



255955

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "METODO PARA LA PREPARACION DE ACUASOLES ESTABLES", a favor de la firma HOUGHTON HISPANIA, S.A., domiciliada en BARCELONA, calle de Ali Bey, núm. 4-6 y de nacionalidad española.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la preparación de soles y particularmente a un método mejorado para preparar acuasoles relativamente estables y substancialmente exentos de sales.

En el pasado se han preparado acuasoles de los cuales se habían eliminado casi todas las sales inorgánicas sometiendo el acuasol a diálisis. El acuasol silíceo, por ejemplo, se ha preparado haciendo reaccionar un silicato alcalino con un ácido mineral, sometiendo el sol resultante que contenía sal a diálisis y concentrando luego el sol por evaporación. Sin embargo, esto constituye un procedimiento lar-

5.

10.

255955



go y complicado, principalmente porque la sal eliminada por diálisis es lenta. Además, la diálisis requiere un manejo delicado y mano de obra experimentada, lo cual dificulta en gran manera la fabricación provechosa en escala comercial.

Es, por consiguiente, un objeto primordial del invento que aquí se presenta el proporcionar métodos de hacer acuasoles substancialmente exentos de sales que sean muy superiores a los métodos anteriores desde el punto de vista de la velocidad de operación y la facilidad de manejo.

Otro objeto del invento es proporcionar métodos para hacer acuasoles del tipo descrito que se adapten por entero a las operaciones a gran escala.

Otros objetos y ventajas del invento irán apareciendo en la descripción que sigue y en las reivindicaciones finales. Antes de explicar en detalle el invento que aquí se presenta, debe entenderse, sin embargo, que el invento no se limita en sus aplicaciones a los detalles que aquí se describen, ya que este invento es capaz de otras modalidades y de ser practicado o llevado a efecto de diversas maneras. También debe entenderse que la fraseología o terminología empleadas aquí con fines descriptivos no constituyen limitación, y no se tiene intención de limitar el invento aquí reivindicado más allá de los requerimientos de los procesos anteriores.

El invento se lleva a efecto, en general, preparando primeramente un acuasol que contenga un óxido inorgánico coloidal y una sal inorgánica disuelta, agregando luego al acuasol un disolvente orgánico miscible en agua



- que tenga un punto de ebullición inferior al del agua, o formando una mezcla de punto de ebullición constante con agua, la cual destila a una temperatura inferior al punto de ebullición del agua, en cantidad suficiente para precipitar la sal inorgánica, eliminando del acuasol orgánico resultante la sal precipitada, por medio por ejemplo de filtración, centrifugación, decantación, etc., añadiendo luego agua suficiente acuasol orgánico para permitir la eliminación de casi todo el disolvente orgánico por destilación y para dejar un acuasol substancialmente puro y relativamente estable, y destilando finalmente el disolvente orgánico, ya sea como tal o en forma de una mezcla de punto de ebullición constante.
- 5.
- 10.

- En la preparación del acuasol inicial pueden seguirse los métodos para preparar acuageles descritos en la patente Kistler No. 2,093.454, pero se impide la gelación por el apropiado control del pH. Así, por ejemplo, al preparar acuasol silíceo por mezcla de un ácido mineral y una solución de silicato alcalino, es esencial actuar en la gama ácida, para la mayoría de los casos a un pH de entre 1,5 y 4, pero de preferencia entre 1,5 y 3. Esto asegura la estabilidad no solamente tal acuasol inicial, sino también del acuasol orgánico intermediario, así como la del acuasol final, esto es, permite preparar soles que no se gelifiquen durante largos períodos de tiempo, por ejemplo durante unos 30 días.
- 15.
- 20.
- 25.

- De acuerdo con este invento puede emplearse una amplia variedad de disolventes orgánicos miscibles en agua, siendo solamente necesario que tengan puntos de ebullición inferiores al del agua a presión atmosférica
- 30.



