

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 661 668**

51 Int. Cl.:

C09C 1/36	(2006.01)
C09C 1/00	(2006.01)
C09C 1/02	(2006.01)
C08K 3/16	(2006.01)
C08K 3/22	(2006.01)
C08K 3/26	(2006.01)
C08K 3/32	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.12.2014 PCT/EP2014/003322**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **25.06.2015 WO15090540**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.12.2014 E 14837067 (9)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.01.2018 EP 3083839**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de partículas compuestas**

30 Prioridad:

17.12.2013 EP 13005850

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

03.04.2018

73 Titular/es:

**KRONOS INTERNATIONAL, INC. (100.0%)
Peschstr. 5
51373 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es:

**WILKENHOENER, UWE;
BENDER, JUERGEN y
GROSSER, INGO**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 661 668 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 fabricación de partículas compuestas

Campo de la invención

5 La invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de partículas compuestas, en particular de partículas compuestas a base de dióxido de titanio y carbonato por medio de una mezcla, homogeneización y precipitación combinadas en una mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator.

Antecedentes tecnológicos de la invención

10 En artículos de papel, plásticos, pinturas, barnices, pegamentos, goma, etc. se emplean habitualmente materiales de relleno orgánicos o inorgánicos con un tamaño de partícula pequeño, que sirven de agentes extensores y/o mejoran las propiedades técnicas del material de la matriz. En este contexto se emplean a menudo simultáneamente diferentes materiales de relleno. Los materiales de relleno se hallan entonces en la matriz bien en una mezcla simple, bien en forma de partículas compuestas que se componen en cada caso de al menos dos partículas de material de relleno diferentes. Las partículas compuestas hacen posible una dispersión mejorada de los componentes del material de relleno en la matriz y en caso dado ventajas adicionales.

15 Por ejemplo, frecuentemente se incorporan pigmentos inorgánicos y en particular pigmento de dióxido de titanio a diferentes matrices como blanqueantes, agentes de matizado u opacificantes. El dióxido de titanio, debido a su gran capacidad de refracción, dispersa la luz muy eficazmente y, por este motivo, es el pigmento blanco más importante en los campos de aplicación de pinturas y barnices, plásticos, papel y fibras. La eficacia de dispersión de la luz disminuye cuando las partículas de dióxido de titanio están distribuidas en la matriz separadas unas de otras a una distancia menor que aproximadamente la mitad de la longitud de onda de la luz, o sea aproximadamente 0,20 a 0,25 μm . La eficacia de dispersión de la luz se mide típicamente por medio del poder cubriente o de la capacidad blanqueadora (*tinging strength*) del pigmento de dióxido de titanio en la matriz.

20 Por otra parte, el dióxido de titanio es un factor de coste significativo y desde hace mucho se buscan posibilidades para reducir la cantidad de dióxido de titanio empleada, sin tener que soportar pérdidas de poder cubriente significativas.

25 Es posible lograr un ahorro mediante la combinación de partículas de dióxido de titanio con materiales de relleno adecuados, que como, así llamadas, "partículas diluyentes" tienen una función de distanciadoras para las partículas de TiO_2 . Los procedimientos de fabricación conocidos comprenden tanto la mezcla simple de los componentes como la fabricación de partículas compuestas a través de una unión de las partículas de TiO_2 a las partículas diluyentes mediante un ligante precipitado o la precipitación *in situ* del diluyente sobre la superficie de la partícula de dióxido de titanio.

30 Como diluyente precipitado *in situ* se utiliza frecuentemente carbonato de calcio. La precipitación *in situ* se realiza habitualmente mediante una reacción de óxido de calcio o hidróxido de calcio con dióxido de carbono. Para ello se mezcla una suspensión acuosa de partículas de TiO_2 u otras partículas minerales con CaO o Ca(OH)_2 y a continuación se introduce gas CO_2 , de manera que se precipita carbonato de calcio en forma de partículas (US 5,082,887 A, WO 2000/078874 A1, EP 1 255 791 B1, EP 0 983 322 B1, EP 1 323 674 A1, EP 1 644 580 B1). La mezcla de los componentes y la precipitación del diluyente tiene lugar por lotes en un recipiente.

35 El documento US 3,528 838 describe un procedimiento en el que la precipitación tiene lugar en la suspensión de TiO_2 mediante una reacción de dos reactantes disueltos. En este caso se dispersa TiO_2 en una solución de carbonato de sodio y a continuación se añade una solución de cloruro de calcio, de manera que se precipita carbonato de calcio. También este procedimiento se desarrolla como procedimiento por lotes en un recipiente.

40 El documento US 5,993,533 A, al igual que el documento WO 2009/146834 A1, describe un procedimiento para revestir dióxido de titanio mediante una precipitación de óxidos inorgánicos, como SiO_2 y Al_2O_3 , en el que se mezcla una suspensión de TiO_2 con la sustancia precursora de óxido (primer componente de reacción) en una mezcladora en línea. A continuación se transporta la suspensión de mezcla a un recipiente y se dosifica el segundo componente de reacción (ácido), de manera que pueden tener lugar la reacción y la precipitación.

Objetivo y breve descripción de la invención

45 La invención tiene el objetivo de indicar un procedimiento de fabricación alternativo para partículas compuestas que contengan al menos un componente portador (componente fundamental) en forma de partículas y al menos un componente de partículas inorgánicas precipitado *in situ*.

El objetivo se logra mediante un procedimiento para la fabricación de partículas compuestas que contienen al menos un componente fundamental, en forma de partículas, y partículas inorgánicas precipitadas *in situ* a partir de una suspensión acuosa del componente fundamental en forma de partículas, en donde la suspensión se transporta a través de una mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator, caracterizado por que se dosifica al

menos un compuesto precursor disuelto o dispersado y/o un componente de control de pH para producir las partículas inorgánicas precipitadas *in situ* en la mezcladora de flujos y se precipitan las partículas inorgánicas predominantemente en la mezcladora de flujos.

