



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11) Número de publicación: 2 444 221

51 Int. Cl.:

C01C 1/24 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 13.11.2009 E 09756713 (5)

97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 06.11.2013 EP 2364273

(54) Título: Partículas de óxido de hierro y silicio con una estructura núcleo-envoltura

(30) Prioridad:

05.12.2008 DE 102008044384

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **24.02.2014**

73) Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%) Rellinghauser Strasse 1-11 45128 Essen, DE

(72) Inventor/es:

KATUSIC, STIPAN; HERZOG, HARALD; KRESS, PETER y WIEGAND, ARMIN

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

DESCRIPCIÓN

Partículas de óxido de hierro y silicio con una estructura núcleo-envoltura.

La presente invención se refiere a partículas de óxido de hierro y silicio con una estructura núcleo-envoltura, y a la producción y uso de las mismas.

El calentamiento inductivo de los enlaces que comprenden partículas magnéticas se describe, por ejemplo, en WO 03/042315. Este documento describe, por ejemplo, el uso de partículas de óxido de hierro-silicio obtenidas por pirolisis a la llama para calentamiento inductivo de enlaces adhesivos. Las partículas y la producción de las mismas se dan a conocer en EP-A-1.284.485. Las partículas son partículas pirogénicas que contienen dominios de óxido de hierro superparamagnético con un diámetro interior de 3 a 20 nm en y sobre una matriz de dióxido de silicio. De acuerdo con EP-A-1.284.485, se entiende que los dominios significan regiones superparamagnéticas espacialmente separadas. Adicionalmente, pueden estar presentes también dominios magnéticos que, debido a su tamaño, no exhiben superparamagnetismo e inducen magnetización remanente.

Se ha encontrado ahora que la velocidad de calentamiento en el curso del calentamiento inductivo precisa ser mejorada todavía. Especialmente para calentamiento inductivo en un intervalo de frecuencias moderado, las partículas dadas a conocer en EP-A-1.284.485 son inadecuadas. Adicionalmente, se ha encontrado que la tendencia a la aglomeración de las partículas precisa mejora.

Por esta razón fue un objetivo técnico de la invención proporcionar partículas que reduzcan la velocidad de calentamiento en el curso del calentamiento inductivo comparadas con la técnica anterior. Fue un objetivo técnico adicional proporcionar partículas que tengan al mismo tiempo una tendencia significativamente reducida a la aglomeración comparadas con la técnica anterior.

La invención proporciona partículas de óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura, que tienen

- a) un superficie específica BET de 10 a 80 m²/g,
- b) un espesor de la envoltura de 2 a 30 nm y

15

20

35

45

- c) un contenido de óxido de hierro de 60 a 90% en peso, y de dióxido de silicio de 10 a 40% en peso,
- 25 basado en cada caso en las partículas envueltas, donde
 - d) la proporción de hierro, silicio y oxígeno es al menos 99% en peso, basado en las envueltas, y donde
 - e) el núcleo es cristalino y los óxidos de hierro comprenden hematites, magnetita y maghemita,
 - f) la envoltura consiste en dióxido de silicio amorfo y
- g) al menos un compuesto o una pluralidad de compuestos constituidos por los elementos silicio, hierro y oxígeno está(n) presente(s) entre la envoltura y el núcleo.

En una realización particular de la invención, la superficie específica BET de las partículas es una superficie específica BET de 30 a 70 y preferiblemente 40 a $60~\text{m}^2/\text{g}$.

En una realización particular adicional de la invención, el espesor de la envoltura es 5 a 20 nm.

En una realización particular adicional de la invención, el contenido de óxido de hierro es 75 a 85% en peso y el de dióxido de silicio 15 a 25% en peso, basado en cada caso en las partículas envueltas.

Las partículas de inventiva tienen preferiblemente un diámetro medio de partícula de 5 a 100 nm y más preferiblemente de 30 a 80 nm. El intervalo de 90% de la distribución numérica de las partículas de inventiva es preferiblemente 5 a 60 nm.

Las partículas de inventiva tienen propiedades magnéticas. Las mismas pueden ser ferrimagnéticas, 40 ferromagnéticas y/o superparamagnéticas. Puede darse preferencia a partículas de inventiva con propiedades superparamagnéticas. Las sustancias superparamagnéticas no tienen una configuración permanente (coincidente) de los dipolos magnéticos elementales en ausencia de campos magnéticos activos externos. Las mismas pueden tener una baja magnetización residual.

