



260

1960

**260163**

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

por "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR UN SOL SILICEO ESTABLE", a favor de la firma española HOUGHTON HISPANIA, S.A., domiciliada en BARCELONA, Paseo Zona Franca, núms. 61-67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención, realizada con éxito en el extranjero se refiere a procedimiento para producir un sol silíceo estable.

- Más concretamente la invención se refiere a nuevos soles silíceos y a métodos para fabricarlos. Más particularmente el invento se refiere a soles que son estables incluso cuando se concentran a más del 35% de  $\text{SiO}_2$ , a causa del hecho de que contienen partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de 10 a 130 milimicras de diámetro, y por el hecho de que están sustancialmente exentas de sales y contie-
- 5.
- 10.

260163



5. nen suficiente hidróxido alcalinometálico para dar una relación molar sílice:álcali de 130:1 a 500:1. Este invento se dirige además a procedimientos para producir soles en los cuales una cantidad de hidróxido alcalinometálico suficiente para dar la relación sílice:álcali deseada se agrega a un sol que contiene partículas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de 10 a 130 milimicras de diámetro, sol que está sustancialmente exento de electrólitos.

10. En la solicitud nº de Serie 65,536, presentada en 15 de Diciembre de 1948, por Bechtold y Snyder, y admitida como patente nº 2,574.902 en 13 de Noviembre de 1951, se ha demostrado que pueden hacerse soles silíceos que son estables contra la gelación, calentando por encima de 60°C un sol acuoso de partículas de sílice de menos 10 milimicras de diámetro, para  
15. formar una preparación, agregando a dicha preparación un sol de sílice que contiene partículas menores de 10 milimicras de diámetro y prosiguiendo la adición y el calentamiento hasta que se hayan agregado a la preparación cinco veces, por lo menos, tanta sílice como se hallaba originalmente presente. Los soles  
20. así formados se caracterizan por tener una relación sílice:álcali de 62:1 a 130:1 y por ser estables contra la gelación durante períodos extensos. Los soles están restringidos en su utilidad por el hecho de que no son muy compatibles con los líquidos orgánicos solubles en agua tales como los alcoholes y  
25. las cetonas, y por el hecho también de que cuando los soles se congelan, la sílice se precipita en forma que no es fácil de volver a dispersar.

30. En la solicitud nº de Serie 97.090, presentada el 3 de Junio de 1949 por wolter, actualmente abandonada, se demuestra que un sol tal como se ha descrito por Bechtold y Snyder puede

260163

5 AG



- desionizarse sometiendo el sol a contacto sucesivo con un cambiador de cationes y un cambiador de aniones. El sol es relativamente inestable después de purificación completa por este método, particularmente a concentraciones elevadas - o sea a concentraciones superiores al 30% aproximadamente de  $\text{SiO}_2$ .
5. solicitud nº de Serie 138,933, presentada en 15 de Enero de 1950 por Wolter, el sol puede estabilizarse agregando una base de nitrógeno tal como una amina orgánica o un hidróxido amónico cuaternario. Para algunos usos la presencia de pequeñas cantidades de tales bases es ventajosa, como por ejemplo
10. cuando se desea una base volátil; para otros usos del sol, sin embargo, la presencia de una base de nitrógeno puede no ser deseable, y en estas situaciones no se ha conocido hasta ahora ningún método para estabilizar un sol desionizado. Además,
15. cuando se intenta concentrar soles estabilizados con un base de nitrógeno volátil, los soles gelifican con bastante rapidez cuando se elimina la base volátil.

- Un objeto de este invento es proporcionar soles silíceos acuosos que sean compatibles con líquidos orgánicos acuosolubles. Otro objeto es proporcionar soles silíceos acuosos que, después de congelar en presencia de un alcohol u otro líquido orgánico, sean fáciles de volver a dispersar. Otro objeto es proporcionar soles silíceos en los cuales la estabilidad con la gelificación se logra sin necesidad de la presencia de una base de nitrógeno. Otro objeto es proporcionar soles silíceos que estén estabilizados con una base de un metal alcalino, siendo la relación de silíce a metal alcalino en la gama de 132:1 a 500:1, y que contenga más del 30% de  $\text{SiO}_2$ . Otro objeto es proporcionar procedimientos para producir tales soles.
- 20.
- 25.
30. Los objetos anteriores y los que con ellos se relacio-

260163



- nan se llevan a cabo, según el invento que aquí se expone por medio de nuevos moles que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro de 10 a 130 milimicras, estando los soles sustancialmente exentos de sales y conteniendo suficientes hidróxido alcalino-
5. metálico para dar una relación molar silíce:álcali de 130:1 a 500:1, y se llevan a cabo además por procedimientos para producir dichos soles en los que una cantidad de hidróxido alcalinometálico suficiente para dar la relación silíce:álcali
10. deseada se agrega a un sol que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de 10 a 130 milimicras de diámetro, estando el sol sustancialmente exento de electrólitos.

- Las partículas silíceas de un sol de este invento son
15. amorfas y no dan muestra de cristalinidad al determinarlo por los métodos convencionales de difracción con los rayos X. El que las partículas son densas se demuestra midiendo su área superficial en un micrófono electrónico y comparando este valor con el área superficial determinada por adsorción de ni-
20. trógeno, siendo la coincidencia bastante estrecha una indicación de que las partículas están sustancialmente exentas de poros penetrables por el nitrógeno. La naturaleza no aglomerada de las partículas silíceas se demuestra por el hecho de que los soles tienen una viscosidad relativa de 1,15 a 1,55
25. medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y a pH 10; las partículas aglomeradas darían una viscosidad relativa mayor. El caracter esférico de las partículas y su tamaño medio es observable por medio del microscópio electrónico. Un sol diluido, que contenga 0,25%
30. de  $\text{SiO}_2$  en peso, puede, por ejemplo, secarse y prepararse para observación de la manera ordinaria y por medio del micrófo-



no electrónico se observará que las partículas son esféricas y no aglomeradas, teniendo las partículas definitivas individuales un tamaño medio de 10 a 130 milimicras.

