

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 690 721**

51 Int. Cl.:

C08J 3/05	(2006.01)
C08J 3/09	(2006.01)
B01F 3/08	(2006.01)
B01F 3/22	(2006.01)
B01F 7/00	(2006.01)
B01F 15/04	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.05.2011 PCT/EP2011/057086**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.11.2011 WO11138348**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.05.2011 E 11716953 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.07.2018 EP 2566608**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de suspensiones de partícula fina mediante emulsificación en fundido**

30 Prioridad:

05.05.2010 EP 10161989

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

22.11.2018

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**ENGEL, ROBERT;
DANNER, THOMAS;
SACHWEH, BERND;
JUDAT, SONJA;
BAUDER, ANDREAS;
DENKOV, NIKOLAI y
TCHOLAKOVA, SLAVKA**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 690 721 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 suspensiones de partícula fina mediante emulsificación en fundido

La presente invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de suspensiones de partícula fina, mediante emulsificación en fundido de una sustancia con una temperatura de fusión superior a la temperatura ambiente. Además, la invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de suspensiones de partícula fina para la fabricación de dispersiones mediante emulsificación en fundido, con elevada proporción de fase dispersa.

Bajo el concepto de "dispersión" se entiende un sistema de varias fases, el cual comprende por lo menos dos componentes esencialmente no solubles uno en otro. Las dispersiones comprenden por un lado las emulsiones, en las cuales un líquido está presente en forma de gotas distribuidas en otro líquido. La fase que forma las gotas es denominada como fase dispersa o fase interior. La fase en la cual están distribuidas las gotas es denominada como fase continua o fase exterior.

Las dispersiones comprenden entre otras las suspensiones, en las cuales partículas de sólidos están dispersas en una fase líquida continua. Además, pertenecen sistemas de sustancias, que exhiben tanto fases sólidas como también líquidas en forma dispersa, así mismo hasta dar dispersiones. Por ejemplo un sólido podría estar presente distribuido en un primer líquido, en el cual esta suspensión forma la fase dispersa de una emulsión. En esta relación se habla también de suspensoemulsiones. De modo alternativo, en la fase continua de emulsiones pueden estar distribuidos también sólidos.

La demanda de dispersiones de partícula fina ha aumentado fuertemente en los años anteriores. Para la obtención de un producto final con las propiedades deseadas respecto a distribución de tamaño de la fase dispersa, el comportamiento de fluidez y la estabilidad del producto respecto a la carga térmica y mecánica así como cambios temporales, en la fabricación de dispersiones es importante por el contrario que las etapas necesarias de incorporación de la fase interior en la fase exterior para la fabricación de una premezcla, la dispersión fina y la estabilización del producto obtenido sean definidas en la técnica de proceso y ejecutadas de manera confiable.

Surge primero una emulsión con baja viscosidad como emulsión previa, denominada también premezcla. Mediante incorporación adicional de energía mecánica la emulsión se torna más fina y aumenta la viscosidad. A nivel industrial se fabrican dispersiones, en particular emulsiones, mediante diferentes procesos. Cuál proceso se elija, depende del tipo de dispersión así como de la finura de la fase dispersa, con la cual puede obtenerse una dispersión estable durante un período estipulado de tiempo. Se entiende por una dispersión estable un sistema de sustancias, cuya distribución de tamaño de partículas y distribución espacial de la fase dispersa y/o su comportamiento de fluidez, en particular su viscosidad, no se cambian esencialmente durante un período de tiempo preestablecido, mediante por ejemplo sedimentación.

Para la fabricación industrial de dispersiones, para dispersiones relativamente gruesas se usan frecuentemente recipientes con un agitador, por ejemplo un agitador con raspador o una turbina de agitación. Para dispersiones más finas se usan procesos de dos etapas, en las cuales primero en un recipiente con agitador se fabrica una emulsión previa y a continuación ocurre un paso a través de un aparato rotor-estator. Este puede ser por ejemplo un molino coloidal. Se logran dispersiones particularmente finas, ejecutando como etapa de proceso adicional la dispersión en un homogeneizador de alta presión.