En las reivindicaciones subordinadas se indican otras formas ventajosas de la invención.

5 Figuras

Figura 1a: Diagrama de flujo esquemático del procedimiento según la invención como procedimiento completamente continuo sin recipiente receptor

Figura 1b: Diagrama de flujo esquemático del procedimiento según la invención como procedimiento completamente continuo con recipiente receptor

10 Figura 2a: Diagrama de flujo esquemático del procedimiento según la invención como procedimiento por lotes sin recipiente receptor

Figura 2b: Diagrama de flujo esquemático del procedimiento según la invención como procedimiento por lotes con recipiente receptor

Figura 3: Distribución de tamaños de partícula de las partículas compuestas según el ejemplo 1

15 Figura 4: Distribución de tamaños de partícula de las partículas compuestas según el ejemplo comparativo 1

Descripción de la invención

Todos las indicaciones hechas a continuación relativas a tamaño en μm , etc., concentración en % en peso o % en volumen, valor pH, etc. deben entenderse como que comprenden también todos los valores que se hallen dentro del intervalo de la exactitud de medición respectiva conocida por el experto en la técnica.

20 El objetivo del procedimiento según la invención es fabricar partículas compuestas que presenten, por una parte, una distribución homogénea y estrecha de tamaños de partículas y, por otra parte, una estructura lo más homogénea posible. "Estructura homogénea" significa que las partículas inorgánicas precipitadas *in situ* están presentes en la superficie de las partículas del componente fundamental, y las distintas partículas del componente fundamental se mantienen separadas mediante las partículas inorgánicas precipitadas *in situ*, es decir que están dispersadas de forma homogénea dentro de las partículas compuestas y que, dentro de lo posible, no aparecen dentro de las partículas compuestas aglomerados del componente fundamental. Una estructura homogénea de las partículas compuestas hace posible una eficacia óptima del pigmento (por ejemplo dióxido de titanio), empleado por ejemplo en pinturas, en relación con la capacidad blanqueadora.

30 El procedimiento según la invención se distingue por que –partiendo de una suspensión acuosa de partículas– la dosificación de al menos un componente líquido o sólido adicional, la mezcla y la homogeneización y la reacción y la precipitación de las partículas inorgánicas tienen lugar en una mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator (por ejemplo máquina de dispersión en línea). La mezcla de los componentes y la reacción y precipitación espontánea de las partículas inorgánicas bajo una alimentación simultánea de energía tienen lugar en un espacio muy reducido, de manera que se evitan los gradientes de concentración, de pH, de viscosidad y de temperatura que aparecen habitualmente en recipientes agitadores. De este modo pueden fabricarse partículas compuestas con una distribución de tamaños de partícula estrecha y considerablemente homogénea y una estructura homogénea.

35 Por el contrario, en los procedimientos ya conocidos del estado de la técnica (por ejemplo US 5,993,533 A o WO 2009/146834 A1) tiene lugar en la máquina de dispersión en línea solamente la adición por mezcla del primer componente de reacción a la suspensión de partículas. La adición del segundo componente de reacción –por ejemplo el ácido– y por lo tanto la reacción y la precipitación no se realizan hasta que la suspensión ha sido transportada a otro recipiente. Las partículas compuestas así fabricadas presentan claros déficits en relación con una distribución homogénea de tamaños de partícula y una estructura homogénea.

Según la invención, a diferencia de los procedimientos ya conocidos del estado de la técnica, no se emplea ningún componente de reacción gaseoso.

45 La utilización de la mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator lleva por una parte a una humectación y una homogeneización óptimas de los componentes en la suspensión, así como a una dispersión homogénea de las partículas inorgánicas precipitadas y del componente fundamental en forma de partículas en la partícula compuesta. Además, el procedimiento según la invención lleva a tiempos de producción considerablemente más cortos.

50 El procedimiento según la invención puede además llevarse a cabo de manera independiente de la viscosidad. Como es sabido, la viscosidad de la suspensión varía significativamente durante la reacción de precipitación con la nucleación espontánea en la fase de gel. La utilización de la mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator hace posible una homogeneización y un transporte incluso a viscosidades elevadas de hasta 100.000 mPa.s.

El procedimiento según la invención está representado esquemáticamente en las Figuras 1a, 1b, 2a y 2b. El procedimiento según la invención parte de una suspensión acuosa (1) del o de los componentes fundamentales en forma de partículas. Como componente fundamental en forma de partículas (partículas portadoras) entran en consideración por ejemplo pigmentos inorgánicos, como dióxido de titanio, óxido de hierro, etc., o materiales de relleno inorgánicos comercialmente conocidos, como carbonatos, caolín, talco, mica, etc., o materiales de relleno orgánicos. La suspensión puede contener también varios componentes fundamentales en forma de partículas. La suspensión puede contener también al menos una de las sustancias precursoras necesarias para las partículas inorgánicas que se han de precipitar. Preferiblemente, la suspensión se produce en un recipiente receptor (2) equipado con un agitador (3) de alto rendimiento, por ejemplo una mezcladora de chorro directo. El agitador de alto rendimiento presenta una velocidad periférica de al menos 15 m/s o un rendimiento de agitación específico de al menos 30 W/m³.

A continuación, la suspensión acuosa se transporta a través de una mezcladora (4) de flujos basada en el principio de rotor-estator –por ejemplo una máquina de dispersión en línea–. En la cabeza de mezcla de la mezcladora de flujos se dosifica, se mezcla óptimamente y se homogeneiza al menos uno de los compuestos precursores (5) necesarios y/o un componente (7) de control de pH para las partículas que se han de precipitar, con lo que se precipitan partículas inorgánicas y se forman partículas compuestas.