5. La naturaleza exenta de sales de los soles está indicada por el hecho de que tienen una conductancia específica inferior a

$$\left(\frac{10,000}{R} + 30\right) \times 10^{-5} \text{ mho/cm.}$$

10. en cuya actuación R es la relación molar de  $\text{SiO}_2$ :óxido de metal alcalino, determinándose la conductancia, a  $28^\circ\text{C}$  y 10% en peso de  $\text{SiO}_2$ , con métodos convencionales. La relación molar de  $\text{SiO}_2$  a óxido de metal alcalino en los soles es de 130:1 a 500:1, según se determina por procedimientos analíticos ordinarios como la titulación con ácido.

15. En los procedimientos de este invento se prepara primeramente un sol silíceo que contiene partículas silíceas densas y no aglomeradas, dotadas de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, según se observa con el microscópico electrónico, teniendo el sol una viscosidad relativa, según medición a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10,0, de 1,15 a 1,55 y una conductancia específica inferior a  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm a  $28^\circ\text{C}$  y 10% de  $\text{SiO}_2$ . A este sol
20. se agrega luego un hidróxido alcalinometálico tal como el hidróxido sódico, el hidróxido potásico o al hidróxido lítico. La cantidad de hidróxido agregada es suficiente para dar una relación molar sílice:óxido alcalino de 130:1 a 500:1 en el sol.

25. Se ha descubierto que los soles silíceos acuosos producidos tal como se acaba de describir son estables contra la gelación. A temperaturas ordinarias de almacenamiento son estables indefinidamente, e incluso a temperaturas de  $95^\circ\text{C}$  son



20

- estables por períodos extensos. Tienen compatibilidad mejorada respecto a los alcoholes tales como el etanol, el isopropanol y el etilenglicol, cetonas tales como la acetona, éteres tales como el butil Carbitol, aminas tales como la etanolamina, y
5. otros líquidos orgánicos. Los soles que contienen una proporción relativamente pequeña de un líquido orgánico tal como un alcohol, son resistentes a la congelación a bajas temperaturas, pero incluso si los soles están congelados, la sílice es fácilmente dispersible en el medio líquido después de la descongelación.
- 10.

- Los soles acuosos pueden concentrarse a un contenido de sílice muy elevado simplemente eliminando el agua por ebullición. Pueden prepararse fácilmente soles estables contra la gelación por períodos de tiempo extensos, con un contenido
15. de sílice en proporción de hasta el 50% en peso o más. Estos soles concentrados tienen una viscosidad sorprendentemente baja y cuando las partículas están en la gama de los tamaños más pequeños, la turbidez puede no ser mayor de una débil opalescencia. En comparación con los soles silíceos que se disponía
20. hasta ahora a concentración elevada, los soles de este invento tienen características mejoradas para la formación de películas.

#### PROPIEDADES DEL SOL TRATADO

- Los soles silíceos acuosos que se someten a tratamiento en conformidad con un procedimiento de este invento tienen
25. ciertas propiedades físicas y químicas bien definidas. Estas propiedades se definen en términos del tamaño, forma y densidad de las partículas silíceas y su carencia de aglomeración, además de la viscosidad relativa y la conductancia específica
30. de los soles, según se describirá ampliamente a continuación.



260000

5. A fin de ser útil para un procedimiento de este invento, un sol debe contener silíce en forma de partículas densas, no aglomeradas y dotadas de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras. En una modalidad preferida de este invento, el tamaño medio de las partículas está en la gama de 13 a 60 milimicras, y en una modalidad específica que da resultados especialmente ventajosos, el tamaño medio de las partículas es de 15 a 30.

10. El tamaño de las partículas silíceas y el hecho de si están o no aglomeradas, o sea si son sustancialmente discretas, puede observar directamente por medio de un microscópio electrónico. Como el límite de resolución del microscópio electrónico se encuentra muy por debajo del límite de 10 milimicras de las partículas, no existe dificultad en cercionarse de si

15. están presentes partículas de la gama deseada. Por otra parte, los soles preparados según muchos métodos convencionales no contienen sustancialmente partículas de la gama de tamaño deseado, sinó agregados de partículas definitivas mucho menores, y tales agregados no deben confundirse con las partículas discretas a que se hace referencia aquí. De ordinario, cuando

20. existe una proporción sustancial de agregados de tales partículas de tamaño inferior, la viscosidad relativa es demasiado alta y la falta de adecuabilidad será entonces indicada por la determinación de la viscosidad relativa a que se hace referencia más adelante.

25.

30. Al determinar el tamaño de las partículas silíceas mediante el microscópio electrónico, se efectúa cierta densificación en la preparación de la muestra. Esto se reduce al mínimo secando la muestra a temperatura ambiente, al vacío. Así la limitación de 10 a 130 milimicras en el tamaño de las partículas a que se hace referencia en la descripción de este inven-



217 5 AGO.

5. to es el tamaño de partículas que se observa en un microscópio electrónico sobre una muestra que contenga originalmente 0,25% de  $\text{SiO}_2$  en agua y se seque a  $25^\circ\text{C}$  en vacío. El método de contar y medir partículas ha sido descrito por Schaeffer y colaboradores en Journ. Phys. and Colloid Chem., 54, páginas 227-239 (Febrero 1950).

10. La uniformidad de tamaño de las partículas silíceas en un sol puede determinarse por medición y contaje directos en un microógrafo electrónico preparado como antes se ha descrito. En un producto de soles particular y preferido de este invento, las partículas silíceas son relativamente uniformes en tamaño, y como la uniformidad de tamaño de las partículas no cambia sustancialmente durante el curso de un procedimiento de este invento, es necesario al hacer este producto partir de un sol de partículas relativamente uniformes. La uniformidad debe ser tal que al menos el 80% de las partículas tengan un diámetro medio de 0,5 a 1,7 veces el diámetro medio aritmético de las partículas, según determinación con micrografos electrónicos. Si, por ejemplo, el diámetro de la partícula media es de 60 milimicras, 80% de la masa de silíce presente se hallará en forma de partículas que tendrán diámetros en la gama de 30 a 102 milimicras.