La emulsificación en fundido representa otro procedimiento para la fabricación de dispersiones. En el procedimiento de la emulsificación en fundido se funde el sólido para la fabricación de una suspensión o emulsión de partícula fina, la cual puede ser procesada entonces por ejemplo nuevamente hasta una dispersión estable y se emulsifica como fundido. Con ello, los tiempos de proceso y consumo de energía son reducidos incluso ya frente a otros procedimientos, sin embargo en ningún caso de modo óptimo. Además, tienen que encontrarse emulsificantes y sistemas coloides protectores, que tienen que ser estables y eficaces en un amplio intervalo de temperatura. Hasta hoy estas sustancias auxiliares pudieron ser encontradas sólo mediante elaborados procedimientos de ensayo y error y son un factor de coste determinante en el desarrollo de productos y producción. Para poder fabricar suspensiones de partícula muy fina, son necesarias hasta ahora temperaturas muy altas para el procedimiento de emulsión en fundido. No raramente, la temperatura elevada necesaria para ello deteriora al respecto los ingredientes. Además, el elevado consumo de energía representa un efecto económico negativo adicional. El procedimiento de enfriamiento que sigue después de la emulsificación en fundido a muy alta temperatura involucra un costo de equipamiento claramente elevado y prolongados tiempos de proceso. El coste es tanto mayor y el tiempo de proceso tanto más prolongado, cuando el procedimiento transcurre a temperaturas muy elevadas.

En el documento US-A 2005/0031659 se divulgan emulsiones aceite en agua, fabricadas mediante emulsificación en fundido, que contienen una fase oleosa concentrada y un polímero de formación de emulsión soluble en agua. La fase oleosa dispersa es de por lo menos 50 % en peso y hasta 93 % en peso. Preferiblemente se usan aceites y ceras que poseen una temperatura de fusión inferior a 100 °C. La fase continua comprende también componentes

solubles en agua como glicerina y propilenglicol. Como aparato para la fabricación de emulsiones aceite en agua se usan ayudantes de cocina o mezcladores Ultra Power.

5 En el documento DE-A 10 2004 055 542 se divulga un procedimiento para la fabricación de una emulsión de partícula fina, a partir de una emulsión cruda. La emulsión cruda es comprimida a través de una membrana porosa, que está constituida por dos o varias capas superpuestas. Preferiblemente se usan membranas de ultrafiltración y microfiltración. El procedimiento es usado preferiblemente en sustancias sensibles al cizallamiento y temperatura.

10 En el documento US 4,254,104 se describe la fabricación de una emulsión aceite en agua con un contenido de aceite de hasta 90 % de aceite, que es diluida después de la fabricación hasta la cantidad deseada de fase dispersa. La estabilización de la emulsión aceite en agua es alcanzada con emulsificantes no iónicos. La distribución de tamaño de gotas está por debajo de 1 μm . La emulsificación es alcanzada con ayuda de homomezcladores y agitadores.

15 En el documento US 5,670,087 se describe la fabricación de una emulsión aceite en agua mediante emulsificación en fundido con betún como fase dispersa, a una temperatura de fabricación de hasta 100 °C y bajo corte de 10 a 1000 s^{-1} . Se divulga que la emulsificación tiene lugar a temperatura menor de lo corriente y con ello puede fabricarse incluso betún duro, por consiguiente betún (*Erdpech*), que se distingue por un elevado punto de ablandamiento en unión con una baja tendencia a deformarse, el cual no puede ser fabricado con procedimientos corrientes. La distribución de tamaño de gotas está entre 2 y 50 μm . Después de la fabricación de la emulsión, dado el caso se diluye con agua.

20 En el documento US 4,788,001 se describe la fabricación de una emulsión aceite en agua a partir de aceites altamente viscosos, en particular aceites de silicona, sin aplicación de calor para reducir la viscosidad, a una fracción de fase dispersa de máximo 90 %. La emulsificación ocurre con ayuda de aparatos de mezcla con agitador, mediante lo cual se alcanzan distribuciones promedio de tamaño de partícula entre 0,5 y 1 μm .

