(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 553 453**

(51) Int. Cl.:

C01F 11/18 (2006.01)

C08K 3/26 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.07.2002** **E 02743265 (7)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.09.2015** **EP 1406838**

(54) Título: **Procedimiento para la obtención de partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica**

(30) Prioridad:

04.07.2001 FR 0108909

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.12.2015

(73) Titular/es:

SOLVAY SA (100.0%)
Rue de Ransbeek, 310
1120 Bruxelles , BE

(72) Inventor/es:

VOGELS, CLAUDE;
CAVALIER, KARINE;
SY, DIDIER y
ROSA, ROBERTO

(74) Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 553 453 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 obtención de partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica

La presente invención se refiere a partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica, a un procedimiento para la obtención de las partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica, y al uso de las mismas.

Las partículas de carbonato cálcico precipitado mediante carbonatación de una lechada de cal, gracias a su gran pureza, son muy convenientes como material de carga, particularmente en papeles y plásticos. Estas aplicaciones requieren igualmente partículas muy finas.

Es conocida (WO 99/51691) la producción del carbonato cálcico precipitado mediante carbonatación de una lechada de cal en presencia de compuestos orgánicos solubles tales como el ácido cítrico, en muy baja concentración, del orden del 0,1 %. Sin embargo, las partículas de calcita obtenidas son demasiado grandes para ser usadas eficazmente como material de carga en plásticos.

En la patente US 4157379 se describen partículas fibrosas, estructuradas a escala nanométrica, de carbonato cálcico precipitado constituidas por la aglomeración en cadena de corpúsculos primarios que tienen un diámetro medio comprendido entre 10 y 100 nm.

El documento JP60103025 (XP-002188683) describe la formación de $CaCO_3$ muy fino que tiene determinada superficie específica, mediante carbonatación de una lechada de cal en presencia de agentes que forman núcleos de cristal, por ejemplo el ácido acético.

El documento JP59097530 describe la formación de $CaCO_3$ mediante carbonatación de una lechada de cal en presencia de agentes gelificantes, por ejemplo, el ácido tartrónico.

La patente US5741471 divulga un procedimiento para la precipitación de partículas discretas prismáticas de $CaCO_3$ mediante carbonatación de una lechada de cal que contiene un sacárido o un polisacárido.

No obstante, estas partículas requieren una carbonatación compleja en dos etapas de la lechada de cal; en la primera se añade un agente quelante a la lechada de cal para formar una suspensión coloidal; esta última se carbonata a continuación en presencia de otro aditivo, una sal metálica soluble, todo ello a pH controlado.

La presente invención tiene como objeto obtener de un modo sencillo, en una sola etapa, partículas de carbonato cálcico precipitado que tienen una estructura nanométrica. Asimismo, la presente invención tiene como objeto producir tales partículas que poseen, además, morfologías particulares.

Por tanto, la invención se refiere a partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica, caracterizadas por que las partículas están constituidas por nanofibras asociadas en haces.

La invención se refiere también a un procedimiento para la obtención de partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica, caracterizadas por que las partículas están constituidas por nanofibras asociadas en haces, mediante carbonatación de una lechada de cal a una temperatura no superior a 30 °C, caracterizado por que la carbonatación se lleva a cabo en presencia de un controlador de la cristalización seleccionado entre el ácido cítrico en una concentración comprendida entre un 5 y un 15 % y/o una de sus sales, el ácido poliacrílico y/o una de sus sales de peso molecular comprendido entre 500 y 15000, y el ácido poliaspártico y/o una de sus sales.

Así pues, el procedimiento se caracteriza por que la carbonatación se lleva a cabo en presencia de un controlador de la cristalización seleccionado entre la lista siguiente: el ácido cítrico en una concentración comprendida entre un 5 y un 15 %, el ácido poliacrílico de peso molecular comprendido entre 500 y 15000 y el ácido poliaspártico.

Por "partícula" se entiende una entidad físicamente y químicamente autónoma. De acuerdo con la invención, las partículas están estructuradas a escala nanométrica. Esto significa que están constituidas por uno o más elementos distintos, visibles a escala nanométrica, que poseen una dimensión característica a esta escala nanométrica. En particular, esta dimensión característica es, de media, inferior a 100 nm. De manera particularmente preferente, está comprendida, de media, entre 1 y 50 nm. Cuando la partícula estructurada a escala nanométrica comprende varios elementos, estos están asociados para formar un conjunto solidario. Estos elementos constitutivos son nanofibras. En el caso de las nanofibras, la dimensión característica es su diámetro.

