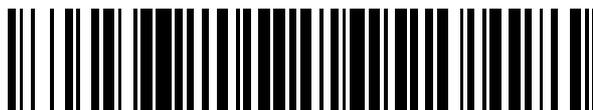


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 260**

51 Int. Cl.:

B02C 13/14 (2006.01)

B02C 23/24 (2006.01)

C04B 20/02 (2006.01)

C04B 30/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.10.2012 E 12007388 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.07.2015 EP 2724780**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una mezcla de aislamiento térmico**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
15.10.2015

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**MENZEL, FRANK;
BANERT, TOBIAS;
MÜLLER HUBERT;
GEISLER, MATTHIAS y
SCHULTZ, THORSTEN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 548 260 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 para la producción de una mezcla de aislamiento térmico.

La invención se refiere a un procedimiento continuo para la producción de una mezcla de aislamiento térmico según la reivindicación 1.

5 Son conocidas mezclas de aislamiento térmico que contienen ácido silícico, agentes opacificantes y fibras. Para la producción de éstas, por ejemplo tal como se da a conocer en el documento EP-A-1988228, se emplean mezcladores planetarios, o como se da a conocer en el documento DE-A-1020100295-13 disolvedores, disolvedores planetarios, mezcladores ciclónicos, mezcladores de fluidos y clasificadores de molienda. El procedimiento se realiza preferiblemente de manera que primeramente se pre-dispersa el ácido silícico y después se pre-mezcla la cantidad
10 total de fibras, primeramente con una parte del ácido silícico como un tipo de mezcla madre. Alternativamente, la mezcla madre puede contener también la cantidad total de agentes opacificantes IR y fibras. Después de una intensa dispersión, se añade el ácido silícico previamente dispersado y se incorpora intensamente por mezcladura.

El estado de la técnica documenta que en la producción de mezclas de aislamiento térmico, por motivos de una mejor gobernabilidad, la molienda y mezcladura de las sustancias de partida se llevan a cabo por separado, a menudo mediante otros grupos. Con ello, se pueden realizar típicamente sólo pequeños caudales con una complejidad de manipulación elevada y un empleo elevado de instalaciones. Esto conduce de nuevo a elevados costes de acabado específicos, a una escasa productividad y a una elevada demanda de inversión. El documento GB 1 230 947 da a conocer un procedimiento para la producción de una mezcla de aislamiento térmico conforme al preámbulo de la reivindicación 1.
15

La misión técnica de la presente invención consistía, por lo tanto, en la provisión de un procedimiento para la producción de una mezcla de aislamiento térmico, en el que la molienda y la mezcladura de las sustancias de partida tienen lugar de forma continua y que permita un elevado rendimiento.
20

Otro problema técnico consistía en proporcionar mezclas en forma de polvo mejoradas para el aislamiento térmico.

Objeto de la invención es un procedimiento para la producción continua de una mezcla de aislamiento térmico pulverulenta, la cual comprende o se compone de partículas de ácido silícico y partículas de agentes opacificantes con las características de la reivindicación 1.
25

Como molino por rebotamiento fino se han acreditado, en particular, molinos de cruceta y molinos de torbellino de aire. Los mejores resultados en relación con el rendimiento y la calidad de la mezcla de aislamiento térmico los proporciona un molino de torbellino de aire. Se conoce el modo de acción de un molino de torbellino de aire, en el que las partículas son recogidas por una corriente de gas de soporte, se las pone en turbulencias y se muelen mediante colisión de las partículas entre sí y colisión con los componentes del molino. El molino de torbellino de aire comprende varias etapas de molienda con un estator común con varias pistas de molienda dispuestas una sobre otra como rotor.
30