25 El documento DE 101 26 653 A1 muestra un procedimiento para la fabricación de suspensiones pigmentadas de laca en polvo, mediante emulsificación. El procedimiento parte de la fabricación de por lo menos dos componentes líquidos, que contienen por lo menos un producto líquido de partida de las suspensiones de laca en polvo, en el que los productos de partida pueden ser sólidos a temperatura ambiente y son líquidos a las temperaturas de proceso aplicadas. En la licuefacción o el procedimiento de fusión se eligen las temperaturas de proceso de modo que no se supera la temperatura de descomposición del producto de partida. Se mezclan los componentes en un mezclador estático y a continuación se emulsifican en un medio acuoso. A continuación se enfría la emulsión, en lo cual se forma una suspensión de partículas estables en dimensiones.

30 El documento WO 2009/138379 A2 muestra un procedimiento para la fabricación de una dispersión, en el que primero se calienta una mezcla que contiene el por lo menos un sólido fundible, por lo menos un polímero líquido y por lo menos un copolímero y/o un emulsificante, se dispersa entonces la mezcla y finalmente se enfría.

35 Es desventajoso en los procedimientos del estado de la técnica, que hasta ahora no existe ningún procedimiento económico que permita transformar una sustancia sólida a temperatura ambiente, de modo benévolo en energía y con los componentes, a una temperatura que está máximo 10 K por encima de la temperatura de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente, mediante una emulsión de partícula fina en una suspensión de partícula fina, que aparte de agua pueda exhibir también otros líquidos como fase continua.

40 El objetivo de la presente invención radica en poner a disposición un procedimiento que hace posible, a partir de una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, preparar una suspensión de partícula fina, en el que durante el procedimiento los ingredientes son ahorrados y se evita o reduce la coalescencia o agregación.

45 El objetivo es logrado mediante la preparación de un procedimiento para la fabricación de una suspensión de partícula fina, mediante emulsificación en fundido, que contiene por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión mayor a temperatura ambiente, que comprende las siguientes etapas:

(a) transferencia de por lo menos una emulsión previa, que contiene una fase continua y una dispersa a un aparato rotor-estator, un aparato rotor-rotor o a una fase continua y/o dispersa, en la que la emulsión previa contiene la por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente;

50 (b) emulsificación de la por lo menos una emulsión previa bajo cizallamiento mecánico y/o elongación y/o turbulencia a una temperatura que está máximo 10 K por encima de la temperatura de fusión de la por lo menos una sustancia con la temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, es decir a una temperatura que está máximo 10 K por debajo y máximo 10 K por encima de la temperatura de transición vítrea o de la temperatura de fusión, en tanto la sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente sea un polímero, para la fabricación de una emulsión de partícula fina;

(c) enfriamiento de la emulsión de partícula fina para la fabricación de una suspensión de partícula fina;

en el que la fracción de fase dispersa está por lo menos en la etapa (b) en el intervalo de 85 % a 99,5 % y la fracción de la fase dispersa de la emulsión de partícula fina obtenida en la etapa (b) está en el intervalo de 85 % a 99,5 %.

5 En otra etapa opcional del procedimiento, dado el caso pueden añadirse en el aparato rotor-estator uno o varios otros componentes a la por lo menos una emulsión previa.

Se entiende por la temperatura de fusión de una sustancia sólida a temperatura ambiente, la temperatura a la cual una sustancia, que es sólida a temperatura ambiente, por la incorporación de temperatura pasa del estado de agregación sólido al líquido.

10 La temperatura (TG) de transición vítrea es la temperatura en la cual por ejemplo un polímero exhibe la máxima modificación en la capacidad de deformación. La transición vítrea separa el intervalo inferior quebradizo elástico a la energía (= intervalo de vidrio) del intervalo superior blando elástico a la entropía (= intervalo elástico de goma).

15 Las ventajas del procedimiento de acuerdo con la invención radican en que, debido a la elevada fracción de fase dispersa, se cuidan los ingredientes por la temperatura ahora necesaria durante el procedimiento de emulsión en fundido, que está máximo 10 K por encima del punto de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente, y simultáneamente por esta baja temperatura, se ahorra energía.

