

221258

16 ABR. 1955

221258



ALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER-SCHNEIDANSTALT VOR-
MALS ROESSLER, entidad alemana, establecida en Weisfrauen-
strasse 9, Frankfurt (Main), Alemania, por:

"METODOS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE AGENTES DE
ESPESAMIENTO Y SOLIDIFICACION DE LIQUIDOS, PASTAS Y
SIMILARES".

El presente invento se refiere a un agente
para el espesamiento y la solidificación de líquidos orgá-
nicos e inorgánicos, que es igualmente utilizable también
para pastas, lodos y suspensiones.

221258



El aumento de la consistencia de líquidos con el fin de su espesamiento o incluso de su solidificación, es un problema de importancia en muchas ramas de la técnica. Es conocido, el emplear para ello materias de

5 partícula fina de diversas procedencias, que o bien son en alto grado indiferentes frente a los líquidos a solidificar, o bien también desarrollan en ellos efectos adicionales especiales. Casi siempre es preciso, agregar dichos agentes en grandes cantidades, para conseguir la modificación deseada de

10 la consistencia o alternativamente la solidificación definitiva de los líquidos o de las pastas. Es igualmente conocido, el emplear para este fin óxidos de partícula extremadamente fina, por ejemplo dióxido de silicio de determinada forma de obtención, con lo cual, frente a otras muchas ma-

15 terias utilizadas para tales fines, resulta una ventaja, en cuanto a que ya con adiciones relativamente pequeñas, se obtienen efectos considerables. Ahora bien, para ello únicamente son apropiados productos especiales, cuya obtención está ligada a un cierto gasto.

20 De acuerdo con el invento se emplean ahora como agentes para el espesamiento o también para la solidificación de líquidos de naturaleza inorgánica u orgánica y para pastas de todas clases, materias que consisten total o esencialmente en productos naturales que contengan dióxido

25 de silicio en forma combinada o libre, y que a temperatura elevada, preferentemente en levigación acuosa y bajo presión aumentada, son tratados con compuestos básicos de



795

221258

elementos del grupo principal del primer y/o segundo grupo del Sistema Periódico, siendo de este modo esponjados irreversiblemente en grado sorprendentemente alto, frente al material de partida. Como tal material de partida para el agente espesador de acuerdo con el invento, deben ser considerados por ejemplo los silicatos naturales, especialmente silicatos de aluminio, tales como la arcilla, el caolín o también el barro; ventajosamente se puede partir de la bentonita, sometiendo ésta a un tratamiento a presión. Especialmente se han acreditado, empero, no en último término, materias naturales baratas, consistentes sustancial o totalmente en dióxido de silicio o que contienen éste en cantidades superiores a 35%, preferentemente de más de 90%. Tales productos naturales son por ejemplo la arena, la tierra de infusorios o el polvo de cuarzo. Para la obtención del agente espesador y solidificador de acuerdo con el invento, se pueden emplear también materiales de un alto contenido de ácido silícico mezclados con otras materias disgregables, especialmente silicatos, bien sea que se trate de materias existentes en la naturaleza, o mezclas preparadas arbitrariamente, por ejemplo con bentonita o arcilla.

Como medios disgregadores son apropiados preferentemente los hidróxidos alcalino-térreos; la disgregación más sencilla se consigue empleando cal apagada.

Para la obtención del agente espesador, se tratan las materias de partida citadas con compuestos básicos, preferentemente cal apagada, en levigación acuosa,

221258



a temperaturas entre 150 y 280° y bajo presión. Para conseguir el esponjamiento preciso, formando a la vez una superficie interior lo mayor posible, debe la proporción entre materia sólida y líquido en la levigación, ser de 1:6 hasta 1:8. Ventajosamente se opera con una proporción de alrededor de 1:10. Las materias de partida se esponjan entonces en tal grado, que el peso específico de los productos de la disgregación, se reduce a una décima parte, y menos, frente al material de partida de cada caso. Parte de la cal fijada a este respecto, puede ser nuevamente desdoblada, y dado el caso, ser extraída parcial o totalmente, mediante un tratamiento con ácidos o medios de acción ácida, de manera que el agente de espesamiento y de solidificación se aplica en forma de silicato cálcico neutro o ácido, o también como dióxido de silicio prácticamente libre de óxido de calcio. Resulta igualmente posible, el realizar un tratamiento posterior con productos químicos, que provoquen una mayor finura de grano o una modificación de la estructura, sobre todo, de la superficie.