Un molino de torbellino de aire comprende un rotor que gira con una velocidad elevada que está montado firmemente sobre un árbol. Mediante el giro se generan torbellinos que recogen las partículas a moler y a mezclar. Una subsiguiente zona de clasificación separa el producto fino del producto tosco, y el producto tosco es devuelto continuamente a la zona de molienda inferior. El molino de torbellino de aire puede estar equipado con un ciclón de filtro dispuesto a continuación, en el que puede estar integrado a elección un sistema de clasificación que separa el aire del producto generado, y el producto obtenido se expulsa del filtro, por ejemplo, a través de esclusas de rodete.
35 La expresión "corriente pre-mezclada" debe significar que los componentes en partículas de la corriente únicamente se mezclan, lo más homogéneamente posible, y no se muelen o sólo se muelen en una medida secundaria. La mezcla resultante no presenta las buenas propiedades de aislamiento térmico del material que se produce conforme a la invención.
40

El gas de soporte preferido es el aire. El gas de soporte puede ser pre-calentado, preferiblemente a temperaturas de 100°C hasta 450°C, de manera particularmente preferida de 150°C a 300°C. Una forma de realización de este tipo es particularmente ventajosa cuando a la producción de la mezcla en forma de polvo están dispuestas a continuación otras etapas tales como una hidrofobización y/o un prensado para formar cuerpos moldeados. Estas etapas dispuestas a continuación se pueden llevar a cabo de la manera más óptima cuando la mezcla en forma de polvo sólo presenta una escasa humedad residual, por norma general no superior a 0,3 hasta 0,5% en masa y una temperatura de 100°C o mayor, por norma general de 120 a 150°C. La ventaja técnica de esta forma de realización estriba en que los componentes a mezclar se presentan en un estado de dispersión máximo, con lo que es posible el secado dentro de un espacio de tiempo muy breve.
45
50