20 También es ventajoso que por la temperatura relativamente baja que está máximo 10 K por encima del punto de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente, que es necesaria para el procedimiento de emulsión en fundido de acuerdo con la invención, es posible un enfriamiento más rápido en un intervalo en el cual la suspensión es estable contra la coalescencia y/o agregación. Además, un procedimiento de emulsión en fundido a baja temperatura así introduce también mejores posibilidades de elección respecto a los emulsificantes utilizables.

25 La por lo menos una dispersión previa de la etapa (a) puede ser fabricada mediante dispersión previa de por lo menos una sustancia sólida a temperatura ambiente y dado el caso sustancias auxiliares en una fase continua, en un recipiente con agitación y subsiguiente calentamiento de la por lo menos una dispersión previa a una temperatura que está máximo 10 K por encima de la temperatura de fusión de la por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, o bien con ayuda de un mezclador estático bajo adición continua de la fase dispersa.

30 La por lo menos una emulsión previa de la etapa (a) puede ser preparada también mediante adición directa de un sólido molido o fundido por la incorporación de temperatura, a una fase continua. Al respecto, la fase continua puede exhibir temperatura ambiente o una temperatura que en la mezcla con el sólido está hasta 10 K por encima del punto de fusión de la por lo menos una sustancia sólida a temperatura ambiente. La fase continua sola puede exhibir al respecto una temperatura esencialmente más alta. De este modo puede por ejemplo fundirse polietileno como fase dispersa y añadirse mediante una pieza de tubería a por ejemplo agua como fase continua. La emulsión previa así generada puede entonces ser transferida de acuerdo con la etapa (a) del procedimiento, mediante un elemento de tubería a un aparato rotor-estator.

35 La fase continua usada puede ser hidrofílica y líquida a temperatura ambiente.

Sin embargo, como fase continua pueden usarse también líquidos, que exhiben por ejemplo carácter lipofílico. Por ejemplo pueden encontrar aplicación también líquidos y solventes fluorados o perfluorados. Es importante solamente que las fases no sean mutuamente miscibles tampoco a temperaturas elevadas.

40 Se entiende por un aparato rotor-estator en general un aparato de homogenización, el cual se usa en especial para la fabricación de emulsiones.

45 Los aparatos de homogenización son usados para la mezcla mecánica y agitación de varios líquidos mutuamente no compatibles, por ejemplo aceite y agua, para homogenizar estos líquidos hasta una emulsión. Encuentran uso frecuente en dispositivos para producción para alimentos, productos químicos o similares, dispositivos de investigación, etc. Están de acuerdo con el estado de la técnica los aparatos de homogenización en los cuales se conocen las más diversas realizaciones, entre ellos también aparatos rotor-estator.

50 Para los propósitos de dispersión, los aparatos rotor-estator son claramente más efectivos que por ejemplo los agitadores de disco, impulsor o hélice. En un aparato rotor-estator el rotor perforado está estrechamente rodeado por un estator perforado; entre el rotor y el estator se constituye un campo de corte extremadamente alto. Además, por cada unidad de rotor-estator son posibles varios anillos concéntricos.

El principio de funcionamiento del rotor-estator se prevé esencialmente para aspirar la sustancia que va a ser

homogeneizada, en forma axial en una cabeza de dispersión, allí desviarla 90° y e impulsarla por las rendijas del rotor. El rotor gira con ello a un muy alto número de revoluciones. El estator que está fijo tiene así mismo rendijas, a través de las cuales la sustancia que va a ser homogeneizada alcanza la salida del aparato rotor-estator.

5 En detalle, un aparato rotor-estator exhibe un estator cilíndrico fijo en una cámara de agitación y un rotor dispuesto en un espacio vacío del estator, al cual un motor provee de una frecuencia de rotación, en el cual estator y rotor están provistos con varios canales de flujo constituidos de modo radial. Por ejemplo, dos líquidos mutuamente no compatibles son conducidos al espacio vacío, a través de una bomba dispuesta de manera separada al aparato rotor-estator. Si después de la conducción del líquido, el rotor comienza a girar, entonces aplica a los líquidos una fuerza centrífuga, en lo cual los líquidos son expulsados de los canales de flujo formados en el rotor, descargados en la brecha entre rotor y estator y finalmente son incorporados en los canales radiales de flujo del estator. Para 10 una homogenización eficaz de dos o más líquidos en un aparato rotor-estator, es importante por consiguiente que a los líquidos que entran a la brecha entre rotor y estator se aplique una elevada fuerza de corte. El estator no gira, sino que permanece estático, de modo que para el inicio del giro del rotor, en los líquidos que se encuentran en los canales radiales de flujo de rotor y estator se genere un flujo turbulento. Además, de modo correspondiente la velocidad de giro del rotor aplica a los líquidos que entran en la brecha entre rotor y estator una fuerza de corte. 15 Mediante la energía de flujo turbulento y la fuerza de corte se homogeneizan los dos líquidos y finalmente mediante los canales de flujo radial formados en el estator, son conducidos hacia el exterior como emulsión.