Los agentes de carga de acuerdo con el invento, son aplicables con ventaja en muchos casos, pudiendo servir, tanto para aumentar la viscosidad de líquidos hasta la forma pastosa, como también para transformarlos en polvo esparcible. Se caracterizan no solamente por la baratura de los productos de partida, sino también por efectos sorprendentemente altos a cantidades de adición relativamente pequeñas.

Se ha comprobado, que los silicatos naturales

221258



o las materias naturales consistentes sustancialmente en dióxido de silicio, que hayan sido esponjadas de la manera descrita, representan una adición valiosa en la industria de las pinturas, especialmente para barnices y masas para
5 emplastecer. A este respecto no sólo actúan como espesadoras, sino retardan la sedimentación de los propios formadores de películas y de otras materias finamente distribuidas y a menudo de elevado peso específico, contenidas en los medios de recubrimiento, tales como pigmentos, agentes
10 de carga, etc. En contraposición a otras materias de partícula fina, como por ejemplo, el carbonato cálcico, bastan ya en los agentes espesadores según el invento, cantidades de 10%, es decir, en órdenes de magnitud, en las que si no, únicamente son eficaces productos especiales, como por ejem-
15 plo, ácido silícico finamente distribuido y obtenido por vía pirógena. Es notable el efecto mateante, muy favorable, de las nuevas materias de adición, que se distingue en un grado hasta ahora desconocido, en determinadas preparaciones. Otro efecto, deseado en algunos casos, consiste en el aumento
20 o la consecución de la capacidad de tensión del formador de película, lo cual es de importancia especialmente para la producción de los llamados barnices tensores. Resulta sorprendente, que con el agente espesador de acuerdo con el invento, pueden ser tratados determinados formadores de pelí-
25 cula, que normalmente no tienen fuerza tensora, o bien tan sólo de manera insuficiente, proporcionando así magníficos barnices tensores.



221258

Lo antedicho se refiere, por ejemplo, al empleo de cloruro polivinílico o cloruros polivinílicos clorados posteriormente, o a sus polimerizados mixtos, que de este modo pueden ser utilizados para barnices tensores con magnífica fuerza tensora, en calidad de formadores de película.

También sobre las propiedades mecánicas de la película precipitada de tales medios de recubrimiento repercute favorablemente la adición de productos esponjados del ácido silícico o silicatos, al igual que en general son excelentemente apropiados los nuevos agentes espesadores en calidad de adición para materias formadoras de película de todas clases. Para la plastificación de masas para emplastecer, pueden ser también empleados con ventaja.

A base del hecho, de que bastan ya cantidades relativamente pequeñas de los agentes espesadores para conseguir una consistencia de pasta, se abren una serie de posibilidades para la aplicación adecuada de los nuevos productos, también en la tintorería, en la manufactura de estampados y la técnica del apresto.

El retardo de la sedimentación puede jugar también un papel en la fabricación de aglutinantes de todas clases, a los que se agregan agentes de carga, de naturaleza, por ejemplo, mineral. En las preparaciones de aglutinantes de escasa viscosidad, que hayan de ser aplicados a mano o a pistola, existe siempre el peligro de que tales agentes de carga sedimenten al cabo de poco tiempo, solidificándose hasta el grado, de que a menudo no se consigue volver

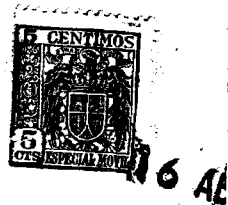


221258

a homogenizar el aglutinante, o bien tan sólo de manera
insuficiente. Mediante la adición de pequeñas cantidades
de los nuevos agentes espesadores, se hacen o bien super-
fluos del todo tales agentes de carga, o no ponen ya en pe-
5 ligro la utilidad del aglutinante por una sedimentación
indeseada. Si se eligen adiciones más elevadas, se pueden
transformar los aglutinantes en una masa pastosa. Otra
ventaja puede considerarse aquí, al igual que en barnices
y medios de recubrimiento, en que el aumento de consisten-
10 cia a conseguir de acuerdo con el invento, se conserva sus-
tancialmente también a temperaturas superiores a la tem-
peratura ambiente.