- 5 En una forma de realización preferida de la invención, la corriente pre-mezclada se obtiene generando de forma continua en cada caso a través de una corriente de gas de soporte, en cada caso a través de una unidad de dosificación que comprende, por ejemplo, un husillo de dosificación y una esclusa de rodete, se genera una corriente másica con contenido en partículas de ácido silícico y una corriente másica con contenido en partículas de turbidez, y éstas se conducen conjuntamente.
- 10 En el caso del procedimiento, la velocidad circunferencial del molino de torbellino de aire puede ascender hasta 200 m/s. La velocidad circunferencial adecuada se orienta en función del rendimiento pretendido y de la relación de los participantes en la mezcla partículas de ácido silícico y partículas de agente opacificante. En general, se cumple que velocidades circunferenciales elevadas conducen a un desgaste elevado del material del molino, mientras que velocidades circunferenciales demasiado bajas empeoran la calidad de la mezcla. Se prefiere un intervalo de la velocidad circunferencial de 30 a 100 m/s y de manera particularmente preferida un intervalo de 50 a 80 m/s.
- 15 El tiempo de permanencia medio de los participantes en la mezcla partículas de ácido silícico y partículas de agente opacificante en el molino de torbellino de aire asciende preferiblemente a menos de 10 s. En general, se orientará a caudales de gas bajos, dado que una elevada cantidad de gas condiciona una complejidad técnica elevada. En el caso de caudales de gas demasiado bajos, se puede producir una sedimentación de sólidos en el molino de torbellino de aire y, con ello, a un modo de funcionamiento inestable. Como en el caso de la velocidad circunferencial, también el tiempo de permanencia medio se orientará según el rendimiento pretendido y la relación de los participantes en la mezcla partículas de ácido silícico y partículas de agentes opacificantes. Se prefiere particularmente un tiempo de permanencia medio 0,05 a 5 s y de manera muy particularmente preferida de 0,1 a 1 s.
- 20 Las porciones en partículas conducidas al molino por rebotamiento fino a base de ácido silícico y agentes opacificantes pueden variar dentro de amplios límites. Se prefiere una porción de partículas de ácido silícico de 30 a 95% en peso y partículas de agentes de turbidez de 5 a 70% en peso, en cada caso referida a la suma de las porciones en partículas. Particularmente preferida es una porción de partículas de ácido silícico de 70 a 90% en peso y de agentes opacificantes de 10 a 30% en peso.
- 25 Asimismo, el caudal del gas de soporte puede variarse a lo largo de amplios límites. Preferiblemente asciende a 0,2 hasta 2 kg de sólidos/Nm³ de gas de soporte, y de manera particularmente preferida a 0,5 a 1,2 kg de sólidos/Nm³ de gas de soporte. El sólido comprende o se compone de partículas de ácido silícico y partículas de agentes opacificantes.
- 30 En el caso del procedimiento de acuerdo con la invención se incorporan fibras en la corriente con contenido en partículas. De acuerdo con la invención, esto tiene lugar sólo fuera de la zona de molienda, por encima por la última pista de molienda, aún dentro de un molino de torbellino de aire. En este caso, no actúan ya piezas rotatorias con elevadas sollicitaciones de cizalla sobre las partículas y las fibras. Con ello, las fibras se individualizan de manera particularmente cuidadosa y se mezclan con las partículas.
- 35 En el caso del procedimiento de acuerdo con la invención, el caudal de partículas de ácido silícico, partículas de agentes opacificantes y eventualmente fibras en conjunto asciende preferiblemente al menos a 200 kg/h, de manera particularmente preferida a 200 hasta 1500 kg/h y de manera muy particularmente preferida a 400 hasta 1000 kg/h.
- Como partículas de ácido silícico entran en consideración aerogeles de dióxido de silicio, ácidos silícicos de precipitación y ácidos silícicos preparados por vía pirógena. Los mejores resultados se obtienen con ácidos silícicos preparados por vía pirógena.
- 40 Ácidos silícicos pirógenos se preparan mediante hidrólisis a la llama de compuestos de silicio tales como, por ejemplo, clorosilanos. En el caso de este procedimiento se hace reaccionar un haluro de silicio hidrolizable con una llama que ha sido formada mediante la combustión de hidrógeno y de un gas con contenido en oxígeno. La llama de combustión proporciona en este caso agua para la hidrólisis del haluro de silicio y calor suficiente para la reacción de hidrólisis. Un ácido silícico preparado de esta forma se designa como ácido silícico pirógeno. En el caso de este proceso se forman primeramente partículas primarias que están casi exentas de poros internos. Estas partículas primarias se funden durante el proceso a través de los denominados "cuellos de sinterización" para formar grupos. En virtud de esta estructura, el ácido silícico preparado por vía pirógena es un material de aislamiento térmico ideal, dado que la estructura del grupo determina una estabilidad mecánica suficiente, minimiza la transmisión de calor mediante la conductividad de cuerpos sólidos a través de los "cuellos de sinterización" y genera una porosidad lo suficientemente elevada.
- 50 La superficie del ácido silícico puede modificarse mediante reacción con organosilanos. A modo de ejemplo, se pueden mencionar $R_n\text{-Si-X}_{4-n}$, $R_3\text{Si-Y-SiR}_3$, $R_n\text{Si}_n\text{O}_n$, $(\text{CH}_3)_3\text{-Si-(O-Si(CH}_3)_2)_n\text{-OH}$, $\text{HO-Si(CH}_3)_2)_n\text{(CO-Si(CH}_3)_2\text{N-OH)}$, con $n = 1-8$; $R = \text{-H, -CH}_3, \text{-C}_2\text{H}_5$; $X = \text{-Cl, -Br, -OCH}_3, \text{-OC}_2\text{H}_5, \text{-OC}_2\text{H}_5, \text{-OC}_3\text{H}_8$; $Y = \text{NH, O}$. Explícitamente, se pueden mencionar $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$, $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$, CH_3SiCl_3 , $(\text{CH}_3)_3\text{SiOC}_2\text{H}_5$, $(\text{CH}_3)_2\text{Si(OC}_2\text{H}_5)_2$, $\text{CH}_3\text{Si(OC}_2\text{H}_5)_3$,

$(\text{CH}_3)_3\text{SiNHSi}(\text{CH}_3)_3$, $(\text{CH}_3)_3\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_3$, $(\text{CH}_3)_8\text{Si}_4\text{O}_4$ [octametiltetracilosiloxano], $(\text{CH}_3)_6\text{Si}_3\text{O}_3$ [hexametiltetracilosiloxano] y $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_2)_4\text{OH}$ [polisiloxanol de bajo peso molecular].