Son conocidos como aparatos rotor-estator por ejemplo máquinas de dispersión de corona dentada con agitadores. Además existen molinos coloidales u homogeneizadores de alta presión.

20 A diferencia de un aparato rotor-estator, en un aparato rotor-rotor en lugar del estator está presente un rotor que gira con una segunda velocidad diferente a la velocidad del primer rotor. Aparte de ello, en construcción, coinciden el aparato de rotor-estator y el aparato rotor-rotor.

A continuación se describen en detalle las etapas individuales del procedimiento:

25 En la etapa (a) del procedimiento se transfiere por lo menos una emulsión previa preparada anteriormente, que contiene en cada caso una fase continua y una dispersa, preferiblemente desde un recipiente a un aparato rotor-estator o un aparato rotor-rotor. Esta transferencia puede ocurrir mediante uno o varios elementos de conducción, como piezas de conducción o tubos de conducción o mangueras de conducción. Dado el caso, la conducción puede ser promovida mediante bombas, presión alta o presión baja. La por lo menos una emulsión previa fabricada con anterioridad que contiene en cada caso una fase continua y una dispersa, puede ser conducida también hasta 30 otra fase continua o fase dispersa o una mezcla de ellas. Además, la por lo menos una emulsión previa fabricada con anterioridad puede ser atemperada previamente de modo diferencial.

En tanto se use más de una emulsión previa, pueden mezclarse éstas previamente en un recipiente y transferirse como mezcla de emulsión previa mediante una conducción única al aparato rotor-estator.

35 Sin embargo, también es posible que cada emulsión previa diferente sea transferida por separado mediante un elemento de conducción propio al aparato rotor-estator. La conducción puede ocurrir en cada caso simultáneamente o conectada en serie, dependiendo de la mezcla de emulsión previa.

40 En general, la transferencia de la por lo menos una emulsión previa puede ocurrir mediante conducción continua a través de un elemento de la conducción al aparato rotor-estator, o la transferencia de la por lo menos una emulsión previa ocurre mediante conducción discontinua en fases a través de un elemento de conducción al aparato rotor-estator.

En la opcional otra etapa del procedimiento, pueden añadirse otros componentes a la por lo menos una emulsión previa transferida previamente al aparato rotor-estator. Estos otros componentes pueden ser elegidos de entre el grupo consistente en sustancias auxiliares, como emulsificantes, agentes auxiliares de dispersión, coloides protectores y aditivos de reología así como otras fases dispersas.

45 Estos otros componentes pueden ser añadidos disueltos o como sólidos al aparato rotor-estator, con la por lo menos una emulsión previa que se encuentra allí. La conducción ocurre preferiblemente mediante cualquier elemento de conducción conocido por los expertos.

50 En la etapa (b) del procedimiento ocurre la fabricación de la emulsión de partícula fina en el aparato rotor-estator, mediante emulsificación de la por lo menos una emulsión previa bajo corte mecánico y/o elongación y/o turbulencia, a una temperatura que está por lo menos 10 K por debajo y máximo 10 K por encima de la temperatura de fusión de la por lo menos una sustancia con la temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, por ejemplo a una temperatura que está por lo menos 10 K por debajo y máximo 10 K por encima de la temperatura de transición vítrea o la temperatura de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente, en tanto la sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente sea un polímero.

Preferiblemente, durante la emulsificación la temperatura está máximo 2 K por encima de la temperatura de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente.

De modo particularmente preferido, durante la emulsificación la temperatura está en la altura del punto de fusión de la sustancia sólida a temperatura ambiente.