Los agentes espesadores de acuerdo con el
invento, pueden ser empleados de igual manera para líqui-
15 dos inorgánicos y líquidos orgánicos, teniendo, por lo
tanto, especial importancia en la fabricación de los lla-
mados lubricantes consistentes, es decir, en el espesa-
miento de aceites y grasas líquidas, hasta prácticamente
su solidificación completa. Se obtienen entonces las llama-
20 das grasas gel, que empleadas como lubricantes sólidos,
se caracterizan por su especial insensibilidad frente a
la temperatura.

Mediante el empleo de acuerdo con el invento
de materiales de ácido silícico naturales o silicatos de
25 aluminio esponjados, se pueden transformar en pastas tam-
bién líquidas, que como por ejemplo, el glicol o la gli-
cerina, representan materias básicas esenciales en la farma-



221258

copea y la cosmética, o bien tratarse de manera sencilla para obtener bases para unguentos. Si de acuerdo con el invento se espesan aceites etéreos, se obtienen productos sólidos, que pueden ser tratados como adiciones para polvos
5 y otros fines de aplicación en la cosmética. Asimismo se han acreditado los agentes espesadores de acuerdo con el invento para la granulación de productos farmacéuticos, que pueden ser prensados para hacer pastillas, así como en general como auxiliares de usos múltiples en la medicina.

10 Otra posibilidad de aplicación se tiene en la fabricación de medios de blanqueo y lavado, que se encuentran en el comercio como así llamados medios de blanqueo en seco. De manera sencilla se pueden también espesar y dar forma a, por ejemplo, soluciones jabonosas fluidas, tales
15 como jabón blando, sin menoscabar su efecto detergente.

Se pueden emplear también con ventaja según el invento, las materias naturales esponjadas por el tratamiento con cal, para la solidificación de materias con punto de goteo relativamente bajo, por ejemplo, parafinas,
20 ceras, y además betunes, asfaltos y similares. Estas sustancias, frecuentemente empleadas como medios aislantes o de impregnación, tienen, como es sabido, la propiedad de ablandarse ya a temperaturas relativamente bajas, o de hacerse líquidas, capaces de gotear. Aquí los agentes espesadores de acuerdo con el invento ofrecen la posibilidad, de
25 mediante las adiciones en cantidades relativamente pequeñas, espesar tales materias, como por ejemplo, se utilizan para

221258



la impregnación de cartones embrados para techar o en la construcción de carreteras, en tal grado, que incluso expuestas a una fuerte radiación solar, no se licuen en una medida perjudicial. También el alquitrán de colada, tal como es empleado para la unión de tubos o de cables, puede ser mejorado sustancialmente de esta manera en sus propiedades de uso.

Muy apropiado ha demostrado ser también el nuevo agente de carga como estabilizador en trabajos de sondeo, donde la deposición desde el líquido viscoso de barrido es impedido eficazmente y se facilita la eliminación del lodo de sondeo del agujero de sondeo, agregando al líquido de barrido un pequeño porcentaje, por ejemplo de 2 a 4% de silicatos de aluminio, esponjados, para el espesamiento de acuerdo con el invento.

El efecto de los agentes de espesamiento o de solidificación de acuerdo con el invento, que de ninguna manera se limita a los campos anteriormente indicados encuentra exclusivamente su limitación, cuando se trata de líquidos de carácter ácido, puesto que los productos que todavía contienen alcalis-térreos en cantidades considerables, no son ilimitadamente resistentes a ácidos fuertes. En los líquidos no ácidos, empero, son los agentes de espesamiento y de solidificación capaces de una amplia aplicación, especialmente porque mediante la elección adecuada del material de partida en cuanto a la naturaleza del líquido a tratar en cada caso, resultan posibilidades de varia-



221258

ción, que aseguran el logro de efectos óptimos. Al mismo tiempo pueden ser empleados los agentes espesadores de acuerdo con el invento, mezclados con otras materias conocidas para tales fines, a cuyo respecto se consiguen efectos multiplicados, por ejemplo con óxidos obtenidos por vía pirógena.