En el procedimiento objeto de la invención, se procede a la carbonatación de una lechada de cal. Para este fin, la concentración de la lechada de cal puede tener un valor de 3 a 200 g/l de hidróxido cálcico. De modo ventajoso, esta concentración tiene un valor de al menos 25 g/l. Se recomienda que no sea superior a 75 g/l. En el momento de su carbonatación, la lechada de cal puede tener temperaturas que varían de 0 a 30 °C. Se prefiere que la temperatura

no sea inferior a 5 °C. La carbonatación de la lechada de cal se lleva a cabo mediante la reacción de esta última con gas carbónico. El gas carbónico que posee una concentración de dióxido de carbono que varía de un 3 a un 100 % se ha podido usar con éxito. No obstante, se prefiere usar gas carbónico cuya concentración esté comprendida entre un 10 y un 60 %. La concentración, de modo ventajoso, es de al menos un 25 %. Se prefiere, particularmente, que no sea superior al 30 %.

De acuerdo con la invención, las partículas de carbonato cálcico, que están preferentemente un forma de calcita, se obtienen mediante carbonatación de la lechada de cal en presencia de un controlador de la cristalización seleccionado entre el ácido cítrico en una concentración comprendida entre un 5 y un 15 % y/o una de sus sales, el ácido poliacrílico y/o una de sus sales de peso molecular comprendido entre 500 y 15000, y el ácido poliaspártico y/o una de sus sales. La expresión "controlador de la cristalización" se entiende en un sentido funcional amplio. En efecto, la función del controlador de la cristalización es modificar la interacción entre la fase sólida, líquida y gaseosa presentes, durante la nucleación y/o el crecimiento de los gérmenes de los cristales de carbonato cálcico, a fin de controlar la morfología de los cristales obtenidos.

Se conoce un número importante de sustancias que poseen tales propiedades, a diversos niveles de intensidad. Sin embargo, se ha observado que algunas de ellas, en número muy limitado, cuando se introducen en la lechada de cal, causan la aparición de carbonato cálcico estructurado a escala nanométrica de manera sencilla y reproducible. Sin desear quedar ligado a una explicación teórica, el inventor cree que estos aditivos particulares tienen una doble acción: una acción química y una acción estructurante. La acción química tiene lugar antes de la reacción de carbonatación y la acción estructurante durante la reacción de carbonatación. En efecto, los aditivos pueden tanto modificar el medio previo a la reacción (modificación del pH, de la concentración de iones Ca^{2+} en el medio, de la sobresaturación...) como desempeñar un papel en el curso de la reacción. Determinados controladores de la cristalización orgánicos, gracias a su estructura macromolecular, pueden modificar la nucleación y/o ralentizar el crecimiento de determinadas caras cristalinas del carbonato cálcico. Por otro lado, determinados controladores de la cristalización orgánicos favorecen igualmente la asociación de gérmenes de cristales nanométricos para formar estructuras organizadas. Finalmente, estos aditivos pueden modificar la estructura de los cristales de $Ca(OH)_2$ en suspensión, que sirven, por tanto, de promotores a las partículas estructuradas a escala nanométrica, objeto de la invención.

Se ha observado que, de manera general, para obtener las partículas de carbonato cálcico estructuradas a escala nanométrica de acuerdo con la invención, la carbonatación de la lechada de cal se lleva a cabo de modo ventajoso en presencia de cantidades sustanciales del controlador de la cristalización. Se ha puesto de manifiesto que las concentraciones óptimas del controlador de la cristalización dependen de la concentración de la lechada de cal. En general, son recomendables las concentraciones de aditivo superiores al 1 %. Los porcentajes se miden con relación al peso del carbonato cálcico producido. Estos se pueden convertir fácilmente con relación al peso del hidróxido cálcico inicialmente en solución utilizando las reglas de la estequiometría. Se prefieren concentraciones de al menos un 2 %. No tiene ningún beneficio adicional que la concentración sea superior al 20 %. El ácido cítrico está presente en una concentración comprendida entre el 5 y el 15 %.

El producto obtenido al finalizar la carbonatación de la lechada de cal se debe secar. El secado se puede llevar a cabo, por ejemplo, en un horno, mediante pulverización en una corriente de aire caliente ("spray drying") o mediante la acción de una radiación, por ejemplo, de infrarrojos (epirradiador).

En ciertos casos, puede ser ventajoso que las partículas estructuradas a escala nanométrica estén recubiertas por una capa de materia orgánica. Este puede ser el caso cuando las partículas se usan como material de carga, particularmente en plásticos. La capa de materia orgánica de recubrimiento puede estar constituida, por ejemplo, por ácidos grasos, saturados o insaturados, pudiendo variar la longitud de la cadena carbonada de 2 a 22 átomos de carbono, siendo los preferentes los ácidos grasos cuyas cadenas comprenden de 16 a 18 átomos de carbono. La capa de recubrimiento también puede estar constituida por alquilsulfosuccinatos, en particular dioctilsulfosuccinato de sodio. Finalmente, y siempre a modo de ejemplo, se han obtenido resultados interesantes cuando la capa de recubrimiento es de ácido aminocaproico.

De acuerdo con la invención, el controlador de la cristalización se selecciona entre: el ácido cítrico, el ácido poliacrílico y el ácido poliaspártico.