25. La forma de las partículas silíceas de un sol que ha de tratarse debe ser sustancialmente esférica al observarla con un microógrafo electrónico. Asimismo, si las partículas son sustancialmente esféricas, el sol se conformará con la relación de viscosidad de Einstein para las partículas esféroides. La presencia de una prolongación indebida de formas en varillas u otras formas no esféroides de partículas, hará que la viscosidad relativa sea mayor que el máximo permisible.

30.



280133

5. La densidad de las partículas silíceas presentes puede determinarse comparando su área superficial, calculada a base de micrografos electrónicos, con las áreas superficiales determinadas por adsorción de nitrógeno. En un micrografo electrónico adecuadamente preparado es posible medir los diámetros de las partículas y a base de esta medición puede calcularse el área superficial específica, o sea el área superficial por gramo de sílice, asumiendo que las partículas son sustancialmente esféricas y que las esferas tienen una superficie interna lisa. Independiente, puede determinarse el área superficial específica por la adsorción de nitrógeno. Tal método se describe en "un nuevo método para medir las áreas superficiales de materias finamente divididos y para determinar el tamaño de las partículas" por P.H. Emmett en "Compendio de Nuevos Métodos para la determinación del tamaño de las partículas en la gama subtamizal", en la Asamblea de Primavera en Washington de la A.S.T.M. en 4 de Marzo de 1941.

10. Cuando se evapora un sol hasta sequedad para determinar en las partículas contenidas en él la adsorción de nitrógeno, es importante el pH, porque si el sol se evapora en la gama del pH básico, la adsorción aparente de nitrógeno será notablemente inferior que en las partículas de un sol evaporado en la gama del pH ácido de, por ejemplo, 3 a 5. En consecuencia, al preparar la sílice para determinaciones del área superficial, debe ajustarse primeramente el sol a un pH de 3,5 aproximadamente y debe dejarse evaporar el agua a una temperatura de 100°C o menos.

15. Si el área superficial específica determinada por adsorción de nitrógeno no es mayor sustancialmente, por ejemplo no es mayor del 25%, que el área superficial específica calculada a base de micrografos electrónicos, las partículas son densas



200133

- y el sol es adecuado para usar en un procedimiento de este invento. Si las partículas silíceas son porosas, serán penetradas por el nitrógeno y la adsorción de nitrógeno será relativamente elevada y, en consecuencia, el área superficial específica por adsorción de nitrógeno será también elevada de lo que cabría esperar a base de la observación directa de las partículas por medio del microscópio electrónico. Por otra parte, si el área superficial específica por adsorción de nitrógeno no es sustancialmente mayor que la calculada a base de micrografos electrónicos, las partículas son lo que aparentan ser en los micrografos, es decir, esferas sustancialmente lisas, no aglomeradas y no porosas. En muchas de las determinaciones sobre soles de este invento, la superficie específica para adsorción de nitrógeno es un 25% mayor que la superficie específica por cálculo a base de micrografos electrónicos, en que la definición de los micrografos es nítido y las partículas no están manifiestamente juntas.

- La viscosidad relativa se refiere a la relación de la viscosidad de una solución respecto a la viscosidad del disolvente. En el caso presente la solución es el sol silíceo y el disolvente es el agua que puede contener optativamente como líquido orgánico. La viscosidad se mide a 25°C en un sol que tenga un pH de 10 y contenga 10% de SiO<sub>2</sub> en peso. Un sol que esté libre de electrólitos debe ajustarse a pH 10 por medio de la adición de hidróxido sódico a fin de efectuar esta medición. Un sol que contenga menos del 10% de SiO<sub>2</sub> puede concentrarse hasta el 10% por evaporación en vacío del agua a temperatura ambiente y un sol más concentrado puede volverse a diluir al 10% con agua para los efectos de medición.

- Las mediciones de la viscosidad empleadas al determinar



260183

- la viscosidad relativa pueden efectuarse según los métodos convencionales, con tal de que sean aptos de dar precisión adecuada. Las mediciones hechas con una pipeta capilar, por ejemplo, en condiciones de temperatura apropiadamente controladas, son adecuadas para este fin.
- 5.
- La viscosidad relativa de un sol tratado conforme a un procedimiento de este invento, debe ser de 1,15 a 1,55 medida a 10% de  $\text{SiO}_2$ . Los soles que tienen viscosidad contiene la sílice en forma de polímeros de peso molecular bajo que son susceptible de ulterior polimerización durante el curso del proceso o más tarde, con gelación consecutiva. Los soles que tienen una viscosidad relativa mayor de 1,55, por otra parte, contienen partículas de gel silíceo o partículas no esferoidales que dificultan la concentración de los soles a contenidos elevados de sílice.
- 10.
- 15.
- Cuando el producto de soles que ha de producirse por un procedimiento de este invento ha de contener más del 40% aproximadamente de  $\text{SiO}_2$  en peso y tener una estabilidad máxima contra gelación, se prefiera que la viscosidad relativa del sol al que se agrega álcali se halle en la gama de 1,15 a 1,30 medida a 10% de  $\text{SiO}_2$ , porque en estas circunstancias es particularmente deseable evitar la presencia de partículas geloides o no esferoidales.
- 20.
- El contenido iónico de un sol que ha de tratarse conforme a este invento, debe ser completamente bajo. Idealmente, el contenido iónico debería de ser de vestigios solamente de cationes o de aniones, pero en la práctica pueden tolerarse cantidades algo mayores, según se describe más abajo.
- 25.
- La conductancia específica de un sol silíceo que ha de tratarse de acuerdo con este invento puede determinarse
- 30.



260163

5 A 5

de acuerdo con prácticas convencionales, tales como la descrita por Glasstone, en "Manuel de Química Física), página 874 y siguientes. La conductancia específica se mide a 28°C en un sol que contenga 10% en peso de silíce expresada como SiO<sub>2</sub>.

5. Los soles más concentrados pueden diluirse con agua destilada para su medición. La conductividad específica de un sol adecuado no debe exceder aproximadamente de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm.

