

343760

Nº 75.234  
U.S. Serial Nº 587.435  
Case 1489

Memoria descriptiva 16 AGO. 1968



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de NALCO CHEMICAL COMPANY

entidad ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 180 North Michigan Avenue, Chicago, Illinois, Estados Unidos de América

por: "UN METCDO PARA PREPARAR UN SOL DE SILICE"  
(Clase Internacional COLb)

12.8.68



Los soles de sílice de pequeño diámetro de partículas son muy deseables en ciertas aplicaciones. Por ejemplo, los soles de sílice de pequeño tamaño de partículas son utilizados en el tratamiento de felpudos o alfombras para evitar el ensuciamiento, y también se ha encontrado que son agentes aglutinantes muy apropiados para la fabricación de refractarios. Una clase particular de soles de sílice que tienen pequeños diámetros de partículas ha resultado aceptada por la industria de la sílice, y está descrita en la Patente USA 2.75 0.345 de Alexander, Estos soles de sílice de pequeño tamaño de partículas están caracterizados por no tener sustancialmente sales, y por tener una concentración que oscila entre 20 y 25%, o alrededor de estos valores.

Sin embargo, los soles de pequeñas partículas del tipo Alexander poseen ciertas desventajas que han limitado la utilización de este material en varios procedimientos industriales. Específicamente, los soles de la técnica anterior son costosos de preparar, ya que el tratamiento o transformación final de estos soles requiere que estos sean sustancialmente desionizados, normalmente por la técnica de intercambio de iones, y después de esto sean ajustados en su contenido de sales por la adición adicional de materiales tales como hidróxido de sodio. Además, la concentración máxima permisible de estos soles de la técnica anterior es relativamente baja, necesitando el transporte de cantidades antieconómicamente grandes de agua hasta el consumidor final. Por ejemplo, la patente antes citada describe un límite superior de concentración de  $12.000/A$ , en que A oscila entre 350 y 600. En esta fórmula,

343760



A corresponde al área superficial específica de las partículas de sol. Correspondientemente, un sol de 5 milimicras de diámetro de partículas tiene un límite máximo de concentración de aproximadamente 20% en peso, ya que el valor de A para estos soles es de aproximadamente 600.

Se lograría un gran avance en la técnica de los soles de sílice si los soles de sílice de pequeñas partículas estuviesen disponibles en concentraciones más altas. Igualmente, los soles de sílice que fuesen estables con mayores concentraciones de sal serían igualmente valiosos, ya que se podría evitar la operación o etapa, costosa y larga, de eliminar la sal.

Correspondientemente, un objeto de este invento es el de crear un sol de sílice que tiene una alta concentración y un diámetro de partículas que oscila entre aproximadamente 5 y 10 milimicras de diámetro.

Por lo tanto, el presente invento crea un sol de sílice acuoso que contiene partículas de sílice individuales amorfas y densas que tienen diámetros de partículas que oscilan entre 5 y 10 milimicras, estando presente dicha sílice en una cantidad que oscila entre  $5 + 3 D \%$  en peso y  $10 + 3 D \%$  en peso, en que D es dicho diámetro de partículas, teniendo dicho sol un contenido de sal que oscila entre 0,05% y 0,15% en peso.

Otro objeto de este invento es el de crear un procedimiento para preparar soles de sílice de pequeño tamaño de partículas que tienen alta concentración y un contenido perceptible o commensurable de sal.

El presente invento crea además un método para preparar un sol de sílice acuoso que comprende añadir una

343760



cantidad de silicato de metal alcalino a una cantidad de sol ácido que tiene una concentración de 4% a 8% en peso de sílice, en forma de  $\text{SiO}_2$ , en proporciones tales que el sol de sílice final tendrá una proporción de sílice a metal alcalino, calculada como  $\text{SiO}_2/\text{H}_2\text{O}$ , igual a  $(10 \pm 6)$  D. en que D oscila entre 5 y 10, siendo D dicho diámetro de partículas, para formar de esta manera una mezcla de los mismos, y evaporar agua desde dicha mezcla bajo un vacío que oscila entre 250 y 625 mm de mercurio, al mismo tiempo que se añade simultáneamente suficiente sol ácido adicional para mantener un volumen constante de dicha mezcla durante tiempo suficiente para formar una concentración de sílice que oscila entre  $5 \pm 3 D$  y  $15 \pm 3 D$  % en peso, en que D también oscila entre 5 y 10.