En una primera variante de ejecución de la invención, el controlador de la cristalización es el ácido cítrico. El ácido cítrico, según el caso, puede estar parcialmente esterificado o puede estar en forma de citrato o fosfocitrato. El ácido cítrico, no obstante, es el preferente. Se puede introducir antes de la etapa de precipitación o durante la misma. Se ha observado que las partículas de carbonato cálcico estructuradas a escala nanométrica se obtienen cuando el ácido cítrico se introduce en una concentración comprendida entre un 5 y un 15 %, estando calculados los porcentajes con relación al peso del carbonato cálcico obtenido. De manera preferente, esta concentración es superior al 7 %. Es particularmente preferente que permanezca por debajo del 12 %.

Asimismo, se ha observado que, en esta primera variante de ejecución de la invención, son preferentes las temperaturas de carbonatación bajas. En una realización preferente de esta variante, las temperaturas del inicio de

la carbonatación no superan los 10 °C. Sin embargo, es preferente que no disminuyan por debajo de los 4 °C. Las temperaturas entre 5 y 8 °C son particularmente preferentes. Es necesario indicar que, según los dispositivos utilizados, las temperaturas del fin de la carbonatación pueden diferir de un modo más o menos importante de las temperaturas del inicio de la carbonatación.

Asimismo, se ha puesto de manifiesto que las partículas estructuradas a escala nanométrica de acuerdo con esta primera variante de ejecución de la invención, pueden tener una superficie específica muy elevada. En un modo de ejecución preferente de esta variante, las partículas estructuradas a escala nanométrica tienen una superficie específica superior a 70 m^2/g. Las superficies específicas se miden mediante la técnica BET, descrita en la norma ISO 9277. En este modo de ejecución, se recomienda que el secado se lleve a cabo mediante una radiación, por ejemplo, de infrarrojos.

En una segunda variante de ejecución de la invención, el controlador de la cristalización es el ácido poliacrílico. El ácido poliacrílico se puede presentar también en forma de una sal, por ejemplo la sal de sodio. De acuerdo con la invención, se ha puesto de manifiesto que el peso molecular del poli(acrilato de sodio) es crítico y está comprendido entre 500 y 15000. Preferentemente, este peso molecular está comprendido entre 700 y 4000. Es particularmente preferente que sea inferior a 2000. Los valores superiores a 1000 se han revelado como los de mayor preferencia.

En esta variante de ejecución según la cual el controlador de la cristalización es el ácido poliacrílico, es ventajoso que la temperatura del inicio de la carbonatación sea superior a 10 °C. Preferentemente, es superior a 14 °C. No obstante, se recomienda que no supere los 25 °C. Los valores comprendidos entre 15 y 20 °C son los más ventajosos. Por otro lado, se prefiere que la concentración del poli(acrilato de sodio) en la lechada de cal sea superior al 1 %. Es deseable que la concentración permanezca por debajo del 10 %. Los valores de concentración que varían del 2 al 5 % son los de mayor preferencia.

En una última variante de ejecución de la invención, que es ventajosa, el controlador de la cristalización es el ácido poliaspártico. El ácido poliaspártico se presenta de modo ventajoso en forma de una sal, particularmente la sal de sodio del ácido poliaspártico. De acuerdo con esta variante, que es la preferente, pueden ser suficientes concentraciones del ácido poliaspártico en la lechada de cal superiores al 1 %. Es deseable que esta concentración no supere el 5 %. De modo ventajoso, tiene un valor de al menos un 2 %. Se prefiere que no supere el 4 %. La temperatura del inicio de la carbonatación es, de modo ventajoso, superior a 10 °C. Preferentemente, es superior a 14 °C. Sin embargo, se han de evitar valores superiores a 20 °C.

La invención se refiere igualmente a las partículas de carbonato cálcico obtenidas mediante el procedimiento de acuerdo con la invención.

Las partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica obtenidas mediante el procedimiento de acuerdo con la invención están constituidas por al menos una nanofibra.

Una nanofibra es una entidad alargada, cuyo diámetro está en la escala nanométrica, siendo preferentemente inferior a 50 nm. No obstante, es ventajoso que permanezca por encima de 1 nm. La longitud de la nanofibra es tal que la relación longitud/diámetro es superior a 5. Las relaciones longitud/diámetro superiores a 100 son raras. Se prefiere que permanezcan por debajo de 20. En determinados, casos las nanofibras son rectilíneas. No obstante, las que tienen una relación longitud/diámetro grande son con frecuencia curvadas.

Sin desear quedar ligado a una explicación teórica, el inventor cree que las nanofibras son el resultado de la yuxtaposición extremo con extremo de pequeños granos similares, aproximadamente esféricos, que tienen un diámetro próximo al de la nanofibra.

En determinadas condiciones experimentales, los granos pequeños pierden su individualidad para formar una nanofibra que parece homogénea y regular, por ejemplo, en las fotos de microscopía electrónica, sea cual sea su amplificación. En otras condiciones experimentales, los granos pequeños conservan su individualidad y siguen siendo visibles, por ejemplo, en las fotos de microscopía electrónica. La nanofibra tiene, en ese caso, el aspecto de una "nano-rosario".