10. Cuando se desea que el producto final de soles que ha de elaborarse conforme a este invento contenga más del 40% aproximadamente de SiO<sub>2</sub> en peso y tenga no obstante la máxima estabilidad, se prefiere que el sol que se agrega álcali tenga una conductividad específica considerablemente menor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, medida a 10% de SiO<sub>2</sub>, y que no exceda de  $1 \times 10^{-4}$  mho/cm aproximadamente. Si se desea concentrar el producto final a más de un 45% de SiO<sub>2</sub>, la conductancia específica no debe exceder de  $6 \times 10^{-5}$  mho/cm aproximadamente.

15. Habiendo así establecido los criterios por los cuales puede juzgarse un sol adecuado, a continuación se describirán los métodos por los cuales pueden prepararse soles silíceos para tratamiento conforme a un procedimiento del invento que aquí se expone.

#### PREPARACION DEL SOL QUE HA DE TRATARSE

20. Por diversos procedimientos conocidos con anterioridad pueden prepararse soles de silíce de bajo peso molecular, y esos soles pueden convertirse luego en soles que contengan las deseadas partículas densas, no aglomeradas y de 10 a 150 micras de diámetro por medio de la estructuración de las partículas partiendo de núcleos adecuados. El sol de bajo peso molecular puede hacerse, por ejemplo, neutralizando silicato só-

25.

260163



- dico con ácido sulfúrico y eliminando por diálisis la sal formada. Otros métodos incluyen el hidrolizar ésteres de silicato, haluros de silicona o sulfuro de silicona, el someter una solución de silicato sódico a electroósmosis o el electrolizar una solución de silicato sódico con un ánodo de plomo y un cátodo de mercurio. Un método particularmente preferido para hacer un sol de bajo peso molecular es el de la patente Bird 2,244,325.
- 5.
- Según la patente Bird, una solución de silicato alcalinometálico tal como el silicato sódico se pasa por un material cambiador de iones que elimina la mayoría de los iones metálicos y da un sol silíceo dotado de una elevada relación de sílice a sodio. En otra alternativa, pueden eliminarse todos los iones metálicos, en cuyo caso puede ajustarse luego el sol a la relación deseada por medio de la adición de la cantidad necesaria de solución de silicato sódico o hidróxido sódico, teniendo cuidado de no permitir que el sol permanezca mucho tiempo en la gama del pH de 5 a 7, pues en esta gama es relativamente inestable. Se observará que el efluente del cambiador de iones es un sol en el que la sílice es de peso molecular bajo.
- 10.
- 15.
- 20.
- La sílice de peso molecular bajo en cualquiera de estos soles que acaban de describirse puede condensarse a forma de partículas densas y discretas, mayores de 10 milimicras de diámetro, por técnicas recientemente descubiertas, tales como las que se describen en la solicitud nº de Serie 65,536, presentada el 15 de Diciembre de 1948 por Bechtold y Snyder. Los soles silíceos de partículas densas que se prefieren para usar conforme el invento que aquí se expone pueden hacerse según procedimientos tales como el calentar un sol silíce, prepara-
- 25.
- 30.



5 AGO 1955

25

- do por cambio de iones de la manera descrita en la patente Bird 2,244,325 y estabilizado por una pequeña cantidad de álcali, a una temperatura superior a 60°C y agregar ulteriores cantidades del mismo tipo de sol hasta que se haya agregado
5. por los menos cinco veces tanta sílice como se hallaba primeramente presente. El producto así producido es estable contra la gelificación al pH de los procedimientos aquí descritos y contiene partículas silíceas no aglomeradas con un peso molecular, determinado por dispersión luminosa, de más de medio millón.
10. Los tamaños de las partículas superan las 10 milimicras aproximadamente y alcanzan hasta las 130 milimicras aproximadamente. Las partículas en un sol particular son sorprendentemente uniformes en tamaño, pero ese tamaño puede variar-se según las condiciones de proceso en que se forman. Los soles tienen una viscosidad relativa, medida a 10% de SiO<sub>2</sub> y pH 10, de 1,15 a 1,55.

- El contenido de iones en un sol preparado a base de materiales comerciales por un procedimiento tal como el que acaba de describirse, es suficiente para hacer la conductancia específica del sol mayor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm a 28°C y 10% de SiO<sub>2</sub>, y por consiguiente el contenido de iones necesita ajustarse antes de tratar el sol según un procedimiento del invento que aquí se expone. Los soles tienen una relación molar sílice:óxido alcalino de 60:1 a 130:1. Es necesario
20. disminuir el contenido de cationes y, aunque esto pueda efectuarse de diversas maneras, tales como la diálisis en el sol estructurado, se prefiere en especial disminuir el contenido de cationes pasando el sol por una resina cambiadora de cationes en la forma hidrógena. Puede emplearse para este fin cualquier cambiador insoluble de cationes, y son típicos las resi-
- 25.
- 30.



260113

- nas de cambiadores carbonáceos sulfonados, las resinas sulfonadas o sulfitadas insolubles de fenolformaldehído, el material húmico tratado por ácido u otros cambiadores similares. pueden emplearse también carbón sulfonado, lignina, turba u
5. otro material orgánico húmico sulfonado insoluble. Aún más preferible son las resinas insolubles hechas a base de fenoles, tales como las hechas del propio fenol, de defenilolsulfina, de catecol o de fenoles que se presentan en la naturaleza, como se hallan por ejemplo, en el quebracho, y de un aldehído,
10. particularmente formaldehído, que están modificadas por la introducción de grupos sulfónicos ya sea en el anillo o en los grupos metileno. Cambiadores de cationes que son estables en formas hidrógena se hallan en el comercio con los nombre comerciales de "Amberlite", "Ionex", "Zeokarb", "Nalcite", "Ionac"
15. etc.

El cambiador debe hallarse inicialmente en forma ácida. Se comprenderá que para regenerar a la forma ácida un cambiador agotado serán suficientes con frecuencia ácidos incluso moderadamente débiles, sobre todo si la acidez de deriva de ácidos carboxílicos o incluso grupos fenólicos.

20.