Adicionalmente, las partículas de inventiva están muy sustancialmente exentas de poros y tienen grupos hidroxilo libres en la superficie.

En una realización preferida de la invención, las partículas están presentes predominante o exclusivamente como partículas de óxido de hierro agregadas envueltas por dióxido de silicio. Es posible que estén presentes un pequeño número de partículas individuales no agregadas.

La unión entre la envoltura y el número puede comprender predominante o exclusivamente silicato de hierro. Dicha unión está presente generalmente en 0,1 a 3% en peso, basado en las partículas envueltas.

El núcleo de las partículas de inventiva comprende los óxidos de hierro hematites, magnetita y maghemita. En general, no pueden detectarse otros polimorfos de óxido de hierro. En casos individuales, pueden detectarse pequeñas cantidades de beta- Fe_2O_3 .

ES 2 444 221 T3

En una realización particular de la invención, la proporción de hematites determinada a partir de los difractogramas de rayos X es 1 a 10% en peso, preferiblemente 4 a 8% en peso, la de magnetita 20 a 50% en peso, preferiblemente 35 a 40% en peso, y la de maghemita 40 a 75% en peso, preferiblemente 50 a 60% en peso, donde las proporciones totalizan 100% en peso.

Las partículas de inventiva que tienen esta distribución son adecuadas particularmente para calentamiento inductivo en un campo magnético de frecuencia media de 3-100 kHz, preferiblemente 20 a 60 kHz.

En una realización particular adicional de la invención, la proporción de hematites determinada a partir de los difractogramas de rayos X es 5 a 40% en peso, preferiblemente 10 a 30% en peso, la de magnetita 50 a 90% en peso, preferiblemente 60 a 85% en peso, y la de maghemita 5 a 30% en peso, preferiblemente 10 a 20% en peso, donde la proporciones totalizan 100%.

Las partículas de inventiva que tienen esta distribución son particularmente adecuadas para calentamiento inductivo en un campo magnético de alta frecuencia mayor que 100 kHz, preferiblemente 400 a 1000 kHz.

Los polimorfos de óxido de hierro presentes en el núcleo son cristalinos y tienen, en una realización preferida de la invención, un tamaño de cristal de la hematites de 200 a 1900 Ångström, de la magnetita de 200 a 600 Ångström y de la maghemita de 150 a 500 Ångström, calculados en cada caso a partir de los difractogramas de rayos X de acuerdo con Debye-Scherrer.

Para calentamiento inductivo en un campo magnético de frecuencia media, se da preferencia muy particular a partículas de inventiva para las cuales

- a) la superficie específica BET es 40 a 70 m²/g,
- b) el espesor de la envoltura es 5 a 20 nm,
- el contenido de óxido de hierro es 80 a 90% en peso y el de dióxido de silicio 10 a 20% en peso,
 basado en cada caso en las partículas envueltas,
 y donde
- d) el núcleo contiene

10

15

20

25

30

35

40

50

- d1) 1 a 10% de hematites con un tamaño de cristal de 700 a 1100 Ångström,
- d2) 20 a 50% de magnetita con un tamaño de cristal de 400 a 700 Ångström,
- d3) 40 a 75% de maghemita con un tamaño de cristal de 100 a 500 Ångström,

donde la suma de estos constituyentes está normalizada a 100% y los tamaños de cristal se calculan a partir del difractograma de rayos X de acuerdo con Debye-Scherrer,

e) la unión entre núcleo y envoltura es silicato de hierro.

Para calentamiento inductivo en un campo magnético de frecuencia elevada, se da preferencia muy particular a partículas de inventiva para las cuales

- a) la superficie específica BET es 40 a 70 m²/g,
- b) el espesor de la envoltura es 5 a 20 nm,
- c) el contenido de óxido de hierro es 80 a 90% en peso y el de dióxido de silicio 10 a 20% en peso, basado en cada caso en las partículas envueltas, y donde
- d) el núcleo contiene
 - d1) 15 a 40% de hematites con un tamaño de cristal de 200 a 400 Ångström,
 - d2) 50 a 70% de magnetita con un tamaño de cristal de 150 a 400 Ångström,
- d3) 5 a 30% de maghemita con un tamaño de cristal de 150 a 250 Ångström,

donde la suma de estos constituyentes está normalizada a 100% y los tamaños de cristal se calculan a partir del difractograma de rayos X de acuerdo con Debye-Scherrer,

e) la unión entre núcleo y envoltura es silicato de hierro.