5 En el caso del procedimiento de acuerdo con la invención, sin embargo, las partículas de ácido silícico no modificadas en superficie proporcionan los mejores resultados. En particular, pasan a emplearse partículas de ácido silícico pirógenas con una superficie según BET de $90 \text{ m}^2/\text{g}$ o más, de manera particularmente preferida de 150 a $500 \text{ m}^2/\text{g}$.

10 En el caso de las partículas de agente opacificante empleadas en el procedimiento de acuerdo con la invención se trata preferiblemente de óxidos de titanio, óxidos de zirconio, ilmenitas, titanatos de hierro, óxidos de hierro, silicatos de zirconio, carburo de silicio, óxidos de manganeso, grafitos y/o negros de carbono, o de mezclas de sustancias que comprenden al menos uno de los componentes antes mencionados. De manera particularmente preferida, se trata de carburo de silicio, óxidos de titanio, óxidos de hierro o negros de carbono. El tamaño de las partículas de los agentes opacificantes oscila, por norma general, entre $0,1$ y $25 \mu\text{m}$. En el caso de carburo de silicio y óxidos de titanio, el diámetro medio de partículas d_{50} es preferiblemente de 1 a $10 \mu\text{m}$, de manera particularmente preferida de 2 a $8 \mu\text{m}$. La proporción de partículas de agentes opacificantes en la mezcla asciende preferiblemente a 10 hasta 30% en peso. Para el refuerzo mecánico se emplean adicionalmente fibras. Estas fibras pueden ser de origen inorgánico u orgánico y ascienden, por norma general, a 2 hasta 10% en peso, referido a la suma de ácidos silícicos y agentes opacificantes. Ejemplos de fibras inorgánicas empleables son lana de vidrio, lana mineral, fibras de basalto, lana de escoria y fibras cerámicas, las cuales se componen de masas fundidas de óxido de aluminio y/o dióxido de silicio, así como de otros óxidos de metales inorgánicos. Fibras de dióxido de silicio puras son, por ejemplo, fibras de sílice. Ejemplos de fibras orgánicas empleables son fibras de celulosa, fibras textiles o fibras de materiales sintéticos. El diámetro de las fibras asciende preferiblemente a 1 hasta $30 \mu\text{m}$, de manera particularmente preferida a 5 hasta $15 \mu\text{m}$, de manera muy particularmente preferida a 6 hasta $9 \mu\text{m}$, y la longitud asciende preferiblemente a 1 hasta 25 mm , de manera particularmente preferida a 3 hasta 12 mm .

25 La Figura 1 muestra esquemáticamente un diagrama de flujo para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención. En este caso, A = ácido silícico, B = agente opacificante, C = fibras, D = aire, E = molino por rebotamiento fino y F = filtro.

30 Además, se proporciona una mezcla en forma de polvo para el aislamiento térmico que, en calidad de componentes del polvo, contiene 70 a 90% en peso de ácido silícico pirógeno con una superficie según BET de 150 a $500 \text{ m}^2/\text{g}$, preferiblemente de 200 a $400 \text{ m}^2/\text{g}$ y 10 a 30% en peso de carburo de silicio, en cada caso referido a la mezcla en forma de polvo, en la que, a una temperatura de 300 K , el coeficiente de extinción total normalizado, efectivo y específico para la masa, definido como coeficiente de extinción total efectivo y específico para la masa, dividido por la proporción en masa de carburo de silicio en la mezcla en forma de polvo asciende al menos a $3,5 \text{ m}^2/\text{kg}$, preferiblemente a $3,5$ hasta $4,5 \text{ m}^2/\text{kg}$, de manera particularmente preferida a $3,8$ hasta $4,3 \text{ m}^2/\text{kg}$.

En este caso, el diámetro medio de partículas d_{50} del carburo de silicio asciende preferiblemente a 1 hasta $8 \mu\text{m}$.

