

258282

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 644.



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de ácido silícico de grano fino".

=====

Solicitante: VEB FARBENFABRIK WOLFEN, entidad alemana, residente en Wolfen (Kr. Bitterfeld), Alemania.

=====

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de ácidos silícicos de granulado fino con peso aparente muy reducido, que con hidrocarburos y otros líquidos orgánicos den soluciones coloidales transparentes.



258282

- Los ácidos silícicos de granulación fina se emplean en la industria de las pinturas y lacas como espesador, como antisedimentador para colores de pigmentos, como matizador para la producción de lacas con brillo sedoso y para la tixotropización de lacas a aplicar por proyección. Para estas finalidades es, en la mayoría de los casos, necesario el empleo de ácidos silícicos que se disuelvan coloidalmente en las materias primas de las lacas y den unas gelatinas transparentes para evitar enturbiamientos y velos indeseados en las películas de las lacas. Para estas finalidades son especialmente adecuados los ácidos silícicos que se obtienen por hidrólisis de fases de vapor o por la combustión de compuestos silícicos volátiles, preferentemente tetracloruro de silicio. Estos productos se emplean además como rellenos reforzadores claros en la industria de la goma, especialmente para la fabricación de clases de goma transparentes, en la industria de los aglutinantes, en la fabricación de los materiales sintéticos y en muchos otros ramos industriales.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

Se conocen numerosos procedimientos para la obtención de ácidos silícicos de granulación fina. En la mayoría de los casos se precipita el ácido silícico bajo determinadas condiciones de ensayo y bajo el empleo de distintos líquidos de precipitación de soluciones de silicato, después se lava hasta librar del electrolito, se seca y se moltura.

25.

De esta manera se obtienen ácidos silícicos de granulación fina, preferentemente en forma de tizas que muestran un peso aparente relativamente alto y no se

30.



258282

- disuelven o solo parcialmente en forma coloidal en determinados disolventes orgánicos. Por esta razón se limita fuertemente el margen de empleo de tales productos. Lo mismo sucede con los ácidos silícicos que se obtienen por el secado de una precipitación de ácido silícico gelatinoso finamente distribuido. Aunque los mencionados productos no se obtienen en forma de tiza se provoca durante el secado, debido a una reacción de condensación entre las partículas primarias, una ampliación indeseada de las partículas.
- 5.
- 10.

- Acidos silícicos excelentemente adecuados para todas las finalidades se obtienen por combustión o hidrólisis de fases de vapor de compuestos silícicos volátiles, preferentemente tetracloruro de silicio. Este procedimiento está, sin embargo, ligado con la solución de complicados problemas en relación con los aparatos y la corrosión. Los productos de partida, tal como el tetracloruro de silicio son relativamente caros e implican un nivel de gastos de fabricación muy considerable.
- 15.
- 20.

- La presente invención se refiere a la obtención de un ácido silícico en sus propiedades equivalente a los ácidos silícicos de combustión, empleando el camino de los ácidos silícicos de precipitación que se obtienen más baratos y en forma más sencilla.
- 25.

- Se ha descubierto ahora, que se pueden obtener ácidos silícicos de granulación fina, altamente dispersables con peso aparente de aprox. 40-50 g/l con solubilidad simultánea de los productos en determinados disolventes orgánicos, por ejemplo hidrocarburos,
- 30.