La invención proporciona adicionalmente un proceso para producir las partículas de óxido de hierro-silicio de inventiva con una estructura núcleo-envoltura, en las cuales

- a1) una corriente que comprende 10 a 40% en peso, calculada como SiO₂, de dos o más compuestos de silicio en fase de vapor, hidrolizables y/u oxidables, uno de los cuales es un monosilano y la proporción del monosilano es 5 a 50% en moles, basada en las suma de los compuestos de silicio, y
- a2) una corriente, en forma de vapor o en forma de un aerosol, que comprende 60 a 90% en peso de un compuesto de hierro oxidable y/o hidrolizable, calculado como Fe₂O₃,

se combinan para dar una mixtura en la zona de mezcla de un reactor que comprende, en sucesión, una zona de mezcla, una zona de combustión, una zona de enfriamiento y una zona de sólidos eliminable,

- b) la mixtura, uno o más gases de combustión que contienen hidrógeno y un gas que contiene oxígeno se transfieren a la zona de combustión por separado uno de otro, se queman en ella y se dejan reaccionar hasta terminación de la reacción a temperaturas adiabáticas de 700 a 2500°C, preferiblemente 1000 a 1500°C, más preferiblemente 1100 a 1400°C y un tiempo medio de residencia de 10 ms a 10 s, preferiblemente 20 ms a 1 s, y más preferiblemente 30 a 100 ms;
- c) la mixtura de reacción se enfría subsiguientemente a temperaturas de 200 a 400°C por alimentación de agua a la zona de enfriamiento y, subsiguientemente,
- d) los sólidos se separan de las sustancias gaseosas o en fase de vapor en la zona de separación.

Compuestos de silicio adecuados, además del monosilano, son especialmente clorosilanos y compuestos de silicio puramente orgánicos. Clorosilanos adecuados son, por ejemplo, SiCl₄, CH₃SiCl₃, (CH₃)₂SiCl₂, (CH₃)₃SiCl, HSiCl₃, (CH₃)₂HSiCl y CH₃C₂H₅SiCl₂, así como mixturas de los clorosilanos arriba mencionados. Además, es posible utilizar, por ejemplo, Si(OC₂H₅)₄, Si(OCH₃)₄, y los siloxilanos cíclicos de la fórmula general [SiR¹R²O]_n, donde R¹, R², R³ = Me o Et, n = 3 a 7, donde R¹, R² son independientes uno de otro. Más preferiblemente, puede utilizarse SiCl₄.

La proporción de monosilano como componente esencial es preferiblemente 5 a 30% molar, basada en la suma de los compuestos de silicio utilizados. Es posible introducir una porción de los mismos directamente en la zona de combustión en lugar de hacerlo en la zona de mezcla.

Se ha encontrado que un compuesto de hierro particularmente útil es cloruro de hierro (II). Adicionalmente, es posible también utilizar compuestos orgánicos de hierro, tales como hierro pentacarbonilo.

El compuesto de hierro puede utilizarse sea en forma de vapor o en forma de un aerosol obtenido por atomización de una solución de un compuesto de hierro por medio de un gas inerte o de un gas que contiene oxígeno. Se prefiere la introducción del compuesto de hierro por la vía de un aerosol. El aerosol puede formarse, por ejemplo, con una tobera multisustancias, un generador de ultrasonidos o un aparato de pulverización electrostática. La concentración del compuesto de hierro en la solución es preferiblemente 10 a 40% en peso, basada en la solución. La atomización se efectúa, por ejemplo, por medio de un gas inerte o de un gas que contiene oxígeno.

Puede ser ventajoso someter el aerosol a un tratamiento térmico antes de introducir el mismo en la forma de mezcla. Esto puede hacerse, por ejemplo, en una zona de horno a temperaturas de 50 a 100°C por encima del punto de ebullición del disolvente durante un tiempo de residencia de 2 a 20 segundos. Se ha encontrado que un polvo producido por medio de este proceso tiene una velocidad de calentamiento particularmente alta en un campo magnético alterno.

Los gases de combustión adecuados pueden ser hidrógeno, metano, etano, propano, gas natural, acetileno o mixturas de los gases mencionados anteriormente. El hidrógeno es el más adecuado. Se da preferencia a la utilización de hidrógeno o mixturas con hidrógeno.

La invención proporciona adicionalmente el uso de las partículas de óxido de hierro-silicio de la invención con una estructura núcleo-envoltura como constituyente de mixturas de caucho, como constituyente de formulaciones de polímeros, como constituyente de composiciones adhesivas, como constituyente de piezas moldeadas unidas de polímero que pueden obtenerse por soldadura en un campo electromagnético alterno, y para producción de dispersiones.