Las partículas inorgánicas se precipitan predominantemente en la mezcladora de flujos, es decir en más de un 50 % en peso, preferiblemente en más de un 80 % en peso.

En una realización de la invención, se desvía (6) a continuación la suspensión con las partículas compuestas y se separan las partículas compuestas. En este caso, el procedimiento de fabricación según la invención se lleva a cabo como un procedimiento completamente continuo (Figuras 1a, 1b).

En otra realización de la invención, la suspensión se conduce en un circuito (8) a través de la mezcladora (4) de flujos y en caso dado a través del recipiente receptor (2). En este caso, el procedimiento según la invención se lleva a cabo como un procedimiento parcialmente continuo (Fig. 2a) o como un procedimiento por lotes (Figura 2b).

Como partículas inorgánicas que se han de precipitar entran en consideración por ejemplo carbonatos, fosfatos, sulfatos, hidróxidos, silicatos. Son especialmente adecuados los carbonatos, fosfatos y sulfatos de alcalinotérreos, en particular el carbonato de calcio y el fosfato de calcio. También son adecuados el hidróxido de aluminio (por ejemplo ATH) y el fosfato de aluminio.

En una realización especial del procedimiento se fabrican partículas compuestas como las descritas en el documento WO 2014/000874 A1. Estas partículas compuestas contienen, como componente fundamental en forma de partículas, partículas de dióxido de titanio y al menos un material de relleno inorgánico y/u orgánico, así como partículas de carbonato de calcio precipitadas *in situ*.

Las partículas compuestas según el documento WO 2014/000874 A1 se distinguen por que las partículas de dióxido de titanio están distribuidas homogéneamente en la superficie de partículas de material de relleno inorgánico u orgánico (diluyente) y, mediante carbonato de calcio precipitado *in situ*, se establece entre las partículas diluyentes y las partículas de pigmento de dióxido de titanio una fuerte adherencia íntima que resulta difícil de deshacer en el habitual procesamiento posterior por parte del usuario, como por ejemplo una dispersión en un disolventador o en una máquina de dispersión en línea.

En el marco de la invención, se entiende por partículas de dióxido de titanio o partículas de pigmento de dióxido de titanio partículas en un intervalo de tamaños desde aproximadamente 100 nm hasta aproximadamente 1 µm. En principio, pueden utilizarse partículas de pigmento de dióxido de titanio tratadas superficialmente o no tratadas. Preferiblemente, se utilizan partículas de sustancia original de dióxido de titanio no tratadas, especialmente partículas de sustancia original de dióxido de titanio procedentes del proceso de cloruro. Las partículas de pigmento de dióxido de titanio pueden estar dopadas, preferiblemente con aluminio. Desde el punto de vista económico, resulta especialmente ventajoso emplear partículas de sustancia original de dióxido de titanio producidas según el proceso de cloruro, no molidas con arena y no descloruradas. Como alternativa, también es posible emplear partículas de sustancia original de dióxido de titanio molidas con arena y descloruradas procedentes del proceso de cloruro o partículas de sustancia original de dióxido de titanio molidas con arena procedentes del proceso de sulfato.

Como material de relleno entran en principio en consideración todos los materiales de relleno inorgánicos u orgánicos comerciales conocidos por el experto en la técnica, y también todas las mezclas. Como materiales de relleno inorgánicos son adecuados, por ejemplo: carbonatos de calcio o de calcio-magnesio o de magnesio naturales o precipitados, como polvo de mármol, creta, carbonato de calcio precipitado (PCC), dolomía, huntita, hidromagnesita o magnesita. Dentro de los “carbonatos” se incluyen en este contexto también carbonatos con grupos hidróxido y/o agua de cristalización. Además resultan adecuados sulfatos, como el sulfato de bario y el sulfato de calcio, fosfatos naturales, hidróxidos, como el hidróxido de magnesio, el hidróxido de aluminio o el óxido de aluminio hidratado, y óxidos, como por ejemplo dióxido de silicio en forma natural, molida, pirógena o precipitada, como polvo de cuarzo, tierra de diatomeas (*kieselgur*), etc. Además resultan adecuados por ejemplo silicatos y aluminosilicatos, como el talco, las zeolitas, el caolín, la volastonita, la mica, minerales arcillosos cocidos y sin cocer.