258282



- si primeramente, y en forma conocida, se produce, mediante el flujo de ácido sulfúrico diluido a una solución de silicato a temperaturas más elevadas, un hidrogel de ácido silícico en forma gelatinosa, el
5. producto se lava para librarla del electrolito y entonces se desplaza el agua intermicelar de la precipitación gelatinosa total o parcialmente con un disolvente orgánico soluble en agua y después en forma conocida se seca el producto.
10. Los hidrogeles de ácido silícico en forma gelatinosa de granulación fina se obtienen en forma conocida. Por ejemplo se vierte, agitando fuertemente, a una solución de silicato del peso específico 1,101 ($\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2 = 1 : 3,35$) previamente calentada a 80°
15. ácido sulfúrico del peso específico 1,032 hasta que la mezcla de reacción se enturbie. Se interrumpe entonces el flujo del ácido sulfúrico y se sigue agitando hasta que empiece a separarse el ácido silícico en forma gelatinosa. Se continúa la adición de H_2SO_4
20. hasta que se alcance un valor pH de 3,0. El producto de precipitación gelatinoso se lava ahora hasta estar libre de electrolito y por aspiración se libra todo lo posible del agua. La sustitución del agua por disolventes orgánicos solubles en agua, preferentemente ácido
25. acético glacial o metanol, se puede efectuar mediante suspensión de la precipitación de ácido silícico gelatinoso, librado por aspiración de toda el agua posible, en el correspondiente disolvente orgánico soluble en agua y volviendo a filtrar. En caso dado se repite este
30. proceso durante varias veces. También es posible aspirar

258282



el disolvente a través del ácido silícico de precipitación gelatinosa, hasta haber logrado el grado de deshidratación deseado. Los productos de precipitación así tratados se secan generalmente a temperaturas de 100 - 150°C.

5. Para deshidratar se pueden emplear también mezclas de distintos líquidos orgánicos solubles en agua, por ejemplo una solución de 50 % de ácido acético glacial y 50 % de metanol.

10. Las soluciones diluídas obtenidas de los distintos disolventes en agua se pueden volver a concentrar mediante procedimientos conocidos, tal como destilación y volver a emplear los disolventes. No es necesario que los disolventes orgánicos se empleen libres de agua. Por lo general es suficiente una concentración de 90 - 95 %.

15. Después de secar se obtienen ácidos silícicos de granulación fina que en sus propiedades corresponden a los productos obtenidos por combustión o hidrólisis de fases de vapor de compuestos de silicio volátiles.

20. El peso aparente se encuentra entre 40 y 70 g/l. La capacidad de absorción de agua y aceite según Coleman y Gradner es de 500 - 650 %. El tamaño de las partículas se encuentra entre 5 y 30 μ . Los productos se disuelven coloidalmente en determinados líquidos orgánicos,

25. por ejemplo hidrocarburos y dan unas gelatinas transparentes.

30. Se ha descubierto además que también se pueden obtener ácidos silícicos de granulación fina, que en sus propiedades no se diferencian mucho de los ácidos silícicos de combustión, si la precipitación de

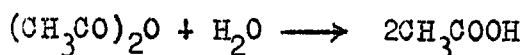
258282



ácido silícico gelatinosa primeramente se seca después del aspirado, hasta un contenido de agua restante de un 50 % después se sustituye el agua restante parcial o totalmente por disolventes orgánicos solubles en agua y se seca.

Además, después de haber sustituido el agua de los hidrogeles de ácido silícico gelatinoso de fina granulación por disolventes orgánicos solubles en agua, estos últimos se pueden cambiar total o parcialmente por líquidos orgánicos insolubles en agua y entonces secar.

El agua de los hidrogeles de ácido silícico gelatinoso de fina granulación se puede retirar también agregando a los productos, ampliamente librados por aspiración de agua, la cantidad de anhídrido de ácido acético necesaria para la reacción total o parcial del agua aun existente según la ecuación



y transcurrida la reacción, en caso dado después de calentamiento, se aspira y se seca.

EJEMPLO 1.