El cambiador se prepara generalmente en forma granular, que se exime fácilmente de ácidos o sales solubles por lixiviación. Si el cambiador está agotado por el uso, se le convierte fácilmente a la forma ácida mediante lavado con una solución de un ácido tal como el clorhídrico, el sulfúrico, el fórmico, el carboxílico o similares.

25.

Una de las resinas cambiadoras de cationes que se prefieren para usar en conformidad con este invento, es un polímero hidrocarburo aromático que contiene grupos nucleares de ácido sulfónico y que se designa como "Dowex 50"; es del tipo

30.



general descrito en la patente D'Alelio 2,366,007 y que se describe completamente, en cuanto a sus características, propiedades y modo general de empleo en la revista de la Sociedad Norteamericana de Química, número de Noviembre de 1947, volumen 69, núm. 11, a partir de la página 2830.

5.

Para comodidad de referencia, los soles silíceos apropiados de los cuales se han eximido casi completamente los cationes mediante cambio de iones tal como acaba de describirse, pueden designarse como "soles desionizados de simi-ciclov.

10.

Los soles preparados en conformidad con lo revelado por la solicitud de Bechtold y Snyder antes mencionada pueden contener cantidades variables de aniones tales como sulfato, cloruro, carbonato o similares. Controlando cuidadosamente los procesos para evitar la contaminación por aniones, pueden mantenerse la concentración aniónica, y en consecuencia de conductancia específica, lo suficientemente baja para que el sol pueda tratarse conforme a un procedimiento del invento que aquí se expone sin ulterior ajuste del contenido aniónico.

15.

El empleo de agua desionada para componer todas las soluciones y el evitar cuidadosamente la contaminación con ácido del sol procedente de la regeneración de la resina cambiadora de cationes son expedientes que pueden seguirse para mantener bajo el contenido aniónico. Sin embargo, en algunas circunstancias estas precauciones no resultan practicables y por lo tanto se prefiere reducir el contenido aniónico, si es necesario, pasando el sol por un cambiador de aniones en forma básica.

20.

25.

Los cambiadores de aniones son generalmente bien conocidos y la composición de los cambiadores de aniones y su modalidad de empleo están perfectamente descritas en la literatura.

30.



260133

1951

- tura. Se mencionan por ejemplo materiales adecuados en las patentes norteamericanas 2,438,230 y 2,422,054. Una descripción tanto de los cambiadores de cationes como de los cambiadores de aniones se hallará en el número de Mayo de 1945 de
5. "Chemical Industries", en un artículo titulado "Cambio de iones", por Sidney Sussman y Albert D. Mindler, en las páginas 789 y siguientes.
- Aunque cualquiera de los cambiadores de aniones descritos se hallará satisfactorio, las resinas insolubles obtenidas por reacción de formaldehído con una amina aromática son particularmente útiles. Tales productos se describen, por ejemplo, en la patente norteamericana 2,151,833, de Adams y Holmes. Se hace referencia, por ejemplo, al tipo metafenilendiaminoformaldehído de cambiador de aniones en la patente Ryznar
10. 2,438,230, mencionada antes. Puede emplearse también un cambiador del tipo de la guanidina.
- Como el caso de los cambiadores de cationes, la técnica de empleo es generalmente bien sabida y los cambiadores de aniones pueden emplearse de la manera acostumbrada en la especialidad. Debe entenderse asimismo que de ordinario se usará un exceso considerable de cambiador de aniones y que el contenido de sulfato y cloruro se disminuirá hasta un valor extraordinariamente bajo.
- 20.
- Por el tratamiento con el cambiador de aniones, el contenido de aniones distintos a OH descenderá hasta una cifra extremadamente baja y no totalizará más de unas dos centésimas a tres centésimas por ciento.
- 25.
- Un sol silíceo que ha sido sometido tanto al cambio de cationes como el cambio de aniones como se describe en lo que precede, puede designarse como un "sol desionizado de ciclo completo". La preparación de tales soles es objeto de la
- 30.



280163

solicitud nº de Serie 97,090, presentada el 3 de Junio de 1949 por F.J. Wolter y actualmente abandonada.

5. El sol que se somete a desionización como antes se ha descrito puede estar relativamente diluido, hasta el punto de contener solo unos pocos porcentajes de  $\text{SiO}_2$ , pero se prefiere en particular conducir el proceso de cambio de iones sobre soles relativamente concentrados, o sea con más de un 20% de  $\text{SiO}_2$ . Un sol del que se hayan eliminado sustancialmente los cationes a gran concentración de silíce, tiene alguna tendencia hacia la gelificación y el tratamiento de tal sol según
10. un procedimiento de este invento, se efectúa de preferencia tan pronto como es factible después de realizada la desionización.

EL TRATAMIENTO CON HIDROXIDO ALCALINOMETALICO

15. Por un método expuesto en lo que antecede puede prepararse un sol silíceo que contenga partículas amorfas de sílice que sean densas, no aglomeradas, esféricas y de 10 a 130 milimicras de diámetro, hallándose dicho sol sustancialmente exento de electrólisis. El tratamiento de tal sol con un hidróxido alcalinometálico conforme a un procedimiento de este
20. invento será objeto de la invención que sigue.

- El hidróxido alcalinometálico empleado puede ser el hidróxido del litio, del sodio, del potasio, del rubidio, o el cesio. Los hidróxido de litio, sodio y potasio son particularmente eficaces y cuando se desea que el sol tenga compatibilidad máxima con sustancias orgánicas tales como los alcoholes, se prefiere en particular agregar hidróxido de litio.
25. Se observará que el método de este invento proporciona un procedimiento en virtud del cual un catión alcalinometálico puede ser sustituido por otro en un sol silíceo. Así, por los métodos
- 30.



260163

de Bechtold y Snyder descritos antes puede hacerse un sol silíceo que esté asociado con sodio en cantidades tales que la relación  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  sea de 60:1 a 130:1, y el método aquí expuesto proporciona un medio para sustituir el sodio por cationes más deseados, tales como el litio, en relaciones de 130:1 a 500:1.