- También resultan adecuados por ejemplo las perlitas y el polvo de vidrio. Además pueden utilizarse como material de relleno fibras inorgánicas u orgánicas. Preferiblemente se emplean materiales de relleno blancos. Se prefieren especialmente los carbonatos de Ca-Mg o de Mg como la dolomía, la huntita, la hidromagnesita o la magnesita. Las partículas de material de relleno presentan por regla general un tamaño de partículas desde 0,1 µm hasta 100 µm, preferiblemente desde 0,5 µm hasta 20 µm y en particular desde 1 µm hasta 10 µm.
- Las partículas de carbonato de calcio se precipitan a consecuencia de una reacción entre los compuestos precursores “fuente de calcio” y “fuente de carbonato”.
- Como fuente de calcio pueden emplearse por ejemplo compuestos de calcio como el cloruro de calcio, el nitrato de calcio o el hidróxido de calcio. Además, puede emplearse como fuente de calcio carbonato de calcio en forma de una variante de carbonato de calcio comercialmente usual conocida por el experto en la técnica. Ventajosamente, el carbonato de calcio empleado dispone de un grado de blancura alto y un tamaño de partículas de como máximo aproximadamente 100 µm, preferiblemente entre 1 µm y 40 µm y en particular entre 1 µm y 20 µm. Preferiblemente se utiliza carbonato de calcio natural en forma de creta o polvo de mármol.
- Como fuente de carbonato puede emplearse por ejemplo carbonato básico, por ejemplo carbonato de sodio.
- La fabricación de partículas compuestas a base de dióxido de titanio y carbonato de calcio por medio del procedimiento según la invención puede realizarse en distintas variantes.
- En una forma de realización, se parte de una suspensión acuosa de partículas de TiO₂ y una fuente de carbonato, por ejemplo carbonato de sodio, preferiblemente con un valor pH > 8. En la mezcladora de flujos se dosifica como segundo compuesto precursor una fuente de calcio, por ejemplo cloruro de calcio, y en caso dado un componente de control de pH, de manera que el valor pH sea > 8 y se precipite carbonato de calcio.
- En una forma de realización alternativa, se parte de una suspensión acuosa de partículas de TiO₂ y una fuente de calcio, como por ejemplo cloruro de calcio, también preferiblemente con un valor pH > 8. En la mezcladora de flujos se dosifica como segundo compuesto precursor una fuente de carbonato, por ejemplo carbonato de sodio, y en caso dado un componente de control de pH, de manera que el valor pH sea > 8 y se precipite carbonato de calcio.
- Según la invención, puede partirse también de una suspensión ácida. En este caso, los aparatos (tuberías, mezcladoras, etc.) han de estar equipados de modo que sean resistentes a los ácidos. Por ejemplo, se parte de una suspensión acuosa de partículas de TiO₂ y una fuente de calcio, como por ejemplo carbonato de calcio, así como un componente de control de pH, siendo el valor pH < 5. En la mezcladora de flujos se dosifica una fuente de carbonato, como por ejemplo carbonato de sodio, y en caso dado un componente de control de pH, de manera que el valor pH sea > 8 y se precipite carbonato de calcio. En lugar de carbonato de calcio como fuente de calcio, puede emplearse por ejemplo cloruro de calcio.
- El experto en la técnica conoce componentes de control de pH adecuados, por ejemplo lejías o ácidos. Como componente de reacción ácida pueden emplearse por ejemplo ácidos inorgánicos, como el ácido clorhídrico o el ácido nítrico. Además son adecuadas las sales de reacción ácida cuyos cationes no perturben la estructura ni la posterior utilización de las partículas de pigmento compuestas en los sistemas del usuario. Resulta especialmente ventajoso el empleo de compuestos de reacción ácida producidos en el marco de la preparación de dióxido de titanio, como el cloruro de titanilo (oxicloruro de titanio), así como ácido clorhídrico o ácido hipocloroso, que se producen en el procedimiento del cloruro de manera condicionada por el proceso. Los ácidos se producen en el procedimiento del cloruro por ejemplo por disolución del cloro gaseoso durante la conversión del pigmento en la fase acuosa.
- En principio, el procedimiento según la invención funciona para todas las posibles relaciones cuantitativas de los distintos componentes. Por ejemplo, pueden fabricarse partículas compuestas con las proporciones cuantitativas de un 10 a un 90 % en peso de dióxido de titanio y/o material de relleno como componente fundamental en forma de partículas y un 90 a un 10 % en peso de partículas precipitadas *in situ*.
- La temperatura durante la dispersión y la precipitación puede controlarse equipando tanto el recipiente receptor como la tubería de transporte con una doble pared y calentándolos o enfriándolos correspondientemente. De este modo es posible ajustar la temperatura de la suspensión a valores entre aproximadamente 0 °C y aproximadamente 100 °C.
- Por ejemplo, se ha comprobado que resulta ventajoso llevar a cabo la dispersión y la homogeneización de la suspensión de dióxido de titanio a una temperatura de aproximadamente 30 °C a 40 °C y la precipitación de las partículas de carbonato de calcio a una temperatura elevada, por ejemplo de 50 °C a 60 °C.
- En otra realización del procedimiento se precipitan partículas de fosfato de calcio como partículas precipitadas *in situ*. Como fuente de calcio pueden utilizarse por ejemplo carbonato de calcio, fosfato de calcio, cloruro de calcio, nitrato de calcio o cal viva o apagada. Como fuente de fósforo pueden emplearse por ejemplo ácido fosfórico, fosfatos, hidrofosfato o polifosfatos.

5 En otra realización del procedimiento según la invención pueden precipitarse compuestos inorgánicos u orgánicos adicionales sobre las partículas compuestas, por ejemplo fosfato, dióxido de silicio, óxido de aluminio, fluoruro, etc., así como por ejemplo oxalato. Los correspondientes compuestos precursores, como por ejemplo ácido fosfórico para la precipitación de fosfato, silicato de sodio para la precipitación de dióxido de silicio, aluminato de sodio para la precipitación de óxido de aluminio, fluoruro de sodio para la precipitación de fluoruro, ácido oxálico para la precipitación de oxalato, se dosifican en la mezcladora de flujos junto con los componentes de control de pH eventualmente necesarios. El experto en la técnica conoce las correspondientes condiciones de precipitación.

10 En otra realización de la invención, las partículas compuestas pueden tratarse finalmente con aditivos orgánicos, preferiblemente en una cantidad de un 0,05 a un 30 % en peso, en particular de un 0,1 a un 5 % en peso, en relación con la materia sólida total. Los aditivos orgánicos pueden emplearse en forma tanto sólida como líquida. Como aditivos orgánicos son adecuados por un parte aditivos cerosos comerciales con y sin una funcionalización química adicional. Por otra parte son adecuados aditivos de dispersión conocidos u otras sustancias auxiliares habituales en la tecnología de los barnices para la reología, el desespumado, la humectación, etc.

15 Las partículas compuestas fabricadas según la invención son adecuadas especialmente para la utilización en revestimientos, como por ejemplo pinturas de dispersión para interior y exterior, así como otros sistemas de barnices basados en agua o con contenido en disolventes. Además, pueden emplearse en plásticos y laminados.