- 5 La emulsificación puede ocurrir a diferentes ratas de corte de 10^3 a 10^7 s⁻¹. Preferiblemente, la emulsificación ocurre a una rata de corte de $2,5 \times 10^4$ a $2,5 \times 10^5$ s⁻¹.

Como aparatos rotor-estator pueden usarse aparatos rotor-estator del tipo de aparato de dispersión con corona dentada, molinos coloidales o molinos de disco dentado.

- 10 La emulsión de partícula fina, que es obtenida al final de la etapa (b) de proceso, tiene preferiblemente una fracción de fase dispersa de 85 % a 99,5 %.

La emulsión de partícula fina obtenida mediante la etapa (b) del procedimiento puede ser canalizada también directamente y ser usada inmediatamente en otro procedimiento.

- 15 En la etapa (c) del procedimiento se enfría la emulsión de partícula fina fabricada previamente, mediante adición de otra fase continua, atemperada por debajo de la temperatura de fusión o de transición vítrea de la sustancia sólida a temperatura ambiente.

En otra forma preferida de realización se diluye la emulsión de partícula fina fabricada previamente, mediante adición de otra fase continua atemperada por debajo de la temperatura de fusión o de transición vítrea de la sustancia sólida a temperatura ambiente.

- 20 En una forma de realización particularmente preferida, el enfriamiento tiene lugar en la etapa (c) del procedimiento, simultáneamente con la dilución.

Mediante ello puede transformarse entonces la emulsión de partícula fina en una suspensión de partícula fina. El enfriamiento con la dilución preferiblemente simultánea de la emulsión de partícula fina puede ocurrir de manera continua o discontinua, mediante la adición de una fase fría a uno o más elementos de conducción. Preferiblemente, el enfriamiento y la dilución preferiblemente simultánea, ocurren de manera continua.

- 25 Preferiblemente la temperatura de la otra fase continua está por debajo de la temperatura de fusión de la fase dispersa, pero también es tan alta que no se congela la fase que se forma de manera continua por enfriamiento y dilución.

- 30 La dilución puede ocurrir en una fracción de fase dispersa entre 1 y 85 %. En una forma preferida de realización del procedimiento de acuerdo con la invención, en enfriamiento ocurre con dilución preferiblemente simultánea en la etapa (c), a una concentración final en la fracción de fase dispersa de 1 a 70 % en peso, preferiblemente 20 a 70 % en peso.

- 35 Otra ventaja es que la emulsión de partícula fina en la etapa (c) del procedimiento, incluso en el curso del enfriamiento puede ser diluida de cualquier modo, pero no necesariamente tiene que ser diluida. Mediante ello es posible generar suspensiones de partícula fina con muy diferentes propiedades, con lo cual el procedimiento es aplicable de manera muy amplia y flexible. El enfriamiento puede ocurrir así mismo mediante elementos externos de enfriamiento o mediante adición de una fase continua con idéntica fracción de fase dispersa.

- 40 El enfriamiento y/o dilución pueden ocurrir en el aparato rotor-estator o aparato rotor-rotor pero también después de la salida a un aparato adicional. El enfriamiento y dilución pueden ocurrir sucesiva o simultáneamente. Preferiblemente, el enfriamiento y dilución ocurren simultáneamente. Mediante la dilución se reduce la coalescencia y formación de agregados; además a temperatura ambiente se presenta un enfriamiento más rápido y una mejor fluidez.

- 45 Al procedimiento sigue comúnmente una etapa de retiro. Esta etapa de retiro puede ocurrir mediante dispositivos corrientes de retiro. La suspensión de partícula fina retirada es transferida en un recipiente de recolección o directamente como componente, a un nuevo proceso. Este recipiente de recolección puede ser también por ejemplo un recipiente de alimentación. En el caso de modo de operación continuo en circuito, en lugar de un recipiente de recolección puede ocurrir también retorno a un aparato rotor-estator o aparato rotor-rotor.

La por lo menos una sustancia cuyo punto de fusión está por encima de la temperatura ambiente, representa la fase dispersa.