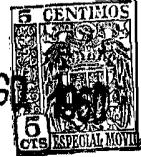
5. El hidróxido alcalinometálico puede añadirse como sólido o como solución; este último modo de adición es el preferido. También se prefiere, aunque no es absolutamente necesario, que la solución de hidróxido se añada al sol silíceo o que la solución de hidróxido y el sol silíceo se añadan simultáneamente a una preparación de líquido adecuado, mejor que añadir el sol a la solución de hidróxido. Asimismo es preferible que se disponga agitación para efectuar la pronta mezcla de hidróxido y el sol.

10. Se comprenderá que la adición de un óxido alcalinometálico o un silicato alcalinometálico soluble equivale a añadir un hidróxido alcalinometálico, porque tan pronto como el óxido o el silicato establecen contacto con el sol silíceo acuoso, se forma el hidróxido. Además, una práctica equivalente es el agregar, a un sol completamente desionizado, un sol que primeramente se ha desionizado por completo y luego ajustado a una relación baja de sílice:álcali mediante la adición de una cantidad relativamente grande de hidróxido alcalinometálico.

15. La cantidad de hidróxido alcalinometálico o su equivalente añadida a un sol silíceo por un procedimiento de este invento, puede ser suficiente para ajustar la relación sílice:álcali del sol a 130:1 - 500:1. La relación de referencia es la relación molar de la sílice, calculada como  $\text{SiO}_2$ , a hidróxi-

30.

260163<sup>5</sup> AG

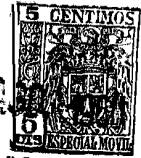


- do alcalinométrico, calculado a base de la equivalencia estequiométrica con el óxido sódico. Después que se ha ajustado la relación del sol con un hidróxido alcalinométrico tal como acaba de describirse, puede someterse el sol, con ventaja, a ulterior proceso. Por ejemplo, puede concentrarse el sol por evaporación del agua. Esta evaporación puede llevarse a cabo a presión ordinario o bajo presión reducida; la elección está dictada por el punto de vista económico. Una característica exclusiva de este invento es que los soles pueden concentrarse hasta concentraciones silíceas muy elevadas, llevando el contenido de sílice hasta el 50% de  $\text{SiO}_2$  o más sin gelificación. Para productos de grandísimo contenido silíceo, es preferible emplear un sol que contenga un mínimo de aniones y posea una relación sílice:álcali de 150 a 300, y más particularmente alrededor de 200.
5.  
10.  
15.

- Otra característica exclusiva de este invento es que los soles tratados son compatibles en grados considerables con líquidos orgánicos acuosolubles. El líquido orgánico puede añadirse directamente al sol, tratado ya sea en concentración silícea baja o alta. También se prefiere, cuando han de agregarse líquidos orgánicos, que el contenido del sol en sal soluble sea un mínimo, aunque se observa una compatibilidad orgánica sustancial incluso con soles que contienen la cantidad máxima de sales solubles permisible en un sol de este invento.
20.  
25.

- El líquido orgánico acuosoluble que puede añadirse para hacer un sol de este invento puede ser un alcohol tal como el etanol, el isopropanol o el etilenglicol, una cetona tal como la acetona o la metiletilcetona, un éter tal como el butil Carbitol, una amina tal como la etanolamina o la tri-
- 30.

26 0 1 3 1 15 A



metilamina, o bien otro líquido orgánico. La adición de estos líquidos orgánicos imparte a los soles resistencia a la congelación y hace que la sílice sea dispersable incluso después de congelarse.

5. LOS NUEVOS PRODUCTOS DE SOL SILICEO

Los soles silíceos producidos en conformidad con los procedimientos antes descritos son de caracter novedoso. Son soles silíceos acuosos que tienen una relación sílice:álcali de 130:1 a 500:1, una viscosidad relativa de 1,15 a 1,55, medida a 10% de SiO<sub>2</sub> y a pH 10, y una conductancia específica inferior a

$$\left(\frac{10,000}{R} + 30\right) \times 10^{-5} \text{ mho/cm.}$$

en cuya expresión R es la relación molar de sílice:óxido alcalinometálico, y que contienen sílice amorfa en forma de partículas densas, no aglomeradas y esféricas, con un diámetro medio de partículas entre 10 y 130 milimicras.

Los soles pueden tener un contenido de sílice desde una cantidad útil hasta incluso el 50% o más, siendo los soles estables incluso a concentraciones desde 35 hasta más de 50% de SiO<sub>2</sub>. Cuando el contenido de sílice es mayor del 50% el sol se vuelve completamente viscoso y no fluye con facilidad. Los soles más concentrados representan una modalidad preferida de este invento. Los soles que contienen más del 35% en peso de sílice tienen ventajas comerciales sustanciales sobre los soles más diluidos, y estas ventajas se vuelven sucesivamente más pronunciadas a concentraciones silíceas mayores del 40 y el 45%. Sin embargo, para la máxima estabilidad de soles contra la gelificación a concentraciones de



20 - 33

40% de  $\text{SiO}_2$  y más, se prefiere que el límite superior de viscosidad relativa no sea mayor de 1,30 y que la conductancia específica no sea mayor de

$$\left( \frac{10,000}{R} + 6 \right) \times 10^{-5} \text{ mho/cm.}$$

en cuya expresión R es la relación molar  $\text{SiO}_2$ :óxido alcalino.

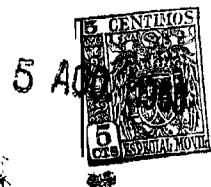
5. Los soles pueden contener un líquido orgánico acuoso-luble como se ha descrito antes. La proporción de líquido orgánico puede ser ventajosamente de 1 a 50% en peso, a base de la sílice, prefiriéndose del 5 al 20%.

10. Los soles son útiles para todas las finalidades en que se desea una sílice íntimamente dispersa en una fase líquida continua. Son eficaces para tratar textiles y fibras textiles tales como el algodón, el rayón y la lana. Pueden emplearse para tratar papel con fines tales como aumentar la rigidez o aumentar el contraste de los papeles para copia fotográfica.
15. Pueden emplearse ventajosamente para dar cuerpo curtido tal como el cuerpo curtido al cromo.

