



15

263758

263758

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "UNOS PERFECCIONAMIENTOS EN LOS PROCEDIMIENTOS DE OBTENCION DE HIDROSOLES DE SILICE" a favor de D. Manuel González Vaquero, de nacionalidad española, domiciliado en Barcelona, Muntaner, 328, 3ª, 2ª.

=====

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta Patente de invención se refiere a unos perfeccionamientos en los procedimientos de obtención de hidrosoles de sílice perfectamente estables a alta concentración.

Dichos hidrosoles estables pueden convertirse en otros tipos de soles como los organosoles y los organo-hidrosoles.

Los hidrosoles de sílice o de ácido silícico son soluciones coloidales de sílice en agua, las que en general contienen pequeñas cantidades de sustancias capaces de estabilizar las partículas de Si O2 o ácido silícico, más o

263758



menos hidratado, en forma de micelas que impiden el que éstas puedan polimerizar o engrosar. En la mayor parte de los casos estas sustancias son hidróxidos alcalinos como el Na OH. El diámetro de las micelas está comprendido entre 1 y 150 milimicras.

5.

Existen dos métodos de preparación de hidrosoles, el primero consiste en una dispersión técnica, es decir: en una rotura de un hidrogel, previamente obtenido y consistente en una red polimérica tridimensional de sílice, en micelas de un diámetro inferior a las 150 milimicras.

10.

Para conseguir dicha dispersión se procede esencialmente suministrando energía al sistema, calor por ejemplo, en presencia de una base.

15.

Al hidrogel (obtenido precipitando el silicato sódico o potásico mediante ácido mineral, por ejemplo ácido sulfúrico) después de lavado para eliminar los electrolitos o sales formadas, se le añade amoniaco u otra base alcalina en cantidad cuya relación de Si O₂: Na₂O esté entre 200 : 1 y 10:1, dejando en maceración durante varias horas y eliminando después el exceso de líquido antes de someterlo en autoclave a unos 200 ° o más, durante unas 3 horas, al cabo de las cuales, la solución coloidal se filtra, teniendo la misma cantidad de Si O₂ disuelto que antes se ha puesto al estado de gel.

20.

25.

En este procedimiento el Na₂O del silicato sódico, 3,3 Si O₂. Na₂O se ha eliminado al estado de sulfato sódico, al ser lavado el gel precipitado y el Si O₂ se ha disuelto peptizado con algo de alcali.

30.

El segundo método consiste en condensar o polimerizar las pequeñas partículas dispersas de Si O₂ de los silicatos alcalinos en partículas de orden de magnitud de 1 a 150 mili-



micras, eliminando el Na 20 ya sea por resinas intercambia-
doras de iones o por electrolisis o por electro-dialisis.

Un procedimiento generalizado fuera de España es el
de la eliminación del Na 20 mediante resinas intercambia-

5. doras de iones, lo que se consigue haciendo pasar una solu-
ción muy diluida de silicatos alcalinos a través de co-
lumnas llenas de aquellas resinas, las que reemplazan el
Na⁺ por el H⁺. Los iones Na⁺ quedan eliminados completamen-
te y entonces se añade algo de sosa a fin de bloquear las
10. partículas de sílice hidratada que podrían polimerizar o
engrosar su tamaño.

La solución ligeramente alcalina se concentra, enton-
ces, por evaporación a la presión atmosférica y a la
temperatura entre 60 y 95° con lo que las partículas o

15. micelas serán del orden de 10 a 20 milimicras. La relación
del Si O₂: Na 20 es del orden de 75 : 1 a 130 : 1 y podría
tener un mínimo de 10 : 1.

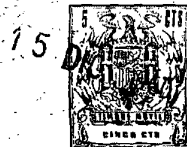
La sosa puede ser eliminada también de los silicatos
alcalinos por electrolisis según un procedimiento en el

20. que una solución diluida de silicato sódico se electroli-
za a la temperatura ambiente en una cuba con cátodo de Hg en
circulación. El O₂ se desprende en el ánodo y el Na se de-
posita sobre el Hg, formando una amalgama.

El Na es eliminado, mediante ácidos, fuera de la cuba
electrolítica y entra, otra vez, en ciclo el Hg exento de
25. Na. Dicho procedimiento asegura que la solución de ácido
silícico se convierte en gel a las pocas horas si el Na
es eliminado totalmente. Si se quiere retardar esta gelifi-

30. cación, hay que dejar algo de Na no precipitado en la elec-
trolisis del silicato. La sosa actúa como peptizante y el
hidrosol obtenido es estable durante varios días.

Desgraciadamente, los soles fabricados por los méto-



dos de dispersión y condensación requieren, una vez fabricados, nuevos tratamientos para asegurar su estabilidad a concentraciones superiores al 15% de Si O₂.

Los soles además fabricados por dispersión, están compuestos de partículas agregadas de Si O₂, pero no uniformes en tamaño, mientras que los soles preparados por condensación electrolítica son de tamaño uniforme y de mayor pureza.