35 Además, se proporciona una mezcla en forma de polvo para el aislamiento térmico que, en calidad de componentes del polvo, contiene 70 a 90% en peso de ácido silícico pirógeno con una superficie según BET de 150 a $500 \text{ m}^2/\text{g}$, preferiblemente de 200 a $400 \text{ m}^2/\text{g}$, y 10 a 30% en peso de negro de carbono, preferiblemente negro de humo, en cada caso referido a la mezcla en forma de polvo, en la que, a una temperatura de 300 K (27°C), el coeficiente de extinción total normalizado efectivo y específico para la masa, definido como coeficiente de extinción total efectivo y específico para la masa, dividido por la proporción en masa de negro de carbono en la mezcla en forma de polvo, asciende al menos a $9 \text{ m}^2/\text{kg}$, preferiblemente a 9 hasta $10 \text{ m}^2/\text{kg}$.

Tanto el carburo de silicio como la mezcla en forma de polvo con contenido en negro de carbono pueden contener 2 a 10% en peso de fibras, referido a la mezcla en forma de polvo. En el caso de las fibras se trata de aquellas que ya han sido descritas en la solicitud.

45 Un ejemplo de realización de la invención es el uso de la mezcla en forma de polvo obtenible según el procedimiento de acuerdo con la invención o de la mezcla en forma de polvo con contenido en carburo de silicio, con un coeficiente de extinción total normalizado, efectivo y específico para la masa, a una temperatura de 300K (27°C), de al menos $3,5 \text{ m}^2/\text{kg}$ o de la mezcla en forma de polvo con contenido en negro de carbono, con un coeficiente de extinción total normalizado, efectivo y específico para la masa, de al menos $9 \text{ m}^2/\text{kg}$ o de la mezcla de polvo/fibras para la producción de cuerpos moldeados, también como estructuras de núcleo en paneles de aislamiento en vacío, para el aislamiento térmico.

Ejemplos:

Sustancias de partida

ES 2 548 260 T3

- A: AEROSIL® 300, ácido silícico pirógeno; Evonik Industries; superficie según BET 300 m²/kg
- B: Negro de humo 101, ORION Engineered Carbon; d₅₀ = 2,17 μm;
- C: Carburo de silicio, Silcar G14; ESK; d₅₀ = 2,73 μm;
- D: Fibras de vidrio, diámetro medio de las fibras, aprox. 9 μm; longitud, aprox. 6 mm.

5 El diámetro medio de partículas d₅₀ se determina mediante la difracción por láser utilizando un aparato de medición HORIBA LA-950.

Molino de torbellino de aire: modelo LGM4 de HOSOKAWA ALPINE.

10 Ejemplo 1: AEROSIL® 300 y negro de humo 101 se aspiraron al molino de torbellino de aire en cada caso con aire. Las sustancias de partida se entregan en cada caso volumétricamente a través de un husillo de dosificación. Como cierre del aire entre el husillo de dosificación y la instalación se emplea en cada caso una esclusa de rodete. Las sustancias de partida se dosifican de manera que resulta una mezcla a base de 80% en peso de ácido silícico y 20% en peso de carburo de silicio, en cada caso referido a 25 kg del tamaño de la tanda. La velocidad circunferencial del molino de torbellino de aire asciende a aprox. 80 ms⁻¹, el tiempo de permanencia medio de la mezcla de sustancias a aprox. 0,1 s. Resulta un caudal de 394,7 kg/h. La cantidad de aire incorporada en el molino de torbellino de aire asciende a 350 m³/h.

Los Ejemplos 2 a 7 se llevan a cabo de forma análoga. Las sustancias de partida y los parámetros de funcionamiento se pueden deducir de la Tabla 1.

20 Los Ejemplos 8 a 10 se llevan a cabo análogamente al Ejemplo 1, pero en la zona superior del molino de torbellino de aire se aspiran adicionalmente fibras de vidrio a través de un puesto de entrega. Las sustancias de partida y los parámetros de funcionamiento se pueden deducir de la Tabla 1.

