquido absorbido sobre un vehículo que contiene una sílice precipitada, **caracterizada** porque dicha sílice se presenta bajo la forma de bolas sensiblemente esféricas y posee:
- un tamaño medio de las bolas superior a $150\ \mu\text{m}$,
 - 10 - una densidad de relleno en estado comprimido (DRT) inferior a 0,29,
 - una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos un 88% en peso,
 - un volumen poroso (V_{dt}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1\ \mu\text{m}$ superior a $2,0\ \text{cm}^3/\text{g}$.
- 15 2. Composición según la reivindicación 1, **caracterizada** porque dicha sílice posee un tamaño medio de las bolas de al menos $200\ \mu\text{m}$, en particular comprendido entre 200 y $290\ \mu\text{m}$.
- 20 3. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizada** porque dicha sílice posee una densidad de relleno en estado comprimido comprendida estrictamente entre 0,24 y 0,29.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque dicha sílice posee una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos 90% en peso.
- 25 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** porque dicha sílice posee una absorción de aceite DOP de al menos $270\ \text{ml}/100\ \text{g}$, en particular de al menos $275\ \text{ml}/100\ \text{g}$, en particular, comprendida entre 275 y $320\ \text{ml}/100\ \text{g}$.
- 30 6. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada** porque dicha sílice posee un volumen poroso (V_{dt}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1\ \mu\text{m}$ de al menos $2,1\ \text{cm}^3/\text{g}$.
7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizada** porque dicha sílice es procedente del secado por medio de un atomizador de boquillas de una suspensión de sílice obtenida por precipitación.
- 35 8. Composición según la reivindicación 7, **caracterizada** porque dicha suspensión de sílice presenta, antes del secado, una tasa de materia seca comprendida entre 18,0 y 20,5% en peso, preferentemente entre 18,5 y 20,0% en peso.
- 40 9. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada** porque dicha composición presenta un contenido en líquido de al menos 60% en peso, en particular comprendido entre 60 y 75% en peso.
10. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizada** porque dicho líquido es un agente conservador, un aroma, un colorante o un complemento líquido de alimentación animal.
- 45 11. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 **caracterizada** porque dicho líquido es el clorhidrato de colina.
12. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizada** porque dicha composición presenta un tiempo de vertido t_e , para 50 gramos y para un diámetro de paso de 12 mm, inferior a 11 segundos, preferentemente a lo sumo de 10 segundos.
- 50 13. Composición según la reivindicación 12, **caracterizada** porque dicho tiempo de vertido t_e es inferior a 7 segundos.
- 55 14. Utilización de una sílice precipitada como vehículo de líquido, en particular, de complemento líquido de alimentación animal, **caracterizada** porque dicha sílice se presenta en forma de bolas sensiblemente esféricas y posee:
- un tamaño medio de las bolas superior a $150\ \mu\text{m}$, preferentemente superior a $200\ \mu\text{m}$,
 - 60 - una densidad de relleno en estado comprimido (DRT) inferior a 0,29, preferentemente comprendida estrictamente entre 0,24 y 0,29,
 - una tasa de retención por el tamiz que tiene una abertura de mallas de $75\ \mu\text{m}$ de al menos 88% en peso, preferentemente, de al menos 90% en peso,
 - 65 - un volumen poroso (V_{dt}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1\ \mu\text{m}$ superior a $2,0\ \text{cm}^3/\text{g}$.
15. Utilización según la reivindicación 14, **caracterizada** porque dicha sílice posee una absorción de aceite DOP

ES 2 222 690 T3

de al menos 270 ml/100 g, especialmente de al menos 275 ml/100 g, en particular, comprendida entre 275 y 320 ml/100 g.

5 16. Utilización según una cualquiera de las reivindicaciones 14 y 15, **caracterizada** porque dicha sílice posee un volumen poroso (V_{dt}) constituido por los poros de diámetro inferior a $1 \mu\text{m}$ de al menos $2,1 \text{ cm}^3/\text{g}$.

10 17. Utilización según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16, **caracterizada** porque dicha sílice es procedente del secado por medio de un atomizador de boquillas de una suspensión de sílice obtenida por precipitación, presentando dicha suspensión de sílice preferentemente, antes del secado, una tasa de materia seca comprendida entre 18,0 y 20,5 en peso, en particular entre 18,5 y 20,0% en peso.

18. Utilización según una cualquiera de las reivindicaciones 14 a 17, **caracterizada** porque dicho líquido es el clorhidrato de colina.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65