En una variante de esta realización de la invención, la estructura de la nanofibra es del tipo nano-rosario.

Son ventajosos los nano-rosarios que tienen un diámetro comprendido entre 10 y 30 nm y una longitud comprendida entre 350 y 750 nm.

Se ha observado que las nanofibras de acuerdo con la invención, sean o no del tipo nano-rosario, pueden estar asociadas paralelamente las unas con las otras, de un modo organizado sorprendente. La estructura formada, en ese caso, se parece a un "haz" de nanofibras, tal y como se describe a continuación.

Los haces están compuestos, por lo general, por varias decenas de nanofibras similares. Este número es, preferentemente, superior a 100. Los haces que contienen más de 10.000 nanofibras son excepcionales.

El diámetro de los haces depende, evidentemente, del número de nanofibras que contienen y es, preferentemente, superior a 50 nm. Los haces que tienen un diámetro comprendido entre 100 y 500 nm son ventajosos. La longitud de los haces depende de la longitud de las nanofibras de las que están constituidos pero también del modo en que estas están asociadas: en determinados casos, la longitud del haz puede ser próxima a la de las nanofibras. Sin embargo, por lo general, determinadas nanofibras superan a las otras y la longitud del haz es superior al de las fibras. Los haces cuya longitud está comprendida entre 500 y 1500 nm son los preferentes.

Para obtener partículas de carbonato cálcico precipitado, estructuradas a escala nanométrica y constituidas por nanofibras organizadas en haces, se puede proceder en particular de acuerdo con el procedimiento mencionado anteriormente. En ese caso, es ventajoso proceder a la carbonatación de la lechada de cal en presencia de un controlador de la cristalización seleccionado entre el ácido poliaspártico, el ácido cítrico o el ácido poliacrílico.

El ácido poliacrílico es el preferente.

Cuando el controlador de la cristalización es el ácido poliacrílico, se recomienda aumentar la concentración de ácido poliacrílico cuando la concentración de hidróxido cálcico en la lechada de cal es más elevada. Se ha observado igualmente que el uso del ácido poliacrílico provoca la aparición de haces que tienen un diámetro mayor que los obtenidos con otros aditivos.

Las partículas estructuradas a escala nanométrica de acuerdo con la invención se usan de modo ventajoso como material de carga, por ejemplo, en papel o en plásticos.

En una variante preferida, las partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica de acuerdo con la invención se usan como material de carga en plásticos.

En este uso, las partículas estructuradas a escala nanométrica mejoran las propiedades mecánicas del plástico. Su estructura nanométrica les confiere un excelente acoplamiento con la matriz polimérica. Asimismo, pueden mejorar las propiedades de barrera del plástico respecto a diversos fluidos, líquidos o gases, gracias a superficie específica muy elevada que ejerce un efecto de pantalla sobre el fluido que se desea contener.

Las figuras 1 y 2 son fotos de microscopía electrónica que ilustran a modo de ejemplo las estructuras de "nanofibra". Los factores de amplificación tienen un valor de 100.000 y 70.000, respectivamente.
La figura 3 es una foto de microscopía electrónica que ilustra un ejemplo de la estructura de "nano-rosario". Su factor de amplificación tiene un valor de 70.000.
Las figuras 4 y 5 son fotos de microscopía electrónica que ilustran a modo de ejemplo la misma estructura de "haz", con diferentes amplificaciones. Sus factores de amplificación tienen un valor de 40.000 y 100.000, respectivamente.
La figura 6 es una foto de microscopía electrónica que ilustra un ejemplo de la estructura de "acordeón de nano-placas" (no de acuerdo con la invención). Su factor de amplificación tiene un valor de 40.000.
La figura 7 es una foto de microscopía electrónica que ilustra partículas de carbonato cálcico precipitado no de acuerdo con la invención, que no poseen la estructura a escala nanométrica. Su factor de amplificación tiene un valor de 10.000.

La descripción a continuación de los ejemplos presentados como soporte de la invención ilustran la variedad de estructuras que se pueden obtener mediante un control estricto de las condiciones de la carbonatación.

Ejemplo 1 (de acuerdo con la invención)

Se carbonató una lechada de cal cuya concentración, expresada en g/l de $CaCO_3$, era de 31, y la temperatura inicial tenía un valor de 7,4 °C, con CO_2 cuya concentración tenía un valor del 28 % y una velocidad de flujo de 16 m^3/h, en presencia de un 8 % (porcentaje relativo al $CaCO_3$ producido) de ácido cítrico. La temperatura del final de la carbonatación se elevó a 11,1 °C. El carbonato cálcico precipitado se secó seguidamente en un horno a 75 °C. El producto obtenido, representado en la figura 1, se demostró que estaba estructurado a escala nanométrica y que estaba constituido por nanofibras que tenían un diámetro variable con una media entre 10 y 40 nm. La superficie específica BET del producto se midió a 22 m^2/g.