EJEMPLO I

El agente espesador de acuerdo con el invento, fué comparado para el espesamiento de agua, con bentonita alemana e italiana, y un ácido silícico muy puro obtenido por vía pirógena. Se emplearon en cada caso 10 partes en peso de la sustancia de ensayo en 50 c.c. de agua, comparándose la consistencia de los productos resultantes después de 3, 14 y 45 horas. Los resultados han sido anotados en la siguiente recopilación:

15	Después de la mezcla	después de 3 horas	después de 14 horas	después de 45 horas
Bentonita italiana	lodo fuido	sin variación	ligeramente hinchado	notablemente espesado, pero poco viscoso
Bentonita alemana	espesamiento moderado, teniendo lugar durante el tiempo de observación una notable deposición			
Acido silícico muy disperso	pasta muy viscosa, que ya no se modifica más durante el tiempo de ensayo			
Bentonita tratada a presión con cal	pasta muy viscosa, que ya no se modifica más durante el tiempo de ensayo			

El ensayo anterior demuestra, que el efecto



221258

espesador en agua, a iguales cantidades en peso, es sustancialmente superior al de la bentonita normal, siendo comparable al valioso ácido silícico puro.

EJEMPLO 2

5 Otro ensayo para la determinación del efecto
 espesador en el agua, se realizó tratando 5 g de arena de
 cuarzo disgregada hidrotérmicamente con cal apagada, con
 más de 90% de SiO_2 con 200 c.c. de agua, y después de dejar
 se reposar durante 24 horas, se separó del líquido restante
 10 mediante aspiración. Se determinó a continuación la canti-
 dad de agua absorbida, que a efectos de una mejor compara-
 ción, se redujo a un contenido de agua de 100 g de sustan-
 cia. Los valores numéricos a continuación, representan, por
 lo tanto, la cantidad en peso de agua en gramo por cada
 15 100 g de sustancia. Se analizó a este particular, tanto
 el producto de la disgregación inmediatamente con una pro-
 porción de $CaO : SiO_2 = 1 : 1$, como también después de la
 extracción parcial y total del óxido de calcio.

	Agente de espesamiento	Absorción de agua por gr.
20	1 SiO_2 : 1 CaO	714 g
	1 SiO_2 : $2/3CaO$	835 g
	1 SiO_2 : $1/3CaO$	1024 g
	SiO_2	643 g



16
221258

5 queda por lo tanto demostrado, que la absorción de agua alcanza valores considerables, dependiendo del contenido restante de óxido cálcico. A manera de comparación mencionaremos todavía, que en un ensayo análogo para un ácido silíceo obtenido por vía pirógena, resultó una absorción de agua de 660 g, y para un producto de ácido silíceo obtenido por precipitación por vía húmeda a partir de silicatos sintéticos solubles, únicamente una absorción de 406 g.

EJEMPLO 3

10 Se mezcló aceite de parafina una vez con bentonita esponjada de acuerdo con el presente invento, y en un ensayo comparativo, con ácido silíceo finamente distribuido y muy disperso, del cual es sabido, que es un agente espesador especialmente eficaz para aceites, determinándose las
15 cantidades, que provocan igual consistencia. Se precisó para ello 13,8% de bentonita esponjada, frente a 12,2% de ácido silíceo especial. También este ensayo demuestra que el agente de espesamiento de acuerdo con el invento, es prácticamente comparable en su efecto a sustancias valiosas de este tipo.

20 EJEMPLO 4

El efecto espesador en el aceite de parafina se comprobó por medición de las viscosidades en un viscosí-



16

221258

metro Hoepler, empleándose para ello en cada caso 5 g de agente espesador en 100 c.c. de aceite de parafina. Como agente espesador sirvió una arena disgregada a 200° con cal apagada. Al igual que en el Ejemplo 2, se comparó también aquí el producto de disgregación correspondiente al silicato cálcico neutro, con los productos que resultaron después de la extracción parcial o completa del óxido de calcio. La viscosidad del aceite de parafina empleado, ascendió a la temperatura de la medición, a 22° 168 cP.