Ejemplo 11 (Comparación): 3 kg de la mezcla obtenida del Ensayo 6 se mezclan con 150 g de fibras de vidrio en un mezclador cónico durante aprox. 30 minutos. Se demostró que las fibras en el mezclador están claramente dañadas.

25 Ejemplo 12 (Comparación): En un mezclador de reja de arado de la razón social Minox, tipo FSM 300 HM/1MK se mezclan 4 kg de AEROSIL® 300 y 1 kg de negro de humo 101 con una frecuencia de circulación de las paletas completa de en cada caso 3 min sin cabeza de cuchillas y luego durante 3 min con cabeza de cuchillas con un número de revoluciones completo.

30 Ejemplo 13 (Comparación): En un mezclador de reja de arado de la razón social Minox, tipo FSM 300 HM/1MK se mezclan 4 kg de AEROSIL® 300 y 1 kg de carburo de silicio con una frecuencia de circulación de las paletas completa de en cada caso 3 min sin cabeza de cuchillas y luego durante 3 min con cabeza de cuchillas con un número de revoluciones completo.

Determinación del coeficiente de extinción total normalizado, efectivo y específico para la masa e_m* - Ejemplos 1, 5, 12 y 13

35 La determinación del coeficiente de extinción efectivo, específico para la masa e_m*, tuvo lugar según el procedimiento de medición descrito en Keller et al., High temperatures-high pressures, páginas 297-314, 2010. La preparación de las muestras se describe en este caso bajo los puntos 3.1, 3.2. y 3.2.2. El cálculo de e_m* se menciona bajo el punto 2.2. En este caso, e_m* corresponde al valor inverso del e* (T) indicado en la ecuación 18.

40 En el caso del método según Keller et al., el material y el material comparativo se examinan mediante un espectrómetro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) de la razón social Bruker en el intervalo de longitudes de onda de 1,4 μm a 35 μm. La preparación de las muestras tuvo lugar con el sistema de dispersión en vacío GALAI PD-10 de la razón social Galai Instruments. La subsiguiente normalización del coeficiente de extinción total efectivo y específico para la masa tiene lugar mediante la división por la porción en masa del agente opacificante IR en la mezcla en forma de polvo. Este coeficiente de extinción total efectivo específico para la masa se representa, a una temperatura de 300K (27°C), en ejemplos seleccionados en la Tabla 2:

Tabla 2: Coeficiente de extinción total normalizado, efectivo y específico para la masa e_m* a 300K (27°C).

Ejemplo	1	5	12	13
e _m * [m ² /kg]	9,5	3,7	8,7	3,4

ES 2 548 260 T3

Los valores más elevados para e_m^* representan una conductividad térmica de radiación menor de los materiales de los Ejemplos 1 y 5 con respecto a los del estado de la técnica conforme a los Ejemplos 12 y 13. Particularmente, en sistemas en los que se ha hecho el vacío, la conductividad térmica por radiación representa una porción importante de la conductividad térmica total.

Tabla 1: Cantidades de sustancias de partida y parámetros de funcionamiento

Ejemplo	A	B	C	D	Suma A - D	Aire	Velocidad circunferencial	Caudal	Sólido/gas de soporte
	% en peso	% en peso	% en peso	% en peso	kg	m ³ /h	m/s	kg/h	kg/Nm ³
1	80	20	-	-	25,0	350	80	394,7	1,1
2	80	20	-	-	75,0	500	80	394,7	0,8
3	70	30	-	-	27,0	500	80	426,3	0,9
4	60	40	-	-	31,8	500	80	502,1	1,0
5	80	-	20	-	22,0	500	80	227,6	0,5
6	80	-	20	-	25,0	500	80	394,7	0,8
7	70	-	30	-	27,0	500	80	426,3	0,9
8	80	20	-	5	27,0	650	80	405,0	0,6
9	80	-	20	5	24,4	700	80	385,3	0,6
10	70	-	30	5	28,0	650	56	442,1	0,7