Ejemplo 2 (de acuerdo con la invención)

Se procedió como en el ejemplo 1, con la excepción de que el carbonato cálcico precipitado se secó mediante la técnica del "epirradiador" a 70 °C. La superficie específica del producto se determinó que alcanzaba 98 m^2/g. El producto se ilustra en la foto de microscopía electrónica de la figura 2.

Ejemplo 3 (no de acuerdo con la invención)

Se procedió como en el ejemplo 1, con la excepción de que la temperatura del inicio de la carbonatación era de 3,8 °C y la concentración de la lechada de cal tenía un valor de 26 g/l. El carbonato cálcico precipitado obtenido, ilustrado en la foto de la figura 7, no estaba estructurado a escala nanométrica.

Ejemplo 4 (de acuerdo con la invención)

Se carbonató una lechada de cal cuya concentración, expresada en g/l de $CaCO_3$, era de 35, y la temperatura inicial tenía un valor de 16,1 °C, con CO_2 cuya concentración tenía un valor del 28 % y una velocidad de flujo de 16 m^3/h, en presencia de un 2 % (porcentaje relativo al $CaCO_3$ producido) de poli(acrilato de sodio). La temperatura del final de la carbonatación se elevó a 16,9 °C. El carbonato cálcico precipitado se secó seguidamente en un horno a 75 °C. El producto obtenido, que estaba recubierto con dioctilsulfosuccinato de sodio, se representa en la figura 3. Se demostró que estaba estructurado a escala nanométrica y que estaba constituido por nano-rosarios, que tenían un diámetro variable con una media entre 20 y 50 nm. La superficie específica BET del producto se midió a 50 m^2/g.

Ejemplo 5 (de acuerdo con la invención)

Se carbonató una lechada de cal cuya concentración, expresada en g/l de $CaCO_3$, era de 25, y la temperatura inicial tenía un valor de 15,8 °C, con CO_2 cuya concentración tenía un valor del 28 % y una velocidad de flujo de 16 m^3/h, en presencia de un 2 % (porcentaje relativo al $CaCO_3$ producido) de poli(acrilato de sodio). La temperatura del final de la carbonatación se elevó a 18,2 °C. El carbonato cálcico precipitado se secó seguidamente en un horno a 75 °C. El producto obtenido, representado en las figuras 4 y 5, se demostró que estaba estructurado a escala nanométrica y que estaba constituido por nanofibras asociadas en haces. La superficie específica se midió a 37 m^2/g.

Ejemplo 6 (no de acuerdo con la invención)

Se carbonató una lechada de cal cuya concentración, expresada en g/l de $CaCO_3$, era de 25, y la temperatura inicial tenía un valor de 15,9 °C, con CO_2 cuya concentración tenía un valor del 28 %. La velocidad de flujo del CO_2 se ajustó a 25 m^3/h durante 5 minutos, y después se redujo a 5 m^3/h. La carbonatación se llevó a cabo en presencia de un 10 % (porcentaje relativo al $CaCO_3$ producido) de dioctilsulfosuccinato de sodio. La temperatura del final de la carbonatación se elevó a 17,7 °C. El carbonato cálcico precipitado se secó seguidamente en un horno a 75 °C. El producto obtenido, representado en la figura 6, se demostró que estaba estructurado a escala nanométrica y que estaba constituido por nano-placas asociadas en acordeones. El espesor de las nano-placas estaba comprendido entre 10 y 40 nm. La superficie específica BET del producto se midió a 9 m^2/g.

REIVINDICACIONES

1. Partículas de carbonato cálcico precipitado estructuradas a escala nanométrica, caracterizadas por que las partículas están constituidas por nanofibras asociadas en haces.

2. Partículas de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizadas por que al menos una de las nanofibras es del tipo nano-rosario.

3. Partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizadas por que los haces están constituidos por nanofibras que tienen una relación L/d superior a 5.

4. Partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas por que los haces están compuestos por más de 100 nanofibras similares.

5. Partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizadas por que los haces tienen un diámetro superior a 50 nm, preferentemente entre 100 y 500 nm.

6. Partículas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizadas por que los haces tienen una longitud comprendida entre 500 y 1500 nm.

7. Procedimiento para la obtención de las partículas de carbonato cálcico de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, mediante carbonatación de una lechada de cal a una temperatura no superior a 30 °C, caracterizado por que la carbonatación se lleva a cabo en presencia de un controlador de la cristalización seleccionado entre el ácido cítrico a una concentración comprendida entre el 5 y el 15 %, y/o una de sus sales, el ácido poliacrílico y/o una de sus sales con un peso molecular comprendido entre 500 y 15000, y el ácido poliaspártico y/o una de sus sales.

8. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que, cuando el controlador de la cristalización es el ácido cítrico, la carbonatación de la lechada de cal se lleva a cabo a una temperatura que varía de 5 a 8 °C.

9. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que el controlador de la cristalización es el ácido poliacrílico y/o una de sus sales.

10. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, caracterizado por que la carbonatación de la lechada de cal se lleva a cabo a una temperatura superior a 10 °C e inferior a 25 °C.

11. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 9 o 10, caracterizado por que la concentración del ácido poliacrílico y/o una de sus sales es superior al 1 % y por debajo del 20 %, preferentemente por debajo del 10 %.

12. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que el controlador de la cristalización es el ácido poliaspártico y/o una de sus sales.

13. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, caracterizado por que la carbonatación de la lechada de cal se lleva a cabo a una temperatura del inicio de la carbonatación superior a 10 °C y, preferentemente, a un máximo de 20 °C.

14. El procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 12 o 13, caracterizado por que la concentración del ácido poliaspártico y/o una de sus sales es superior al 1 % y por debajo del 20 %, preferentemente del 2 al 5 %.

15. El procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que el ácido cítrico está parcialmente esterificado o está en forma de citrato o fosfocitrato, o el ácido poliacrílico está en forma de una sal, o el ácido poliaspártico están en forma de una sal.

16. Uso de las partículas de carbonato cálcico precipitado de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, como material de carga en plásticos.

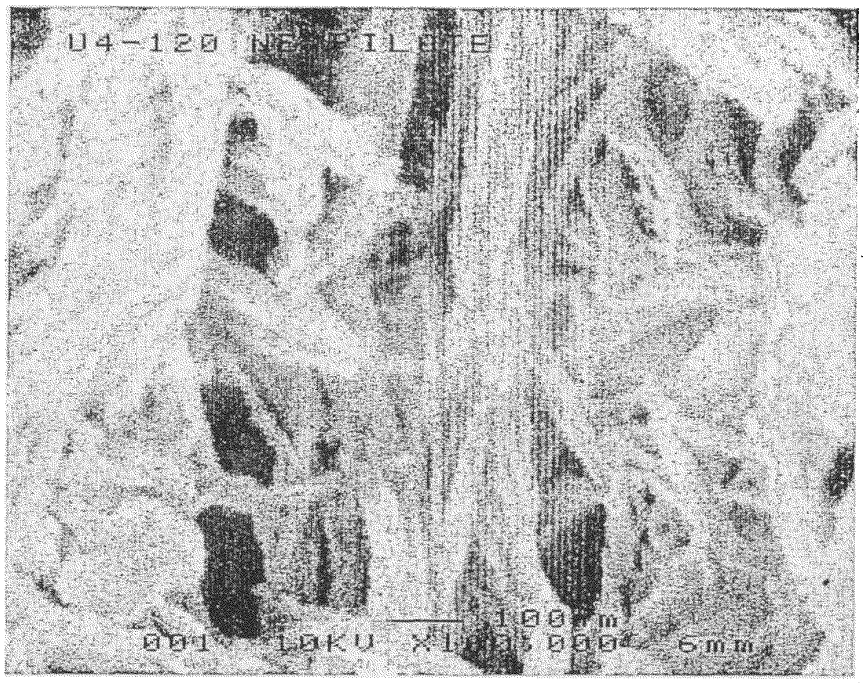

Fig. 1

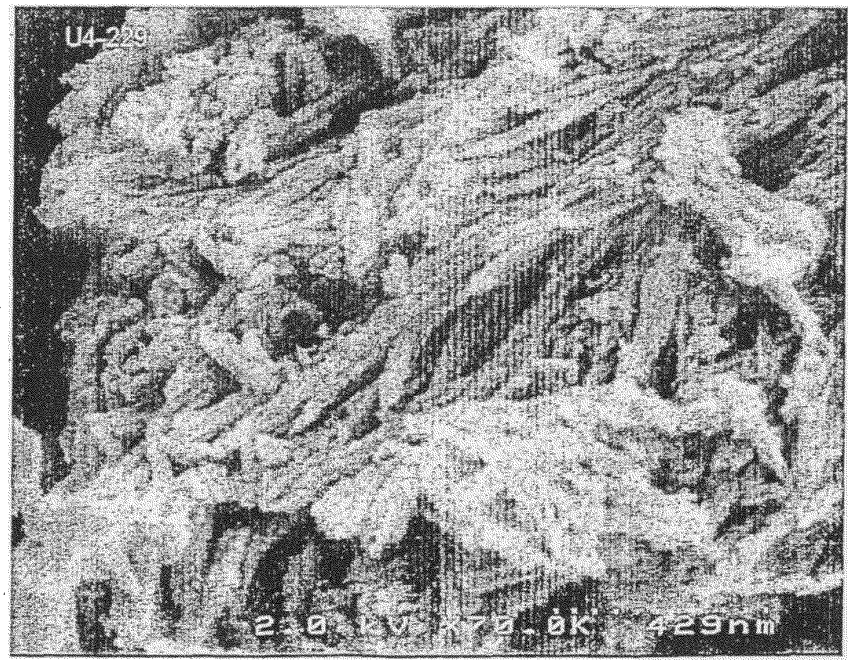

Fig. 2

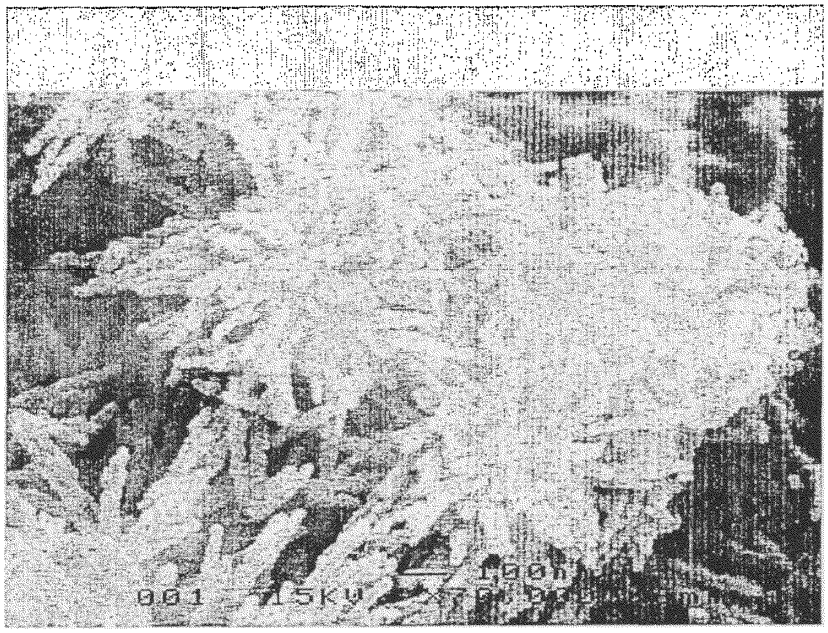

Fig. 3

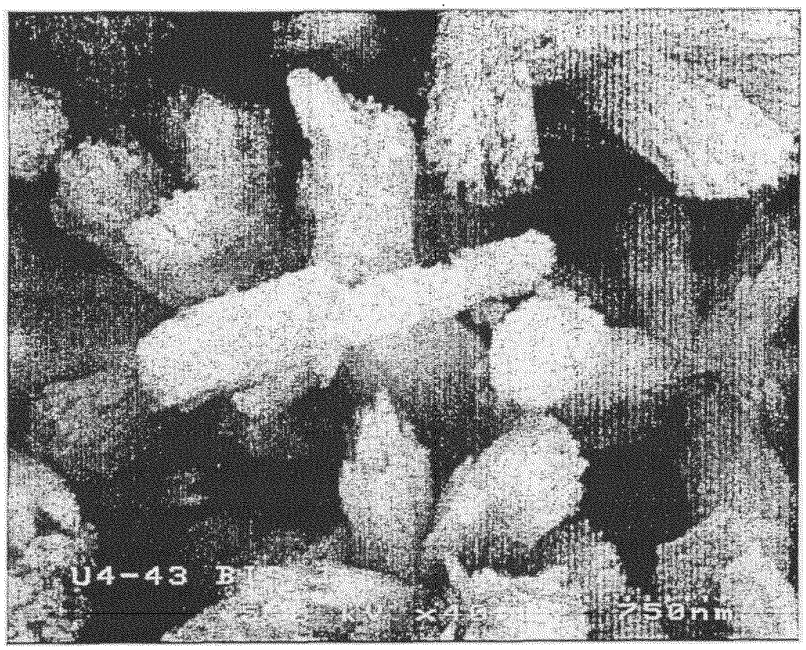

Fig. 4

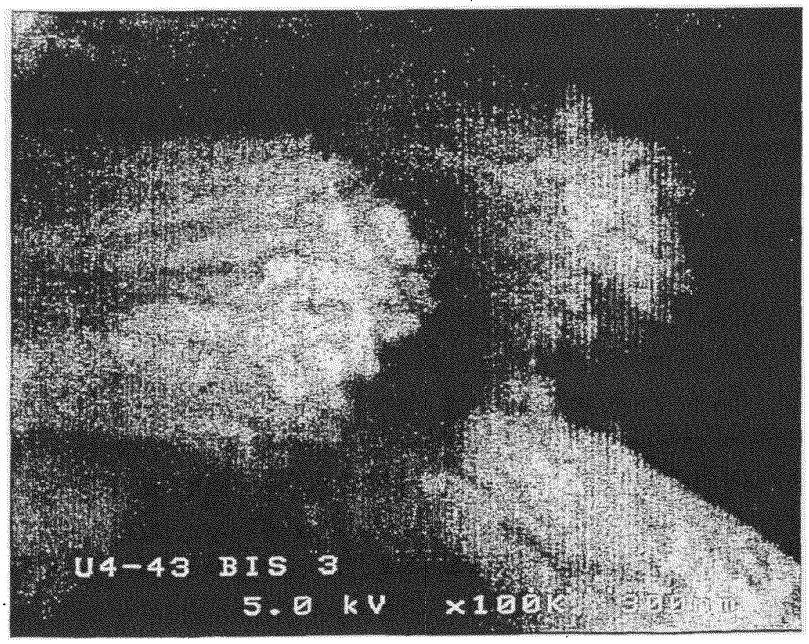

Fig.5

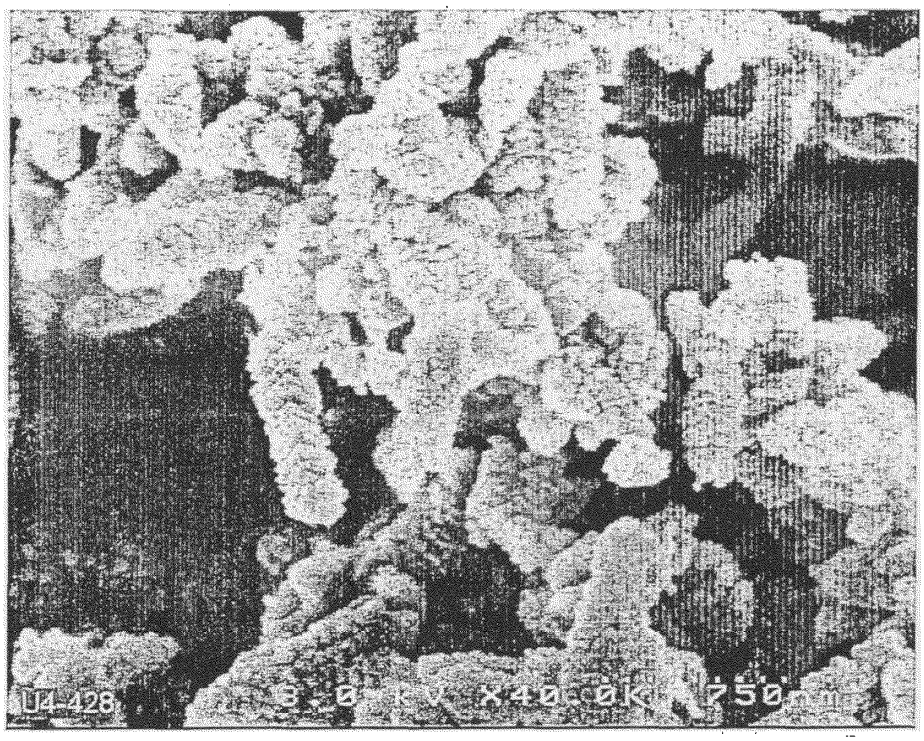

Fig. 6

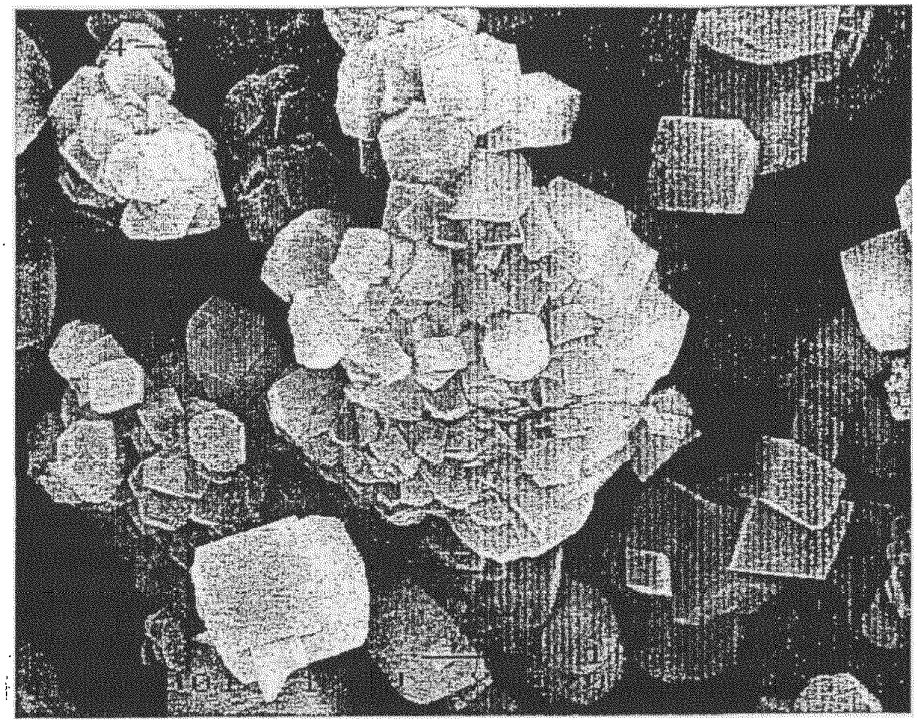

Fig. 7