10	Agente espesador	Viscosidad
	1 SiO ₂ : 1 CaO	482 cP
	1 SiO ₂ : 2/3 CaO	1050 cP
	1 SiO ₂ : 1/3 CaO	671 cP
	SiO ₂	410 cP

15 El producto disgregado de igual manera, pero a 250°, tuvo a una relación molar de 1:1, una viscosidad de 1715 cP. El peso específico asentado ascendió en este caso a 39 g/l.

EJEMPLO 5

20 Para la determinación del efecto retardador de la sedimentación, se analizó una bentonita esponjada en comparación con ácido silícico obtenido por vía pirógena y fabricado por vía húmeda, en una preparación de litopón y acei-



221258

5 te de linaza para barnizar, conteniendo la preparaci3n en cada caso 1% de sustancia activa. Como medida para el efecto retardador de la sedimentaci3n, se determin3 la cantidad de sustancia s3lida depositada despu3s de 10 aias en los diversos ensayos, resultando los valores siguientes:

- | | |
|---------------------------------------------------------------|-----------------|
| 1.) Preparaci3n con 3cido sil3cico obtenido por v3a pir3gena | depositado 2% |
| 2.) Preparaci3n con 3cido sil3cico precipitado por via h3meda | depositado 58% |
| 10 3.) Preparaci3n con bentonita esponjada | depositado 5,5% |

EJEMPLO 6

15 El efecto espesador del agente de acuerdo con el invento en la fabricaci3n de pastas, se prob3 en la receta fundamental de una pasta dent3frica, compar3ndose con otras sustancias usuales para tales fines. El producto de acuerdo con el invento hab3a sido obtenido nuevamente mediante disgregaci3n hidrot3rmica de arena de cuarzo, teniendo una relaci3n molar de $SiO_2 : CaO = 1 : 1$. Fu3 comparado con una creta levigada y una wollastonita finamente pulverizada, especialmente preparada.

20 Para conseguir la misma consistencia de la pasta, hubo que componer con las diferentes agente de carga, las mezclas siguientes:

221258



1.) 80 g de glicerina
120 g de agua
160 g de creta

5

2.) 80 g de glicerina
120 g de agua
330 de wollastonita

10

3.) 80 g de glicerina
120 g de agua
36 g del agente espesador de acuerdo con el invento.

15

Hay que tener además en cuenta, que para las pastas con el agente de carga de acuerdo con el invento, no solamente se precisó la menor cantidad de materia de carga, sino que las pastas se distinguieron también ventajosamente frente a los productos comparados según 1.) y 2.), en cuanto a aspecto, uniformidad y consistencia.

EjemPlo 7

20

A una preparación de aceite de linaza y litopón para barnizar, consistente en 100 g de aceite de linaza para barnizar y 50 g de litopón, se incorporaron en cada caso un retardador de la sedimentación en una canti-



221258

5 dad de 1%, analizándose después la preparación, transcurridos tiempos determinados, en cuanto a la medida de la deposición de la sustancia sólida. El análisis se llevó a cabo, determinando en una columna del barniz líquido de 100 mm de altura, después de diversos lapsos de tiempo, la parte de la solución clara que sobrenadaba. En la recopilación siguiente se ha indicado esta parte siempre en %, es decir, que de la columna de líquido de 100 mm de altura, 10% significa que los 10 mm superiores eran de líquido claro, debido a

10 la deposición del pigmento.

Agente retardador de la sedimentación (1%)	T i e m p o d e d e p o s i c i o n						
	24 horas	3 días	7 días	11 días	14 días	18 días	25 días
Arena tratada de acuerdo con el invento bajo sobrepresión, con cal	1%	3%	8%	13%	-	-	-
Acido silícico, precipitado por vía húmeda	-	-	18%	-	35%	-	58%
Gel de sílice tamizado por aire	-	61%	66%	-	-	70%	-
Tierra de infusorios blanca	24%	34%	47%	57%	-	-	-
Sulfonato sólido	3%	9%	20%	29%	-	-	-

según demuestra la recopilación anterior, el nuevo agente espesador de acuerdo con la solicitud, es en esta preparación de aceite de linaza para barnizar, marcadamente superior a las adiciones hasta ahora usuales pa-

221258

16



ra tales fines, puesto que la sedimentación se retarda mucho más fuertemente, incluso durante más tiempo, que las sustancias comparadas.