- 50 En una modificación particularmente preferida del procedimiento de acuerdo con la invención, la por lo menos una sustancia cuya temperatura de fusión está por encima de la temperatura ambiente, es elegida de entre el grupo

consistente en ceras, grasas, polímeros y oligómeros.

Un oligómero es una molécula que está constituida por varias unidades estructuralmente iguales o similares. El número exacto de unidades está abierto, sin embargo usualmente se encuentra entre 10 y 30. Frecuentemente para un oligómero se parte también de un número definido de unidades, mientras los polímeros exhiben casi siempre una distribución de masa molar más o menos amplia. Los oligómeros son usualmente precursores técnicos de polímeros. Además, pueden usarse sustancias que contienen por lo menos un polímero entrecruzable y un agente de entrecruzamiento, en el que la temperatura de fusión del agente de entrecruzamiento está por encima de la temperatura de fusión del polímero.

Son ejemplos de ceras las ceras de polímero, ceras de PE, alcanos de cadena larga, ceras naturales como por ejemplo cera de abejas o cera carnauba.

Son ejemplos de grasas los triglicéridos, triacilglicéridos, grasas sintéticas.

Son ejemplos de polímeros los polímeros termoplásticos. De modo particularmente preferido, como polímero se usa por lo menos un polímero termoplástico.

Se entiende por polímeros termoplásticos a los plásticos que se dejan deformar (de modo termoplástico) fácilmente en un intervalo definido de temperatura. Este procedimiento es reversible, es decir puede ser repetido de cualquier modo frecuentemente mediante enfriamiento y nuevo calentamiento en el estado líquido fundido, en tanto por sobrecalentamiento no se genere una descomposición del material.

Son polímeros termoplásticos por ejemplo poliolefinas como poliisobuteno, polibuteno y polietileno, poliestireno, cloruro de polivinilo, polimetacrilato, acetato de celulosa, acetobutirato de celulosa, así como todos los copolimerizados de poliestireno, poliorganosiloxanos, poliamidas y poliésteres.

En una modificación preferida de la invención, es un procedimiento en el cual el por lo menos un polímero termoplástico no se basa en petróleo.

En el procedimiento de acuerdo con la invención, las fases usadas de manera continua en las etapas (a) y (c) pueden ser elegidas independientemente una de otra, de entre el grupo consistente en agua, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol, polipropilenglicol, polieteroles, glicerina, carbonatos orgánicos y ésteres de ácido carbónico. Se prefieren agua, glicerina, polieteroles y carbonatos orgánicos. En particular se prefieren agua, polieteroles y carbonatos orgánicos.

Como carbonatos orgánicos se usan de modo particularmente preferido etilencarbonato y dietilencarbonato.

Además, en el procedimiento de acuerdo con la invención pueden usarse también sustancias auxiliares y/u otros componentes. Como sustancias auxiliares y/u otros componentes, en el procedimiento pueden usarse también sustancias estabilizantes del grupo de los emulsificantes, los agentes de dispersión, los coloides protectores y/o los aditivos de reología.

El uso de emulsificantes así como los emulsificantes en sí mismos son conocidos en general por los expertos.

El uso de agentes auxiliares de dispersión es conocido en general por los expertos.

Se entiende por coloides protectores los agentes de suspensión que impiden la aglomeración de las gotas en la transición del estado líquido al estado sólido. Son ejemplos de coloides protectores para el uso en el procedimiento presente de acuerdo con la invención, los polímeros anfífilos así como almidones y derivados de almidón.

Se denominan aditivos de reología las sustancias que influyen en el comportamiento de fluidez de la fase continua. Como aditivos de reología se usan preferiblemente espesantes.

Los espesantes son sustancias que aumentan la viscosidad de un medio, por consiguiente lo hacen viscoso.

En otra modificación de la invención, durante la emulsificación a temperatura elevada (emulsificación en fundido), en la etapa (b) se desintegra la fase dispersa en gotas finas y se distribuye homogéneamente, en lo cual las gotas finas exhiben un promedio de tamaño de gota (el promedio de distribución de tamaño de las gotas generadas durante el procedimiento), que está en el intervalo entre 0,05 y 100 μm . De modo particularmente preferido, el promedio de tamaño de gotas está en el intervalo entre 0,05 y 10 μm , en particular entre 0,1 y 5 μm .