255955

- o que formen con el agua mezclas de punto de ebullición constante que destilen a temperatura inferior al punto de ebullición del agua. Disolventes orgánicos, miscibles en agua, de los tipos descritos y que resultan apropiados son, por ejemplos, la acetona, el alcohol metílico, el alcohol etílico, el alcohol isopropílico normal.

Una descripción más detallada del invento se obtendrá con los ejemplos que siguen:

E J E M P L O I

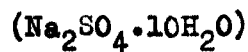
10. Se diluyeron en 162 libras de agua 358 libras de silicato sódico que comprendía 28,7% de SiO_2 , 8,9% de Na_2O y 62,4% de H_2O . Se agregó esta mezcla a 163,5 libras de ácido sulfúrico al 31% y se agitó la masa para distribuir el silicato por todo el ácido. La mezcla se efectuó en una instalación adecuada resistente a los ácidos y dió por resultado un acuasol que contenía sílice y sulfato disuelto. Se agregó luego una cantidad de alcohol igual en volumen al volumen del acuasol así formado y se eliminó por filtración el sulfato sódico que se precipitó. Se agregó a continuación al acuasol alcohólico resultante agua suficiente para proporcionar un gran exeso de agua y después de esto se eliminó el alcohol en forma de una mezcla de punto de ebullición constante por destilación fraccional, quedando en la retorta un acuasol substancialmente puro que es estable durante un período de tiempo relativamente largo.

E J E M P L O II

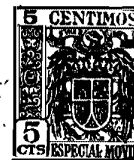
30. Se mezclaron a temperatura ambiente con 350 libras de agua 800 libras de silicato sódico que contenía aproximadamente 9% de Na_2O y 29% de SiO_2 . Se inyectó lentamente



- esta mezcla, en el punto de máxima agitación, a 335 libras de H_2SO_4 al 31% que se había enfriado a $0^{\circ}C$ y que se estaba agitando mediante un pulsador de gran velocidad. Durante la mezcla se mantuvo la temperatura a menos de $10^{\circ}C$ y se agregó el silicato hasta que el pH fué de 1,8 aproximadamente o hasta que se hubo agregado el 90% del silicato aproximadamente. A continuación se agregaron 3200 libras de acetona que se había enfriado a $0^{\circ}C$, al principio con lentitud y luego más rápidamente. La mezcla resultante, que contenía cristales de sulfato sódico precipitados,



- se enfrió luego a $0^{\circ}C$ y se dejó reposar a una temperatura entre 0 y $5^{\circ}C$. Aproximadamente del 85 al 90% del sol ligeramente opalescente así formado, se decantó luego de los cristales de sulfato sódico, con el resultado de que se extrajo aproximadamente el 99% del total de sulfato sódico formado.
- A 3600 libras del acuasol acetónico preparado como se ha descrito antes, se agregaron 8000 libras de agua. Luego se separó la acetona por destilación sencilla y quedó un acuasol substancialmente puro que es estable durante un período de tiempo relativamente largo.
- E J E M P L O III
- Se mezclaron a temperatura ambiente con 350 libras de agua 800 libras de silicato sódico que contenía aproximadamente 9% de Na_2O y 29% de SiO_2 . Se inyectó lentamente esta mezcla, en el punto de agitación máxima, a 335 libras de H_2SO_4 al 31% que se había enfriado a $0^{\circ}C$ y que