Ejemplos

La invención se describe más detalladamente por medio de los ejemplos siguientes, sin que con ello se pretenda limitar el alcance de la invención.

20 Ejemplo 1

Para la fabricación de las partículas compuestas según la invención de acuerdo con el ejemplo 1 se emplearon los siguientes componentes:

Pigmento: sustancia original de dióxido de titanio molida con arena, desclorurada, procedente del proceso de cloruro como suspensión

25 Diluyente: Ultracarb 1250 de Minelco (mezcla de huntita-hidromagnesita)

Fuente de calcio: solución de cloruro de calcio

Fuente de carbonato: carbonato de sodio (sosa, sólida)

Aditivo: Calgon N (hexametáfosfato de sodio)

Las partículas compuestas se fabricaron de la siguiente manera:

30 Se colocaron 75 g de una suspensión acuosa de partículas de sustancia original de dióxido de titanio molidas con arena, descloruradas, con una concentración de materia sólida de 400 g/l de TiO_2 (1) en un recipiente (2) con un agitador (3) de alto rendimiento. Bajo agitación, se añadieron a continuación 95 g de sosa y 382 g de agua. La suspensión se continuó agitando durante 30 min., con lo que se disolvió la sosa y se ajustó un valor pH > 11. A continuación, se realizó la adición del aditivo (0,5 % en peso en relación con la materia sólida total, incluyendo todos los materiales de relleno). A esta suspensión se le añadieron, agitando intensamente con el agitador de alto rendimiento, 135 g de Ultracarb 1250 (mezcla de huntita-hidromagnesita) y a continuación se dispersó durante 35 aprox. 30 min. A continuación se transportó la suspensión a través de la mezcladora (4) de flujos, una mezcladora de dispersión en línea, y se dosificó (5) una solución de cloruro de calcio al 36 % (240 g/l) en una cantidad de 416 ml en la cabeza de dosificación de la máquina de dispersión en línea, se dispersó de inmediato dinámicamente 40 alimentando energía de cizallamiento, con lo que se ajustó un valor pH de aproximadamente 8,5 y se precipitó carbonato de calcio.

A continuación, la suspensión se filtró, se lavó y se secó durante aprox. 16 h a 120 °C. Las partículas compuestas producidas tenían la composición: 25 partes en masa (PM) de pigmento, 46 PM de diluyente, 29 PM de $CaCO_3$ precipitado y 0,5 PM de aditivo.

45 Ejemplo comparativo 1

50 Como el ejemplo 1, con la diferencia de que la suspensión no se transportó a través de una máquina de dispersión en línea, sino que la solución de cloruro de calcio se añadió por mezcla a la suspensión en un segundo recipiente con un agitador de hélice y se precipitó carbonato de calcio. Las partículas compuestas producidas tenían la composición: 25 partes en masa (PM) de pigmento, 46 PM de diluyente, 29 PM de $CaCO_3$ precipitado y 0,5 PM de aditivo.

A continuación se estudiaron las partículas compuestas producidas según el ejemplo 1 y según el ejemplo comparativo 1 en cuanto a su distribución de tamaños de partícula mediante difracción láser con un Malvern

Mastersizer 2000. Los resultados para la distribución de tamaños de partícula están representados en las Figuras 3 y 4. Las partículas compuestas fabricadas según la invención muestran una distribución de tamaños de partícula estrecha, en comparación con las partículas compuestas fabricadas según el estado de la técnica.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de partículas compuestas que contienen al menos un componente fundamental, en forma de partículas, y partículas inorgánicas precipitadas *in situ* a partir de una suspensión acuosa del componente fundamental en forma de partículas, en donde la suspensión se transporta a través de una mezcladora de flujos basada en el principio de rotor-estator, caracterizado por que se dosifica al menos un compuesto precursor disuelto o dispersado y/o un componente de control de pH para producir las partículas inorgánicas precipitadas *in situ* en la mezcladora de flujos y se precipitan las partículas inorgánicas predominantemente en la mezcladora de flujos.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que
- la suspensión acuosa del componente fundamental en forma de partículas se prepara en un recipiente receptor, que está equipado con un agitador de alto rendimiento que presenta una velocidad periférica de al menos 15 m/s o un rendimiento de agitación específico de al menos 30 W/m³.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el procedimiento se lleva a cabo como un procedimiento completamente continuo.
4. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el procedimiento se lleva a cabo en un circuito.
5. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que como componente fundamental en forma de partículas se emplea dióxido de titanio.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado por que
- como componente fundamental en forma de partículas se emplea adicionalmente o como alternativa al menos un material de relleno.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que
- el material de relleno está seleccionado del grupo: polvo de mármol, creta, carbonato de calcio precipitado, dolomía, huntita, hidromagnesita, magnesita, sulfato de bario, sulfato de calcio, fosfatos naturales, hidróxido de magnesio, hidróxido de aluminio, óxido de aluminio, dióxido de silicio en forma técnica natural, molida, pirógena o precipitada, talco, zeolitas, caolín, volastonita, mica, minerales arcillosos cocidos y sin cocer, perlititas, polvo de vidrio, fibras inorgánicas y orgánicas.
8. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que las partículas precipitadas *in situ* son carbonato de calcio.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado por que
- los compuestos precursores están seleccionados del grupo: compuestos de calcio como el cloruro de calcio, el nitrato de calcio, el hidróxido de calcio y el carbonato de calcio, así como carbonato básico como por ejemplo carbonato de sodio.
10. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que
- las partículas precipitadas *in situ* son fosfato de calcio, fosfato de aluminio o hidróxido de aluminio.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado por que,
- para la precipitación *in situ* de fosfato de calcio, los compuestos precursores están seleccionados del grupo: carbonato de calcio, fosfato de calcio, cloruro de calcio, nitrato de calcio, cal viva y apagada, así como ácido fosfórico, fosfatos, hidrofosfato y polifosfatos.
12. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado por que
- la temperatura de la suspensión se ajusta a valores entre 0 °C y 100 °C.
13. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado por que
- las partículas compuestas se revisten además con compuestos inorgánicos, como por ejemplo fosfato, dióxido de silicio, óxido de aluminio, fluoruro, o compuestos orgánicos, como oxalato.
14. Procedimiento según una o varias de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado por que

las partículas compuestas se tratan finalmente con aditivos orgánicos.