40 Ejemplos

5

10

15

20

25

30

45

55

Ejemplo 1: Una corriente de una mixtura en fase de vapor de 0,49 kg/h de SiCl₄, y 0,05 kg/h de monosilano, y una segunda corriente en forma de un aerosol obtenido a partir de una solución al 25% en peso de cloruro de hierro (II), correspondiente a 1,55 kg/h de cloruro de hierro (II), en agua, y 5 m³ (STP)/h de nitrógeno como gas de atomización a la temperatura ambiente (23°C) por medio de una tobera de dos sustancias, se introducen por separado en la zona de mezcla de un reactor.

Esta mixtura se hace reaccionar en la zona de combustión del reactor en una llama generada por ignición de una mixtura de 7,9 m³ (STP)/h de hidrógeno y 21 m³ (STP)/h de aire. El tiempo de residencia de la mixtura de reacción en la zona de combustión es aproximadamente 40 ms.

En la zona de enfriamiento que sigue aguas abajo de la zona de combustión, la mixtura de reacción se enfría a 332°C por introducción de 8 kg/h de agua.

El sólido resultante se separa de las sustancias gaseosas en un filtro.

Ejemplo 2: Se opera análogamente al Ejemplo 1, excepto que el aerosol se introduce en la zona de mezcla por medio de calentamiento externo a una temperatura de 80°C a la entrada.

<u>Ejemplos 3 a 5</u>: Se opera análogamente al Ejemplo 1, excepto que las proporciones de tetracloruro de silicio, monosilano, hidrógeno y aire se alteran.

Ejemplo 6: Es un ejemplo comparativo en el cual no se utiliza cantidad alguna de monosilano.

Los parámetros de reacción de los Ejemplos 1 a 6 se reproducen en la Tabla 1.

Los valores físico-químicos de los polvos obtenidos se reproducen en la Tabla 2.

Los polvos de los Ejemplos 1 y 2 son notables por una velocidad de calentamiento particularmente alta en el rango de frecuencia media.

- El polvo del Ejemplo 3 exhibe una composición comparativa con relación al núcleo y la envoltura y una superficie específica BET comparable a la de los polvos de los Ejemplos 1 y 2. Sin embargo, el núcleo tiene una composición diferente y tamaños de cristal diferentes. Comparada con los polvos de los Ejemplos 1 y 2, la velocidad de calentamiento en el rango de frecuencias medio es inferior, pero se registran velocidades de calentamiento satisfactorias en el rango de frecuencias altas.
- 10 Los polvos de los Ejemplos 4 y 5 tienen una superficie específica BET mayor comparada con el Ejemplo 1. Adicionalmente, predomina la proporción de magnetita en el núcleo. Las tasas de calentamiento son comparables a las del Ejemplo 3.
- El polvo del Ejemplo Comparativo 6 tiene una composición comparable a los Ejemplos 1 y 2 con relación a dióxido de silicio y óxido de hierro. Al contrario que los polvos de los Ejemplos 1 y 2, sin embargo, el mismo no tiene una estructura núcleo-envoltura. En lugar de ello, existen regiones de óxido de hierro y dióxido de silicio unas a lo largo de otras. La velocidad de calentamiento del polvo en el rango de frecuencias medio y alto, es significativamente menor que para los polvos de inventiva de los Ejemplos 1 y 2.
 - La Figura 1 muestra una imagen TEM de alta resolución de una partícula de óxidos de hierro y silicio de inventiva del Ejemplo 1. La estructura núcleo-envoltura es claramente evidente. Las dos regiones indicadas por A (envoltura), y B (núcleo) se analizaron por EDX (análisis de dispersión de energía de rayos X característicos). Una determinación de los espaciamientos de red en los espectros TEM de alta resolución de las partículas óxido de hierro-silicio de inventiva demuestra claramente que el núcleo está constituido por óxido de hierro. La envoltura consiste en dióxido de silicio amorfo. Entre núcleo y envoltura, es posible detectar regiones que tienen a la vez hierro y silicio. La estructura de silicato de hierro se asigna a estas regiones en conjunción con el difractograma de rayos X.