A una cantidad determinada de solución de silicato del peso específico 1,101 ($\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 = 1 : 1,35$) se agrega un volumen igual de un ácido sulfúrico diluido del peso específico 1,032. Ambas soluciones deberán tener una temperatura de 80 - 90°. La adición del ácido sulfúrico se efectúa de manera que primeramente se deje

258282



- fluir agitando fuertemente tanto ácido sulfúrico hasta que la solución de silicato empieza a enturbiarse. Se interrumpe entonces el flujo de ácido sulfúrico hasta que el ácido silícico empieza a separarse en forma gelatinosa. Se vierte entonces más ácido sulfúrico hasta obtener un valor pH de aprox. 3. Después de sedimentar la precipitación de hidrogel del ácido silícico se separa la parte de granulación más fina superior de las parte más gruesa, que se encuentra en el fondo.
5. Ambas partes se aspiran por separado y se lavan hasta librar del electrolito. La torta de filtración se suspende en igual volumen de ácido acético glacial o metanol, después de 2 horas se aspira y entonces se seca a 120°C. El ácido silícico secado se puede triturar fácilmente a un polvo. La deshidratación con ácido acético glacial o metanol se puede repetir varias veces antes de secar, con objeto de lograr una mejora de las propiedades del ácido silícico obtenido.
10. En la siguiente tabla se indican los pesos aparentes de los ácidos silícicos obtenidos de esta manera para una deshidratación de una hasta tres veces de las fracciones de precipitación con ácido acético y metanol.
- 15.

20. La capacidad de absorción de agua y aceite seg. Coleman y Gardner se encuentra en todos los ácidos silícicos entre 500 y 650 %. Los diámetros de las partículas determinados electromicroscópicamente ascienden a 5 - 30 m μ .

25.

258282



Pesos aparentes

	<u>Acido acético glacial</u>		<u>Metanol</u>
	Parte basta	Parte fina	fina
1ª. Etapa de deshidratación	85 g/l	50 g/l	65 g/l
2ª. Etapa de deshidratación	75 g/l	40 g/l	50 g/l
3ª. Etapa de deshidratación	70 g/l	40 g/l	45 g/l

EJEMPLO 2.

La fracción fina del hidrogel de ácido silícico gelatinoso acuosa, obtenida según el ejemplo 1, se aspira y se lava para librar del electrolito. Después de retirar en todo lo posible el agua mediante aspiración de la torta de filtración, que contiene aprox. 10 - 15 % de materia sólida, se suspende en tanto anhídrido de ácido acético, de manera que sea suficiente para ligar toda el agua bajo formación de ácido acético. Calentando se inicia la reacción. Después de haberse reaccionado toda el agua se aspira y se seca. El ácido silícico secado se puede triturar fácilmente a un polvo con un peso aparente de 40 g/l.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita

20.

258282



Patente de Invención por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de ácido silícico de grano fino"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1^a.- Procedimiento para la obtención de
5. ácido silícico de grano fino, coloidalmente soluble en un gran número de líquidos orgánicos, de peso aparente muy bajo, caracterizado porque la precipitación de hidrogel de ácido silícico gelatinosa, de granulación fina, obtenida según procedimientos
10. conocidos dejando fluir ácido sulfúrico en solución de silicato a temperatura más elevada, se trata con disolventes orgánicos solubles en agua, por ejemplo ácido acético glacial o metanol, hasta retirar parcial o totalmente al agua, después se aspira, se seca la
15. torta de filtrado y se tritura el ácido silícico.

- 2^a.- Procedimiento para la obtención de ácido silícico de grano fino, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el agua contenida en el hidrogel del ácido silícico
20. gelatinoso, de granulación fina, se reacciona parcial o totalmente con anhídrido de ácido acético, se aspira la mayor parte posible del líquido, se seca la torta de filtrado y el ácido silícico se tritura.

- 3^a.- Procedimiento para la obtención de
25. ácido silícico de grano fino, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque para retirar el agua de los hidrogeles de ácido silícico gelatinosos, de granulación fina, se emplean mezclas de distintos disolventes orgánicos solubles en agua.

258282



4º.- Procedimiento para la obtención de ácido silícico de grano fino; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria que consta de diez hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 6 de Mayo de 1910

VEB FARBFABRIK WOLFEN.

J. GOMEZ ACEBO Y MODEI
A. P.