Tanto los soles fabricados por dispersión como por condensación difícilmente pueden ser llevados a concentraciones del 15 al 20% de Si O₂ sin gran peligro a gelificarse, debiendo llevarse a cabo concentrando a volumen constante, habiendo hervido antes, a reflujo, durante media hora una porción y luego añadiendo el resto entre 60 y 100° C llevando con cuidado la relación de Si O₂ : Na 20 y a volumen constante.

La presente invención comprende la preparación de un hidrosol de partículas esféricas, no aglomeradas, electrolizando una solución diluida de silicato sódico o potásico, en caliente, por sobre los 50° C, por lo que se elimina el metal alcalino, mediante cátodo de Hg y se desprende el O₂ en el ánodo no soluble, hasta llegar a una relación de Si O₂ : Na 20 superior a 50:1 y teniendo partículas de un tamaño alrededor de 10 a 20 milimicras como promedio. La solución diluida puede ser concentrada por sencilla evaporación en vaso abierto, a la presión atmosférica o a presión reducida, e incluso a ebullición. Dichas operaciones se llevan mejor a volumen constante.

Los soles producidos por electrolisis en caliente, con ánodos insolubles, entre 5 y 20 voltios, dan micelas del tamaño que oscilan entre 10 y 20 milimicras, lo cual es



función de la temperatura, entre otros factores, pudiéndose distinguir bien con el microscopio electrónico.

Las mencionadas micelas de gran peso molecular, obtenidas por electrolisis en caliente son esféricas y de sílice amorfa, estando formadas no obstante su superficie de sílice parcialmente activada, lo que responde, a los grupos silanoles, Si-OH, aún existentes o presentes en dicha superficie y que son debidos a la pequeñísima cantidad de hidróxido alcalino existente en el sistema. Gracias a esta pequeña cantidad de alcali peptizante, se evita la unión de estas micelas, estabilizándose pues los soles obtenidos.

Es evidente que la cantidad estabilizante de sosa depende del tamaño de las micelas o de la superficie de las mismas.

En la práctica, como se ha dicho, la electrolisis se lleva a cabo en cuba electrolítica adecuada, con cátodo de Hg circulante y con ánodo inerte en donde se desprende el O₂. La célula tiene además un agitador a fin de prevenir la adhesión del Si O₂ sobre la superficie anódica, lo que obligaría a emplear más voltaje, en detrimento de su rendimiento para obtener la misma intensidad de corriente. La célula tiene termómetro a fin de controlar una temperatura constante y un condensador a fin de controlar la evaporación del agua y a través del cual se escapa el O₂ desprendido en el ánodo.

Por último la célula está dotada de dispositivo para hacer circular el Hg amalgamado saliente de la célula y retorno a la misma exento de Na después de ser descompuesta, mediante ácido, en recipiente aparte.

La solución de silicato sódico, entre 5 y 10% se intro-



- duce caliente en la cuba electrolítica, por sobre los 50° y se mantiene a temperatura fija a fin de conseguir uniformidad en las micelas obtenidas. El objeto de esta electrolisis es eliminar el Na₂O del silicato sódico de la cuba por lo menos hasta alcanzar una relación de Si O₂:Na₂O por encima de 50 : 1, lo que produce micelas esféricas y, por consiguiente, de color claro y del orden de 10 a 20 milimicras y, en consecuencia, soluciones de gran estabilidad. Las micelas que están por debajo de 10 milimicras no dan soluciones estables como se ha visto por experiencia.

- La temperatura más adecuada para conseguir micelas por encima de las 10 milimicras es de unos 70° pudiéndose operar entre 50 y 100° y aún sobre esta temperatura a presión.

- El rendimiento de corriente depende de la cantidad de Na₂O existente en el sistema, siendo menor a medida que se empobrece el de Na₂O. Ello sugiere poder proceder en la electrolisis de soluciones diluidas de silicato sódico disponiendo de una serie de cubas en las cuales los electrolitos pueden ser de relaciones Si O₂ : Na₂O crecientes hasta llegar a la relación deseada, entrando en la primera cuba cantidades de electrolitos iguales a las que salen para la segunda y de ésta para la tercera, hasta el final, con lo cual las primeras células siempre actuarán a rendimiento sensiblemente igual al 100%.

- La relación final puede llegar a ser incluso de 900 : 1 sin gelificarse. La ventaja de esta invención sobre los demás procedimientos estriba en que los soles preparados así pueden concentrarse por sencilla evaporación a cualquier temperatura incluida la ebullición y sin temor al crecimiento de sus micelas.