Tabla 1: Parámetros de Reacción

20

25

Ejemplo		1	2	3	4	5	6 ¹⁾
SiCI	kg/h	0,17	0,17	0,49	0,62	0,87	0,87
SiH	kg/h	0,01	0,01	0,05	0,02	0,01	0
Hidrógeno	m (STP) /h	4,8	4,8	7,9	7,9	6,8	7,0
Aire	m (STP) /h	12,5	12,5	21	21	21	18
Aerosol							
Solución conc. de FeCl	en peso	25	25	25	25	25	25
FeCl ₂	kg/h	0,6	0,6	1,55	1,85	0,6	2,75
Nitrógeno	m (STP)/h	3	3	5	5	3	4
T (aerosol) ²⁾	°C	23	180	23	23	23	23
Temp. Adiabática	°C	1150	1300	1200	1250	1200	1300
Tiempo de residencia ³⁾	ms	60	60	47	43	52	40
Agua de enfriamiento	kg/h	7	8	8	7	7	8
Temperatura ⁴⁾	°C	332	325	327	337	341	221

¹⁾ Ejemplo Comparativo; 2) a la entrada en la zona de mezcla; 3) en la zona de combustión; 4) después de enfriamiento.

Tabla 2: Datos Fisicoquímicos de los Polvos

Ejemplo		1	2	3	4	5	6 ¹⁾
Superficie específica BET	m ² /g	40	38	33	60	74	53
Tamaño medio de partícula	nm	11	14	25	16	13	17

ES 2 444 221 T3

Rango de 90% de la distribución numérica	nm	5-20	6-21	11-40	8-24	4-28	n.d.
Espesor de la envoltura	nm	2-15	2-20	5-30	3-8	3-6	-
Dióxido de silicio	% en peso	17,4	17,4	21,6	19,3	36,5	15,2
Óxido de hierro	% en peso	82,6	82,6	78,4	81,7	63,5	84,8
Maghemita	% en peso	57	69	13	7	5	16
Magnetita	% en peso	38	26	65	85	74	33
Hematites	% en peso	5	5	22	7	17	51
Tamaño del cristal ²⁾							
Maghemita	Å	325	400	170	_7)	_7)	_7)
Magnetita	Å	525	579	325	325	170	180
Hematites	Å	870	1050	275	375	260	-
T _{max} ³⁾							
30 MHz, 0,75 KW ^{4, 6)}	°C	303	347	193	134	153	83
50 MHz, 0,75 KW ^{4, 6)}	°C	-	-	218	152	191	99
655 MHz, 2,9 KW ^{5,6)}	°C	-	-	375	293	327	202
I	I		I	1	1	1	1

¹⁾ Ejemplo comparativo; 2) magnetita, hematites ± 5%; maghemita ± 10%; 3) temperatura máxima alcanzada en el curso del calentamiento en un campo magnético alterno de la frecuencia especificada durante una duración de 7,5 s para 30 y 50 MHz, o 2 s a 655 MHz; 4) determinado por medio de IFF EW10W; 5) determinado por medio de Celes GCTM25; 6) preparación de la muestra: polvo 100% seco en cápsula Petri de vidrio; espesor del vidrio 1,8 mm; altura del polvo 1,5 ± 0,1 mm; medida del pirómetro en la superficie, épsilon 95%; 7) tamaños de cristal no determinables debido a la pequeña proporción de maghemita.

REIVINDICACIONES

1. Partículas de óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura, caracterizadas porque tienen

a) una superficie específica BET de 10 a 80 m²/g,
 b) un espesor de la envoltura de 2 a 30 nm y

5 c) un contenido de óxido de hierro de 60 a 90% en peso, y de dióxido de silicio de 10 a 40% en peso,

basado en cada caso en las partículas envueltas, donde

- d) la proporción de hierro, silicio y oxígeno es al menos 99% en peso, basado en las partículas envueltas, y donde
- e) el núcleo es cristalino y los óxidos de hierro comprenden hematites, magnetita y maghemita,
 - f) la envoltura consiste en dióxido de silicio amorfo y
 - g) al menos un compuesto o una pluralidad de compuestos constituidos por los elementos silicio, hierro y oxígeno está(n) presente(s) entre la envoltura y el núcleo.
 - 2. Partículas de óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con la reivindicación 1,
- 15 caracterizadas porque

las mismas están presentes predominantemente en la forma de agregados de óxidos de hierro envueltos por dióxido de silicio.

- 3. Partículas óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizadas porque
- 20 la unión entre la envoltura y el núcleo es silicato de hierro.
 - 4. Partículas óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3.

caracterizadas porque la proporción de

hematites es 1 a 10% en peso,

25 magnetita es 20 a 50% en peso,

maghemita es 40 a 75% en peso,

donde las proporciones totalizan 100% en peso.