255955

- se estaba removiendo mediante un agitador de gran velocidad. Se mantuvo la temperatura durante la mezcla a menos de 10°C y se agregó el silicato hasta que el pH fué de 1,8 aproximadamente o hasta que se hubo añadido el 90% aproximadamente del silicato. Se añadieron a continuación 3200 libras de alcohol propílico normal que se había enfriado a 0°C, haciendo la adición lentamente al principio y más rápidamente después. La mezcla resultante, que contenía cristales de sulfato sódico precipitados ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), se enfrió luego a 0°C y se dejó reposar a temperatura de 0° a 5°C. Aproximadamente del 85 al 90% del sol así formado se decantó luego de los cristales de sulfato sódico, con el resultado de que se extrajo aproximadamente el 99% del total de sulfato sódico formado.
5. 10. 15. 20. 25. 30.
- A 3600 libras del acuasol de alcohol propílico preparado en la forma descrita antes, se agregaron 8000 libras de agua. Luego se separó por destilación el alcohol propílico, en forma de una mezcla de punto de ebullición constante, en un matraz provisto de una columna de fraccionamiento y quedó en el matraz un acuasol substancialmente puro que es estable durante un tiempo relativamente largo.
- Aunque los ejemplos se han limitado, a causa de la brevedad, a método para preparar soles de sílice, es evidente que pueden prepararse de manera semejante acuasoles exentos de sales a base de otros óxidos, o sea formando el acuasol apropiado que contiene sales, separando por precipitación la sal inorgánica mediante la adición de un disolvente orgánico miscible en agua, y eliminando por destilación el disolvente orgánico. Además, es obvio que en lugar de los disolvente orgánicos descritos en los ejemplos pueden



emplearse otros disolventes orgánicos miscibles en agua.

- En general, es deseable utilizar el alcohol, la acetona u otro disolvente orgánico miscibles en agua en volumen igual, por lo menos, al volumen del acuasol que se trata, y de preferencia en volumen mayor. Las cantidades relativas de sol y disolventes empleadas pueden variarse dentro de límites bastantes amplios, pero la primordialmente importante es solamente emplear disolventes orgánicos suficiente para precipitar prácticamente toda la sal inorgánica. Cuando se emplean disolventes orgánicos que destilan en forma de una mezcla de punto de ebullición constante, es necesario utilizar un matraz provisto de columna de fraccionamiento, pero por otra parte puede emplearse equipo sencillo de destilación tal como convencionalmente se usa.
- En algunos de los ejemplos se hace referencia al enfriamiento de los diversos ingredientes de la reacción ya que se llevan a cabo las diversas etapas del procedimiento a temperaturas vecinas a 0°C. Pueden emplearse temperaturas superiores a ésta, pero es preferible no permitir que la temperatura supere los 20°C durante la preparación del acuasol orgánico, a causa de la menor eficiencia de la precipitación de sales y del peligro de gelificación. Los acuasoles relativamente establee y substancialmente exentos de sales que se preparan en conformidad con este invento pueden emplearse como aglomerantes para moldes de arena y son valiosos formadores de película, tanto solos como en combinación con otros materiales de revestimiento.
- Quando se alude aquí a los disolventes orgánicos miscibles en agua, se entiende que se hace referencia a
5.
10.
15.
20.
25.
30.



9 2 2 0 7 1

disolventes orgánicos del tipo corrientemente empleado en los barnices, las lacas y composiciones similares de revestimiento, disolventes que son capaces de precipitar sales inorgánicas de una solución acuosa. La expresión "Disolventes orgánicos" se entiende también en el sentido de incluir ciertos alcoholes, tales como el alcohol metílico y el etílico, que por lo general no se emplean como disolventes en la especialidad del revestimiento.

5.

10.

El componente volátil de los acuasoles preparados en conformidad con este invento, consta generalmente, casi en su totalidad, de agua, o sea que contiene de 98 a 100% de agua. Así, los soles del invento, que aquí se expone difieren de los soles preparados según los métodos descritos y reivindicados en otras solicitudes los cuales contienen una cantidad predominante de un disolvente orgánico o varios disolventes orgánicos.

15.

20.

La invención, dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.