** a 20°C

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la producción continua de una mezcla de aislamiento térmico que comprende partículas de ácido silícico y partículas de agente opacificante, caracterizado por que una corriente pre-mezclada que comprende un gas de soporte, partículas de ácido silícico y partículas de agente opacificante se incorpora en un molino por rebotamiento fino, allí se muele y mezcla y, a continuación, el sólido se separa de la corriente de gas, y en el que el molino por rebotamiento fino es un molino de torbellino de aire que comprende pistas de molienda dispuestas una sobre otra en un eje rotatorio, y en el que las fibras se incorporan en la corriente con contenido en partículas por encima de la última pista de molienda, aún dentro de un molino de torbellino de aire.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la velocidad circunferencial del molino de torbellino de aire asciende hasta 200 ms^{-1} .
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por que el tiempo de permanencia medio de las partículas de ácido silícico y las partículas de agente opacificante en el molino de torbellino de aire es de menos de 10 s.
- 15 4. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el gas de soporte se precalienta hasta 100°C a 450°C .
5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la corriente pre-mezclada se obtiene conduciendo conjuntamente partículas de ácido silícico y partículas de agente opacificante en cada caso en una corriente de gas de soporte, a través de en cada caso una unidad de dosificación.
- 20 6. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que las porciones en partículas de la mezcla, aportadas al molino por rebotamiento fino, contienen 30 a 95% en peso de partículas de ácido silícico y 5 a 70% en peso de partículas de agente opacificante, referido a la suma de las porciones en partículas.
7. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la carga del gas de soporte asciende a 0,2 hasta $2 \text{ kg de sólidos/Nm}^3$ de gas de soporte.
- 25 8. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el caudal de partículas de ácido silícico, partículas de agente opacificante y eventualmente fibras asciende en total a al menos 200 kg/h .
9. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que se emplean partículas de ácido silícico preparadas por vía pirógena.
- 30 10. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que las partículas de agente opacificante se eligen de los grupos consistentes en negros de carbono, óxidos de titanio, carburos de silicio, óxidos de zirconio, ilmenitas, titanatos de hierro, óxidos de hierro, silicatos de zirconio y óxidos de manganeso.
11. Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado por que las fibras se eligen del grupo consistente en lana de vidrio, lana mineral, fibras cerámicas, fibras de dióxido de silicio, fibras de celulosa, fibras textiles y fibras de material sintético.

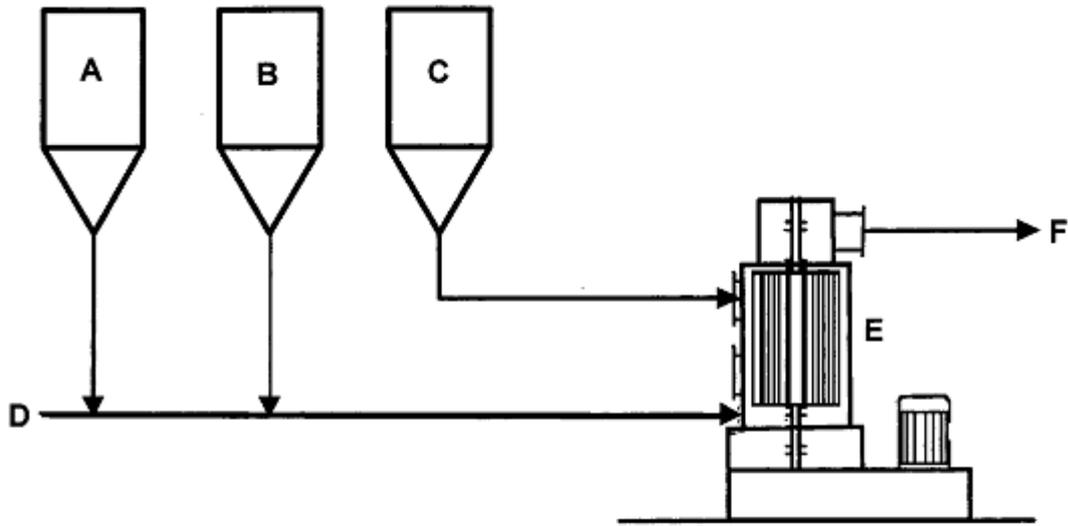


Figura 1