- 5. Partículas óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3.
- 30 caracterizadas porque la proporción de

hematites es 5 a 40% en peso,

magnetita es 50 a 90% en peso,

maghemita es 5 a 30% en peso,

donde las composiciones totalizan 100% en peso.

35 6. Partículas óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5,

caracterizadas porque el tamaño del cristal de la

hematites es 200 a 1200 Ångström,

magnetita es 200 a 600 Ångström,

40 maghemita es 150 a 500 Ångström,

calculado a partir del difractograma de rayos X de acuerdo con Debye-Scherrer.

7. Proceso para producción de las partículas óxido de hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6,

caracterizado porque

45 a1) una corriente que comprende 10 a 40% en peso, calculada como SiO₂, de dos o más compuestos de silicio en fase de vapor, hidrolizables y/u oxidables, uno de los cuales es un monosilano y la proporción del monosilano es 5 a 50% en moles, basada en las suma de los compuestos de silicio, y

a2) una corriente, en forma de vapor o en forma de un aerosol, que comprende 60 a 90% en peso de un compuesto de hierro oxidable y/o hidrolizable, calculado como Fe₂O₃,

se combinan para dar una mixtura en la zona de mezcla de un reactor que comprende, en sucesión, una zona de mezcla, una zona de combustión, una zona de enfriamiento y una zona de sólidos eliminable.

- 5 b) la mixtura, uno o más gases de combustión que contienen hidrógeno y un gas que contiene oxígeno se transfieren a la zona de combustión por separado uno de otro, se queman en ella y se dejan reaccionar hasta terminación de la reacción a temperaturas adiabáticas de 700 a 2500°C, y un tiempo medio de residencia de 10 ms a 10 s,
- c) la mixtura de reacción se enfría subsiguientemente a temperaturas de 200 a 400°C por alimentación de agua a la zona de enfriamiento y, subsiguientemente,
 - d) los sólidos se separan de las sustancias gaseosas o en fase de vapor en la zona de separación.
 - 8. Proceso de acuerdo con la reivindicación 7,

caracterizado porque

el compuesto de silicio es un compuesto de silicio halogenado.

15 9. Proceso de acuerdo con la reivindicación 7 u 8,

caracterizado porque

la proporción de monosilano es 5 a 30% molar basada en los compuestos de silicio utilizados.

10. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 7 a 9.

caracterizado porque

- 20 el compuesto de hierro es cloruro de hierro (II).
 - 11. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 7 a 10,

caracterizado porque

el compuesto de hierro se utiliza en la forma de un aerosol obtenido por atomización de una solución de un compuesto de hierro por medio de un gas inerte o de un gas que contiene oxígeno.

25 12. Proceso de acuerdo con las reivindicaciones 7 a 11,

caracterizado porque

el aerosol se trata térmicamente antes de ser introducido en la zona de mezcla.

Uso de las partículas de óxido hierro-silicio con una estructura núcleo-envoltura de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6 como constituyente de mezclas de caucho, como constituyente de formulaciones de polímero, como constituyente de composiciones adhesivas, como constituyente de piezas moldeadas de polímero unidas que pueden obtenerse por soldadura en un campo electromagnético alterno, y para producción de dispersiones.

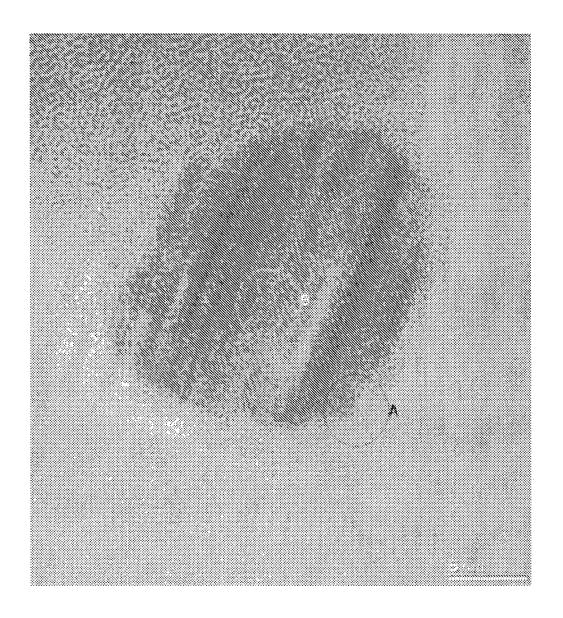


Figura 1