Para llevar a cabo el método del invento, las proporciones del silicato de metal alcalino y el sol ácido deberán ajustarse para asegurar que la proporción final caiga dentro del margen antes mencionado. Una vez se ha formado esta mezcla, se evapora agua desde la mezcla bajo un vacío que oscila entre aproximadamente 250 y aproximadamente 625 mm de mercurio, al mismo tiempo que se añade simultáneamente suficiente sol ácido para mantener un volumen constante. Se prosigue o lleva a cabo este procedimiento hasta que se forma una concentración de sílice que oscila entre  $5 \pm 3 D$  y  $15 \pm 3 D$  % en peso, en que D también oscila entre 5 y 10.

Tal como se ha indicado anteriormente, los soles de sílice de este invento tienen un diámetro de partículas que oscila entre 5 y 10 milimicras y tienen un contenido de sal de 0,05% a 0,15%. Dependiendo del diámetro

343760

15 OCT.



de partículas, la concentración variará dentro del margen  
indicado de acuerdo con la fórmula anterior. Por ejemplo  
si el diámetro de partículas es de 5 milimicras, la con-  
centración oscilará entre 20% en peso y 30% en peso. Si-  
5 milarmente, si el diámetro de partículas es de 10 mili-  
micras, la concentración de sol de sílice en la solución  
acuoso oscilará entre 35% y 45% en peso, calculado como  
 $\text{SiO}_2$ . Así, se puede observar que ahora están disponibles  
soles de sílice de pequeño tamaño de partículas que contie-  
10 nen concentraciones de sol de sílice considerablemente ma-  
yores que las que han sido posibles hasta ahora en la téc-  
nica anterior. Específicamente, la patente de Alexander  
anteriormente citada indica que la concentración de los  
soles de sílice que tienen diámetros de tamaños de parti-  
15 culas de 5 milimicras, oscila entre 15 y un valor máximo  
de solo 20%. En contraste, los soles de sílice de 5 mili-  
micras de este invento tienen una concentración que osci-  
la entre 20% y 30%. Esta mayor concentración de sílice da  
como resultado ahorros sustanciales para los consumidores  
20 finales, debido a la reducción de la cantidad de agua que  
se transporta. Desde luego, los soles de este invento  
pueden ser diluidos hasta cualquier concentración menor  
para la utilización final o definitiva. Además, la canti-  
dad de sal presente en los presentes o actuales soles no  
25 perjudica la estabilidad, en contraste con los soles de la  
patente de Alexander, que son inestables en la presencia  
de cantidades perceptibles o commensurables de sales.

El procedimiento de este invento es admirablen-  
te apropiado para ser utilizado en la preparación de los  
30 solos de sílice de este invento. La primera operación del

343760



presente procedimiento comprende la adición de una cantidad de silicato de metal alcalino a una cantidad de sol ácido que tiene una concentración de 4% a 8% en peso de sílice. Las proporciones de estos materiales deberán ser  
5 suficientes para producir una proporción de sílice a metal alcalino de  $(10 \pm 6) D$ , en que  $D$  oscila entre 5 y 10 en el producto final. Seguidamente, se evapora agua desde esta mezcla bajo un vacío que oscila entre 250 y 625 milímetros de mercurio, mientras se añade simultáneamente suficiente sol ácido para mantener un volumen constante de  
10 esta mezcla. La mezcla es evaporada de acuerdo con este procedimiento, hasta que la concentración alcanza el margen indicado anteriormente de  $5 \pm 3 D$  a  $15 \pm 3 D$ , en que  $D$  es de 5 a 10.