255955

N O T A

Hecha la descripción del presente invento, lo que se declara como no divulgado ni practicado en España, comprende las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Método para preparación de acuasoles estables, compuestos substancialmente de un óxido inorgánico coloidal y agua, que comprende el formar un acuasol que contenga un óxido inorgánico coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar un disolvente orgánico miscible en agua capaz de ser eliminado por ebullición de meclas acuosas a temperaturas inferiores al punto de ebullición del agua en cantidad para precipitar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol orgánico resultante y el extraer por destilación el disolvente orgánico.
10. 2. Método para formar un acuasol estable substancialmente compuesto de un óxido inorgánico coloidal y agua, que comprende el formar un acuasol que contenga un óxido inorgánico coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar una cantidad de disolvente orgánico miscible en agua que tenga un punto de ebullición inferior al del agua, el extraer la sal inorgánica precipitada, el agregar agua adicional al acuasol orgánico resultante, y el extraer por destilación el disolvente orgánico.
15. 3. Método para formar un acuasol substancialmente compuesto de un óxido inorgánico coloidal y agua, método que comprende el formar un acuasol compuesto de un óxido inorgá-
- 20.
- 25.



25595

5. nico coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar un disolvente orgánico miscible en agua que tenga un punto de ebullición inferior al del agua en cantidad suficiente para preparar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol orgánico resultante, en cantidad suficiente para proporcionar un exceso, y el extraer por destilación el disolvente orgánico.
10. 4. Método substancialmente tal como se ha descrito en la reivindicación 3, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que el disolvente orgánico miscible en agua se agrega al acuasol en volumen por lo menos igual al volumen del acuasol.
15. 5. Método substancialmente tal como se ha descrito en la reivindicación 3, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que los materiales que se tratan se mantienen a temperatura entre 0 y 20°C aproximadamente antes de extraer el disolvente orgánico.
20. 6. Método de formar un acuasol compuesto substancialmente de sílice coloidal y agua, método que comprende el formar un acuasol que contenga sílice coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar una cantidad de acetona suficiente para precipitar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol acetónico resultante, y el extraer por destilación la acetona.
25. 7. Método para formar un acuasol compuesto substancialmente de sílice coloidal y agua, método que comprende el formar un acuasol que contenga sílice coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar una cantidad de alcohol
- 30.

-11-

255955



5. etílico suficiente para precipitar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol acohólico resultante, y el extraer el alcohol etílico por destilación en forma de una mezcla de punto de ebullición constante.
8. Método para formar un acuasol compuesto substancialmente de sílice coloidal y agua, método que comprende el formar un acuasol que contenga sílice coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar una cantidad suficiente de alcohol isopropílico para precipitar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol de alcohol isopropílico resultante, y el extraer el alcohol isopropílico por destilación en forma de una mezcla de punto de ebullición constante.
10. Método para formar un acuasol estable compuesto substancialmente de sílice coloidal y agua, método que comprende el formar un acuasol que contenga un óxido inorgánico coloidal y una sal inorgánica disuelta, el agregar una cantidad de acetona suficiente para precipitar la sal inorgánica, el extraer la sal inorgánica precipitada de ese modo, el agregar agua adicional al acuasol acetónico resultante, en cantidad suficiente para proporcionar un exceso, y el extraer la acetona por destilación bajo presión reducida.
15. Método substancialmente tal como se describe en la reivindicación 6, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que los materiales que se tratan se mantienen a temperatura entre 0° y 20°C antes de extraer la acetona.
20. Método substancialmente tal como se describe en la reivindicación 6, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que los materiales que se tratan se mantienen a temperatura entre 0° y 20°C antes de extraer la acetona.
25. Método substancialmente tal como se describe en la reivindicación 6, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que los materiales que se tratan se mantienen a temperatura entre 0° y 20°C antes de extraer la acetona.
30. Método substancialmente tal como se describe en la reivindicación 6, pero caracterizado ulteriormente por el hecho de que los materiales que se tratan se mantienen a temperatura entre 0° y 20°C antes de extraer la acetona.



255955

11. Método para la preparación de acuasoles estables.

Según se describe y reivindica en la presente memoria, que consta de doce hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, a 22 de Febrero de 1.960

p.a.