20. A causa de su excelente compatibilidad orgánica, los soles son especialmente útiles para añadir a las pinturas con objeto de aumentar la resistencia al restriegue y para agregar a las ceras, especialmente a emulsiones de cera autopulidoras, para aumentar la resistencia al resbalamiento de la capa producida con ellas. En comparación con los soles silíceos que contienen mayores cantidades de electrólito, tienen características mejoradas para la formación de películas y de ahí que sean particularmente aptos para empleos en que se desea aptitud para la formación de película.
- 25.

#### EJEMPLOS

Este invento se comprenderá mejor haciendo referencia



260183

a los ejemplos ilustrados que siguen?

E J E M P L O 1.

El sol utilizado en este ejemplo se preparó a base de sol sílice del corriente en el comercio, que contenía cantidades relativamente grandes de electrólitos, según indicaron tanto el análisis químico como la medición de la conductividad. Este material gelificó al agregársele alcohol etílico o isopropílico y después de congelación solidificó convirtiéndose en un material que no pudo volver a ser dispersado al calentarlo. Para preparar los nuevos soles de este invento, se trató el sol impuro, primeramente en la forma hidrógena de un cambiador de cationes, Nalcite HCR, y luego en la forma básica de un cambiador de aniones, Ambertile IR4B. Esta última resina eliminó los ácidos fuertes tales como el sulfúrico y el clorhídrico, pero no retuvo los ácidos débiles tales como el silícico. El sol resultante era en esencia sílice pura, según demostraron los análisis químicos típicos de la Tabla I para un sol que había purificado de esta manera.

TABLA I

20. Análisis de sol purificado

SiO <sub>2</sub> .....	28,73%
Na .....	0,03%
SO <sub>4</sub> .....	0,005%
Cl.....	No detectable
25. Ceniza sulfatada no silíceas .....	0,12%

Este sol purificado se caracterizó más completamente por medio de las características siguientes:



260483

TABLA II

Propiedades del sol purificado

pH.....	3,7
Conductancia específica (medida a 10% de SiO <sub>2</sub> ).....	6 x 10 <sup>-5</sup> mho/cm
Viscosidad relativa (SiO <sub>2</sub> = 10%; T = 25°C; pH = 10).....	1,20
Densidad (T = 25°C).....	1,185 g/cc
Turbidez (1).....	67%
Dn (2).....	16 milimicras
Sn (3).....	181 m <sup>2</sup> /g.

COMPATIBILIDAD: Excelente con acetonas, etanol, morfolina, piridina y dioxano.

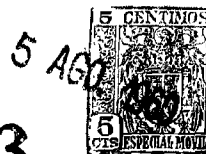
5. (1) La turbidez se define como el porcentaje de transmisión medido en un espectrofotómetro Beckmann modelo DU, ajustado a 400 milimicras, utilizando un paso de absorción de 1,00 cm.

(2) Dn se define como el diámetro medio de partículas en milimicras, basado en la medición al azar de más de 300 partículas de una micrografía electrónica de las partículas del sol.

10. (3) Sn Es el área superficial efectiva por gramo, medida por adsorción de nitrógeno, del polvo seco obtenido dejando que una porción del sol se evapore lentamente a temperatura ambiente.

15. Este sol purificado resultó inestable tanto con el calentamiento como con la congelación, pero se modificó según procedimientos de este invento para dar productos estables y útiles, de la manera siguiente:

Se mezcló el sol purificado (1200 partes) con 58 partes de hidróxido lítico 1n para obtener un sol con una rela-



260163

- ción molar  $\text{SiO}_2:\text{Li}_2\text{O}$  de 200:1 y el material resultante se concentró hasta que el contenido de sílice alcanzó el 40%. Luego se agregó alcohol isopropílico (24 partes), y se caracterizó el sol silíceo mejorado, Este presentó excelente compatibilidad con la acetona, el alcohol, la piridina y la morfolina y pudo mezclarse como muchos polímeros orgánicos acuosolubles tales como el alcohol polivinílico, la gelatina y ciertos derivados celulósicos, para formar materiales únicos. El sol resultó resistente frente a la congelación y no se esperó ni gelificado por almacenamiento prolongado a temperaturas elevadas.
5. La conductancia específica de este material fué de  $4,2 \times 10^{-4}$  mho/cm, medida a  $28^\circ\text{C}$  y 10% de  $\text{SiO}_2$ .
- 10.

E J E M P L O 2.

- El sol purificado (890 partes), preparado como se ha descrito en el ejemplo 1, se mezcló con hidróxido/sódico (17 partes de solución acuosa 1 normal) para formar un sol con una relación molar  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  de 500. El sol resultante tuvo un pH de 8,2 y pudo concentrarse hasta un contenido de sílice del 44% por simple eliminación de la cantidad de agua necesaria mediante ebullición con agitación rápida. El sol resultante con un gran contenido de sílice, resultó bastante viscoso a la temperatura ordinaria, pero se volvió muy flúido cuando se calentó a unos  $80^\circ\text{C}$ . El sol concentrado resultó estable frente a la gelación al cabo de un mes de calentamiento a  $95^\circ\text{C}$  y se viscosidad no cambió durante varios meses de almacenamiento a temperaturas ordinarias. La conductancia específica de este sol, medida a  $28^\circ\text{C}$  y un contenido silíceo de 10% fue de  $2,5 \times 10^{-4}$  mho/cm.
- 15.
- 20.
- 25.

- Este sol silíceo altamente concentrado resultó compatible con muchos disolventes orgánicos miscibles en agua, ta-
- 30.

260163



les como la acetona, el alcohol, el etilenglicol y el dioxano y pudo volverse resistente frente a la congelación mediante la adición de 21 partes de alcohol etílico.

E J E M P L O 3.