15. Utilización de las partículas compuestas según una o varias de las reivindicaciones 1 a 14 en revestimientos, plásticos y laminados.

Figura 1a

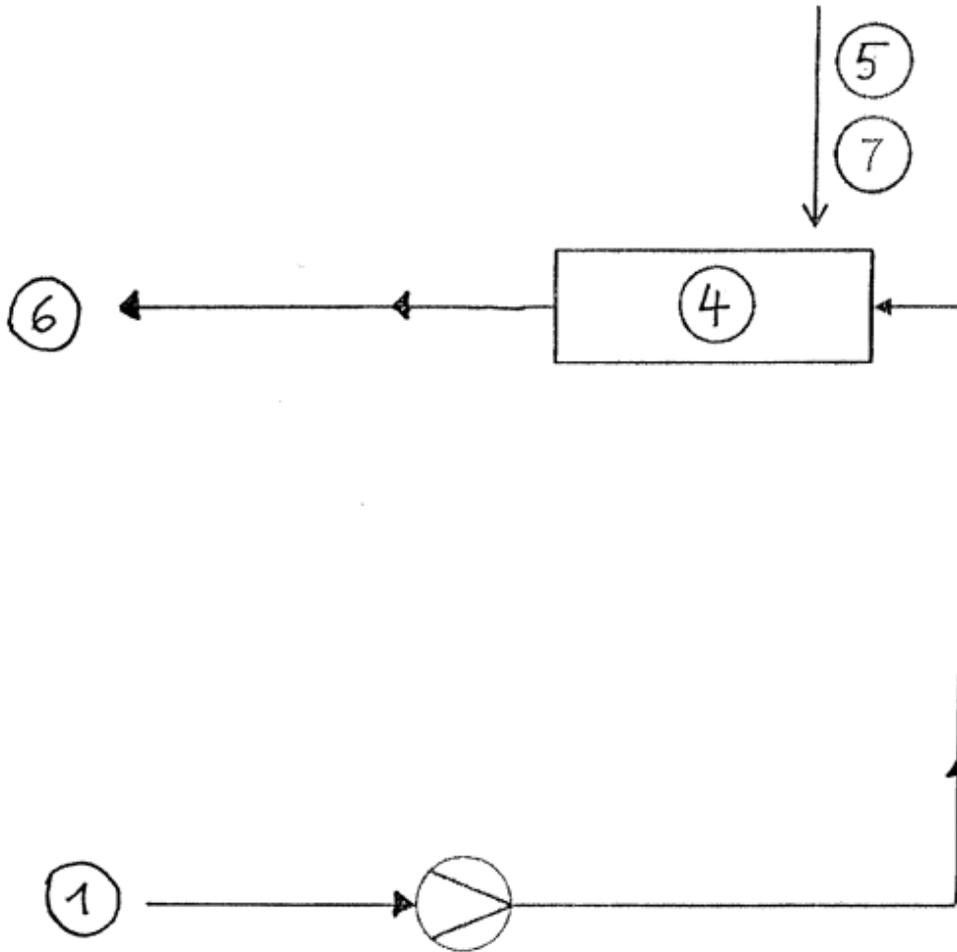


Figura 1b

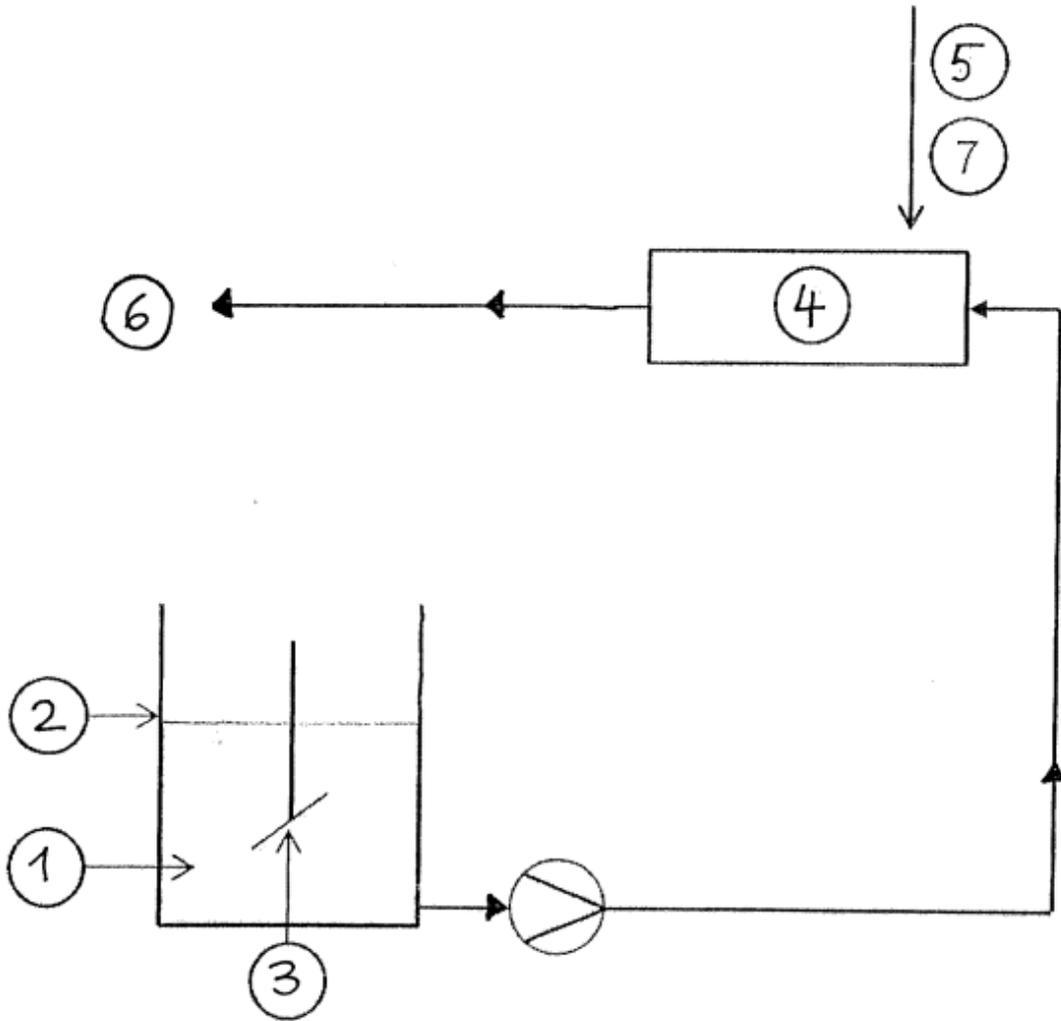


Figura 2a

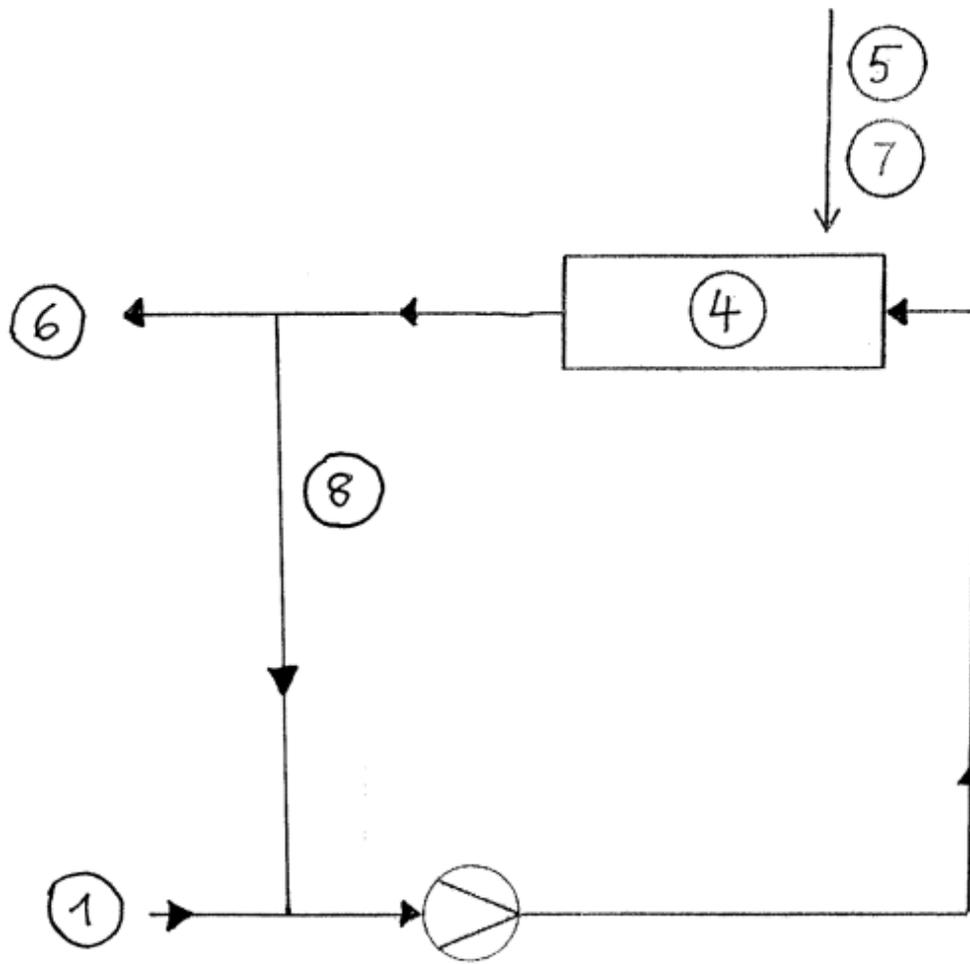