En el procedimiento sigue usualmente una etapa de retiro. Esta etapa de retiro puede ocurrir mediante dispositivos corrientes de retiro. La suspensión retirada de partícula fina es transferida a un recipiente de recolección o directamente como componente, a un nuevo proceso. Este recipiente de recolección puede ser por ejemplo también un recipiente de alimentación. En el caso del modo de operación continuo en circuito, puede ocurrir en

lugar de un recipiente de recolección también el retorno en circuito a un aparato rotor-estator o aparato rotor-rotor.

El circuito de retorno provoca una distribución de tamaño de partícula más estrecha así como un mejor desmenuzamiento de la emulsión previa.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de suspensiones de partícula fina mediante emulsificación en fundido, que contienen por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, que comprende las siguientes etapas:
- 5 (a) transferencia de por lo menos una emulsión previa, que contiene una fase continua y una dispersa a un aparato rotor-estator, un aparato rotor-rotor o a una fase continua y/o dispersa, en la que la emulsión previa contiene la por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente;
- (b) emulsificación de la por lo menos una emulsión previa bajo cizallamiento mecánico y/o elongación y/o turbulencia a una temperatura que está máximo 10 K por encima de la temperatura de fusión de la por lo menos una sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente, o bien a una temperatura que está máximo 10 K por debajo de y máximo 10 K por encima de la temperatura de transición vítrea o de la temperatura de fusión, en tanto la sustancia con una temperatura de fusión por encima de la temperatura ambiente sea un polímero, para la fabricación de una emulsión de partícula fina;
- 10 (c) enfriamiento de la emulsión de partícula fina para la fabricación de una suspensión de partícula fina;
- 15 caracterizado porque la fracción de fase dispersa en la etapa (b) está en el intervalo de 85 % a 99,5 % y la fracción de fase dispersa de la emulsión de partícula fina obtenida en la etapa (b) está en el intervalo de 85 % a 99,5 %.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el procedimiento comprende adicionalmente la adición de uno o varios otros componentes a la por lo menos una emulsión previa, en el aparato rotor-estator.
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2 caracterizado porque la emulsión de partícula fina fabricada previamente es diluida en la etapa (c) mediante adición de otra fase continua, atemperada por debajo de la temperatura de fusión o de transición vítrea de la sustancia sólida a temperatura ambiente.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque el enfriamiento y dilución en la etapa (c) del procedimiento, ocurren simultáneamente.
- 25 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado porque el enfriamiento y la dilución simultáneos ocurren en la etapa (c) a una concentración final de fracción de fase dispersa de 1 a 70 % en peso.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 3 a 5, caracterizado porque la fase continua usada en la etapa (d) es elegida independientemente una de otra de entre el grupo consistente en agua, dietilenglicol, trietilenglicol, polietilenglicol, propilenglicol, polipropilenglicol, polieteroles, glicerina, carbonatos orgánicos y ésteres de ácido carbónico.
- 30 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la por lo menos una sustancia, cuya temperatura de fusión está por encima de la temperatura ambiente, es elegida de entre el grupo consistente en ceras, grasas, polímeros y oligómeros.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado porque como polímero se usa por lo menos un polímero termoplástico.
- 35 9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado porque el por lo menos un polímero termoplástico no está basado en petróleo.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque como otros componentes, se usan agentes auxiliares de estabilización del grupo de los emulsificantes y/o agentes auxiliares de dispersión y/o coloides protectores y/o aditivos de reología.
- 40 11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, caracterizado porque los aditivos de reología son espesantes.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque durante la emulsificación en la etapa (b), se desintegra en gotas finas la fase dispersa y se distribuye homogéneamente, en lo cual las gotas finas exhiben un promedio de tamaño de gota que está en el intervalo entre 0,05 y 100 μm .
- 45 13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque la transferencia de una o varias dispersiones previas gruesas y/o emulsiones previas gruesas ocurre directamente antes de la introducción en el aparato rotor-estator en la etapa (a), mediante una pieza T o un inyector y las dispersiones previas gruesas y/o emulsiones previas gruesas son al respecto de modo opcional atemperadas previamente de modo diferencial.