- 7 - 263758

Este procedimiento, en fin, puede, no solo obtener soluciones diluidas de soles a la relación Si O₂ : Na 20 deseada, de 100 a 200 : 1, sino también, en estas relaciones, obtener concentraciones del 5 al 15% en Si O₂

- 5. directamente de la célula electrolítica. Para conseguir lo cual basta añadir a la cuba electrolítica, en la que la relación de Si O₂ : Na 20 sea por lo menos de 10 : 1, cantidades de un silicato disuelto de concentración en Si O₂ mayor que la de la solución de la cuba y añadiendo a una velocidad tal de manera que la cantidad de Na 20 que se añade sea la misma que es eliminada de la cuba por la corriente.
- 10.

Todo cuanto no afecte, altere, cambie o modifique la esencia de los perfeccionamientos descritos, será variable a los efectos de la actual Patente.

- 15.

N O T A.

Se reivindica como objeto de esta Patente de invención:

- 1.- Unos perfeccionamientos en los procedimientos de obtención de hidrosoles de sílice, caracterizados esencialmente por disponerse un baño electrolítico de una solución diluida entre 5% y 10% de silicato alcalino a temperatura superior a los 50% C, con cátodo de Hg circulante y ánodo inerte, separándose en el primero el metal alcalino en forma de amalgama y desprendiéndose en el segundo el O₂, hasta llegar a una relación de Si O₂ : Na 20 superior a 50 : 1 y teniendo partículas de 10 a 20 milimicras como máximo y procediéndose a la concentración de la solución diluida en vaso abierto, a cualquier temperatura incluida la ebullición.
- 20.
- 25.
- 30.

2.- Los propios perfeccionamientos de la reivindicación

263758

- 8 -

263758

15



anterior, caracterizados porque la solución de silicato sódico se introduce caliente en la cuba electrolítica, por encima de 50° C, manteniéndose constante la temperatura para obtener uniformidad en las micelas.

5. 3.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados por disponerse una serie de cubas electrolíticas con relaciones de Si O₂: Na 20 crecientes hasta llegar a la relación deseada, entrando en cada cuba una cantidad de electrolito procedente de la cuba anterior, igual a la que sale hacia la cuba siguiente.
10. 4.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados por añadirse a una cuba electrolítica en la que la relación Si O₂ : Na 20 sea por lo menos de 10 : 1, cantidades de un silicato disuelto de concentración en Si O₂ mayor que la de la solución de la cuba y añadiendo a una velocidad tal que la cantidad de Na 20 aportada sea la misma que es eliminada de la cuba por la corriente.
15. 5.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la cuba electrolítica dispone de un agitador para evitar la adhesión del Si O₂ sobre la superficie anódica, disponiendo asimismo de un termómetro, para el control de la temperatura y un condensador para controlar la evaporación de agua, y a través del cual escapa el O₂ obtenido en el ánodo, disponiendo igualmente dicha cuba, de un dispositivo para procurar la circulación del Hg amalgamado saliente y el retorno a la misma una vez desprovisto de Na, por acción de ácido en recipiente aparte.
20. 6.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la cuba electrolítica dispone de un agitador para evitar la adhesión del Si O₂ sobre la superficie anódica, disponiendo asimismo de un termómetro, para el control de la temperatura y un condensador para controlar la evaporación de agua, y a través del cual escapa el O₂ obtenido en el ánodo, disponiendo igualmente dicha cuba, de un dispositivo para procurar la circulación del Hg amalgamado saliente y el retorno a la misma una vez desprovisto de Na, por acción de ácido en recipiente aparte.
25. 7.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la cuba electrolítica dispone de un agitador para evitar la adhesión del Si O₂ sobre la superficie anódica, disponiendo asimismo de un termómetro, para el control de la temperatura y un condensador para controlar la evaporación de agua, y a través del cual escapa el O₂ obtenido en el ánodo, disponiendo igualmente dicha cuba, de un dispositivo para procurar la circulación del Hg amalgamado saliente y el retorno a la misma una vez desprovisto de Na, por acción de ácido en recipiente aparte.
30. 8.- Los propios perfeccionamientos de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la cuba electrolítica dispone de un agitador para evitar la adhesión del Si O₂ sobre la superficie anódica, disponiendo asimismo de un termómetro, para el control de la temperatura y un condensador para controlar la evaporación de agua, y a través del cual escapa el O₂ obtenido en el ánodo, disponiendo igualmente dicha cuba, de un dispositivo para procurar la circulación del Hg amalgamado saliente y el retorno a la misma una vez desprovisto de Na, por acción de ácido en recipiente aparte.

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren en la esencialidad de la Patente de invención definida en las anteriores reivindicaciones, cuyo objeto es:

6.- "UNOS PERFECCIONAMIENTOS EN LOS PROCEDIMIENTOS DE OBTENCIÓN DE HIDROSOLES DE SILICE".



Consta la presente memoria de nueve hojas foliadas,
mecanografiadas por una sola cara.

Barcelona, quince de diciembre de mil novecientos se
senta.

P.A. de D. Manuel González Vaquero,

L. DURAN
P. P.