5. Otra porción (890 partes) de un sol purificado, preparado como en el ejemplo 1 y caracterizado como en la Tabla I y Tabla II de dicho ejemplo, se modificó con bastante hidróxido sódico (solución acuosa 1 normal) para cambiar el pH del sol a un valor de 9,5. Esto correspondió a una relación molar
10.  $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$  de 150. El sol estabilizado se concentró luego eliminando por ebullición el agua bajo agitación rápida, hasta que el contenido de sílice alcanzó un valor de 46%. El sol resultante resultó relativamente límpido, con tan solo un aspecto ligeramente opalescente, y fue estable frente a la gelación al cabo de un mes de almacenamiento a 95°C. La conductancia específica de este sol, medida a 28°C y un contenido de sílice del 10%, fue de  $4,8 \times 10^{-4}$  mho/cm. Cuando el sol concentrado se diluyó a un contenido de sílice del 10%, su viscosidad relativa, medida tal como se ha indicado, fue de 1,20.
- 15.
20. Las proporciones de este sol resultaron en esencia las mismas que las de los soles previamente descritos en los Ejemplos 1 y 2.
25. La invención, dentro de su esencialidad, puede ser llevada a la práctica en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, en la descripción, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, construirse en cualquier forma y tamaño con los materiales más adecuados por quedar todo ello comprendido en el espíritu de las reivindicaciones.



26 01 63

N O T A

Descrito el objeto de la invención, lo que se declara como no divulgado ni practicado en España, comprende las siguientes reivindicaciones:

1. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, caracterizado por el hecho de comprender el paso que consiste en agregar un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, teniendo el sol una concentración hasta el 50% en peso de  $\text{SiO}_2$ , una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55, y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , de menos de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido agregada lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalino metálico a 130:1-500:1.
5. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, caracterizado por un caso que comprende el agregar hidróxido lítico a un sol silíceo que contienen partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, teniendo el sol una concentración hasta el 50% en peso de  $\text{SiO}_2$ , una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55 y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , de menos de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad agregada de hidróxido lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido lítico a 130:1 - 500:1.



287163

3. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el que entra en consideración un paso que comprende el agregar hidróxido sódico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, teniendo el sol una concentración hasta el 50% en peso de  $\text{SiO}_2$ , una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55, y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , de menos de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad agregada de hidróxido lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido sódico a 130:1 - 500:1.
5. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el que se realiza el paso que comprende el añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, poseyendo el sol una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55, y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , menor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido agregada lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalino metálico a 130:1 - 500:1 y concentrándose el sol hasta un contenido de sílice de 35 a 50% en peso.
4. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, que comprende los pasos consistentes en agregar un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, poseyendo el sol una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,30 y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , menor de  $1 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido



26 01 03 5 AGO 1963


añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice: óxido alcalinometálico a 130:1 - 500:1 y concentrándose el sol a un contenido de sílice de 40 a 50% en peso.

5. 6. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, que comprende los pasos que consisten en añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 13 a 60 milimicras, teniendo el sol una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,30 y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , menor de  $1 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice: óxido alcalinometálico a 130:1 - 500:1 y concentrándose el sol a un contenido silíceo de 40 a 50% en peso.
10. 7. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el cual se consideran los pasos que comprenden el añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, teniendo el sol una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,30 y una conductancia específica, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , menor de  $6 \times 10^{-5}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalinometálico a 130:1 - 500:1 y concentrándose el sol a un contenido de sílice de 45 a 50% en peso.
15. 8. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el que se consideran los pasos que comprenden al añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y tiene un diámetro medio de 15 a 30 milimicras a
- 20.
- 25.
- 30.



260103

- poseyendo el sol una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,30 y una conductancia específica medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , menor de  $6 \times 10^{-5}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalimometálica a 130:1 - 500:1 y concentrándose el sol a un contenido silíceo de 45 a 50% en peso.
- 5.
9. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, que comprende el paso consistente en añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras y una uniformidad de tamaño tal que el 80% por lo menos de las partículas poseen un diámetro medio de 0,5 a 1,7 veces el diámetro aritmético medio particular, teniendo el sol una concentración de hasta el 50% en peso de  $\text{SiO}_2$ , una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55 y una conductancia específica medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$  menor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido añadida la suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalino metálico a 130:1 = 500:1.
- 10.
- 15.
- 20.
10. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el que se consideran los pasos que comprenden el tratar con un cambiador de cationes y un cambiador de aniones un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, poseyendo el sol una concentración de hasta el 50% en peso de  $\text{SiO}_2$ , una viscosidad relativa, medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y pH 10, de 1,15 a 1,55 y una conductancia específica medida a 10% de  $\text{SiO}_2$  y  $28^\circ\text{C}$ , de más de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, continuándose el tratamiento cambiador de iones hasta que la conduc-
- 25.
- 30.

260163 <sup>15</sup> AG 

tancia específica es menor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, medida a 10% de SiO<sub>2</sub> y 28°C, y añadiendose luego un hidróxido alcalinometálico al sol, siendo la cantidad de hidróxido añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice:óxido alcalinometálico a 130:1 - 500:1.

5.

11. Procedimiento para producir un sol silíceo estable, en el que se considera los pasos que comprenden el añadir un hidróxido alcalinometálico a un sol silíceo que contiene partículas silíceas amorfas que son densas, no aglomeradas, esféricas, y de un diámetro medio de 10 a 130 milimicras, poseyendo el sol una concentración de hasta el 50% en peso de SiO<sub>2</sub>, una viscosidad relativa, medida a 10% de SiO<sub>2</sub> y PH 10, de 1,15 a 1,55 y una conductancia específica, medida a 10% de SiO<sub>2</sub> y 28°C, menor de  $4 \times 10^{-4}$  mho/cm, siendo la cantidad de hidróxido añadida lo suficiente para ajustar la relación molar sílice+óxido alcalinometálico a 130:1 - 5 00:1 y agregando se el sol resultante un líquido orgánico acuosoluble.

10.

15.

12. Procedimiento para producir un sol silíceo estable.

20.

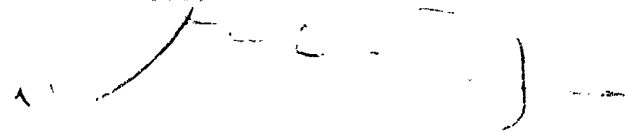
Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de treinta hojas, foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 5 de Agosto de 1.960

HOUGHTON HISPANIA, S.A.

p. a.

**JAIME ISERN MIRALLES**  
**F. P.**



tr:sb  
R/.mp.