EJEMPLO 8

5 Al igual que en el ejemplo 7, se analizó una preparación de aceite de linaza para barnizar, que aparte de litopón, contiene además espato pesado y, por lo tanto, tiene con fuerza especial a sedimentar. Su composición fué de 100 partes de aceite de linaza para barnizar, 25 partes de litopón, 55 partes de Blanco Fixe y 1% de retardador de la sedimentación.

15	Agente retardador de la sedimentación (1%)	T i e m p o d e d e p o s i c i o n				
		24 horas	8 dias	12 dias	21 dias	30 dias
	Arena tratada de acuerdo con el invento bajo sobrepresión, con cal	8%	14%	35%	45%	46%
	Estearato de aluminio	11%	40%	43%	49%	54%
20	Tierra de diatomáceas	16%	38%	52%	58%	59%
	Sulfonato	20%	43%	46%	54%	58%

EJEMPLO 9

En este caso se refirió el análisis, al igual que en los Ejemplos 7 y 8, al comportamiento de diferentes



221258

retardadores de la sedimentación en un barniz hecho de 100 g de aceite de linaza para barnizar y 100 g de mica ferrosa. Las partes de líquido claro sobrenadantes, se desprenden de la recopilación siguiente:

	Agente retardador de la sedimentación (1%)	Tiempo de deposición				
		24 horas	3 días	12 días	21 días	30 días
5						
10	Arena tratada de acuerdo con el invento bajo sobrepresión, con cal	21%	23%	28%	23%	28%
	Bentonita	37%	44%	44%	44%	45%
	Esterearato de aluminio	30%	42%	42%	42%	43%
	Tierra de diatomáceas	20%	51%	51%	52%	52%
15	Sulfonato	48%	49%	49%	49%	50%

El barniz analizado se caracteriza porque la sedimentación adopta por lo general al cabo de poco tiempo, valores constantes, sin que varíe ya sustancialmente a lo largo de prolongados tiempos de observación. Se comprueba también en este caso claramente, que la sedimentación de una materia sólida tiene proporciones mucho menores con un agente espesador de acuerdo con el invento, que con las sustancias comparativas.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Alemania el día 17 de Abril de 1954, bajo el número D 17.590 IVb/120, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



=000= N O T A =000=

221258

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5
10
15
1.º. - Mejoras introducidas en la preparación de agentes para el espesamiento y la solidificación de líquidos, pastas y similares, caracterizadas porque materias naturales que consisten sustancial o totalmente en dióxido de silicio en forma combinada o especialmente en forma libre o que lo contienen en cantidades superiores a 85%, preferentemente de más de 90% tales como arena, tierra de infusorios o polvo de cuarzo, se tratan a temperatura elevada comprendida entre 150 y 280º y bajo presión, en levigación preferentemente acuosa, con compuestos básicos de elementos del grupo principal de los grupos 1º y/o 2º del sistema Periódico, ventajosamente con hidróxido alcalino-térreo.

20
2.º. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizadas porque estos agentes consisten sustancialmente en productos naturales esponjados con cal apagada mediante un tratamiento a presión en levigación acuosa, a temperatura elevada, a los cuales, tal como la arena, el polvo de



12 JUL

221258

cuarzo o la tierra de infusorios, contienen como componentes principal dióxido de silicio.

3º. - Mejoras de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizada porque estos agentes consisten sustancialmente en silicatos de aluminio, tales como caolin, arcilla, barro o especialmente bentonita, esponjados con cal apagada mediante un tratamiento a presión en levigación acuosa, a temperatura elevada.

4º. - Mejoras introducidas en la preparación de agentes de espesamiento y solidificación de líquidos, pastas o similares.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinte hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 12 JUL 1955

P. A.

Alfonso de Elizalde
Alfonso de Elizalde