Figura 2b

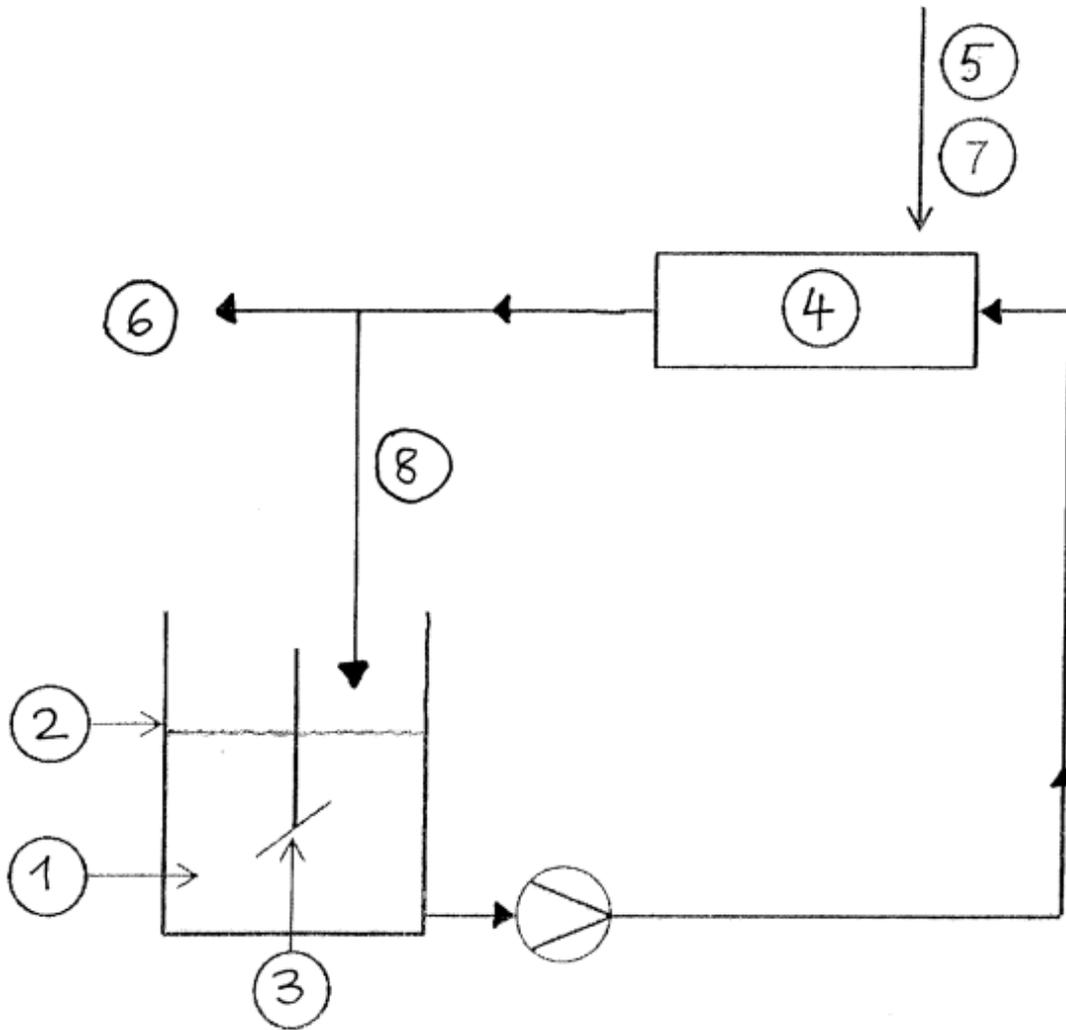


Figura 3

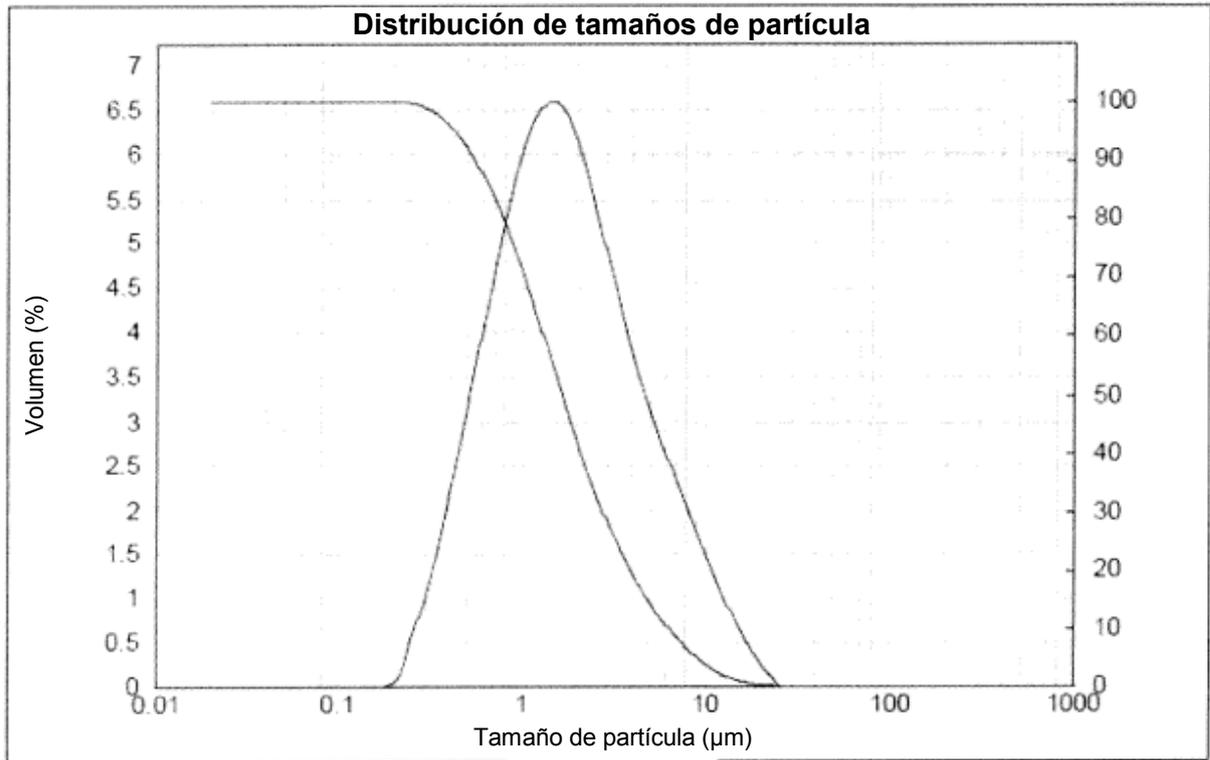


Figura 4