15 El silicato de metal alcalino empleado en el procedimiento de este invento es el material convencional empleado en toda la técnica de los soles de sílice. Un manantial especialmente preferido de silicato de metal alcalino es el silicato de sodio o vidrio soluble. Este  
20 material es suministrado comercialmente en concentraciones que oscilan entre 25% y 30% en peso. Estas soluciones comerciales de silicato de sodio, o de otros silicatos de metales alcalinos, pueden ser empleadas "tal como están" o pueden ser diluidas, dependiendo de la naturaleza particular del equipo que se emplea.  
25

El segundo componente de la etapa de partida o inicial de este procedimiento es una cantidad de sol ácido. El término "sol ácido" es conocido en la técnica, y se utiliza para designar soles de ácido silícico que están bastante diluidos, y tienen un tamaño de partículas  
30

343760



excepcionalmente pequeño. Los soles pueden prepararse neutralizando silicato de sodio con ácido clorhídrico bajo condiciones que reducen la cantidad de cationes y anio  
5 preparar soles ácidos consiste en emplear las enseñanzas que se encuentran en la patente USA 2.244.325 de Bird... Este procedimiento comprende la operación de hacer pasar soluciones diluidas de silicatos de sodio a través de una resina de intercambio de cationes en la forma de hidróge-  
10 no, para producir el sol de ácido silícico. Sin embargo, es necesaria una modificación de los soles de sílice preparados por el procedimiento de Bird propiamente dicho, antes de que estos soles sean apropiados para ser utilizados en el procedimiento de este invento. Específicamen-  
15 te, la concentración de los soles ácidos preparados por el procedimiento de Bird está limitada a un máximo de aproximadamente 4% en peso de sílice. Estos soles están demasiado diluidos, y su utilización no dará como resultado soles de sílice que tengan las propiedades aquí  
20 indicadas. Se ha encontrado que la concentración de sílice en el sol ácido inicial deberá ser aproximadamente de 4% a aproximadamente 8% en peso de sílice, en forma de  $SiO_2$ , con el fin de lograr los soles de este invento. Correspondientemente, los soles preparados de acuerdo  
25 con el procedimiento de Bird pueden ser concentrados hasta este margen de concentración de 4% a 8%, para ser utilizados en el procedimiento de este invento. Otro medio más práctico para preparar el sol ácido inicial consiste en emplear el procedimiento ideado en la solicitud de  
30 patente USA, que tiene el número de Serie 541.858, pre-

29.9.67

343760



sentada el 11 de Abril de 1966. Dicho brevemente, este método comprende la operación de hacer pasar la solución de silicato de metal alcalino, que contiene al menos 5% de sólidos, a través de una resina de intercambio de cationes en la forma de hidrógeno, hasta que se observa la primera disminución de conductividad del producto saliente. Mediante este método, se pueden preparar directamente soles ácidos que tienen la concentración apropiada.

En cualquier caso, se ha encontrado que el sol ácido utilizado como reaccionante de partida en el procedimiento de este invento deberá tener una concentración de sílice, en forma de  $\text{SiO}_2$ , que oscile entre aproximadamente 4% y aproximadamente 8%. El sol ácido y el silicato de metal alcalino son mezclados entonces de forma que la proporción de sílice presente en el producto preparado finalmente a metal alcalino, calculada como  $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ , en que M es el metal alcalino, sea igual a  $(10 \pm 6) D$ , en que D oscila entre 5 y 10. Después, la mezcla es concentrada tal como se indica anteriormente para producir los soles de este invento.

Los siguientes ejemplos están presentados para ilustrar diversas realizaciones de este invento.

Ejemplo I. En este experimente , 378 litros de sol ácido (con 5% de  $\text{SiO}_2$ ) fueron cargados en un depósito evaporador. Con adecuado mezclado, se añadieron al evaporador 27,2 litros de silicato de sodio (con 28,5% de  $\text{SiO}_2$ ) Las proporciones de estos materiales son tales que el producto final tendrá una proporción de sílice a álcali de aproximadamente 50:1. Seguidamente, se aplicó vacío y la mezcla fué calentada hasta ebullición. En este caso,

343760



se aplicó un vacío de 375 milímetros de mercurio. Se continuó la evaporación a una velocidad de aproximadamente 378 a 454 litros por hora, al mismo tiempo que se añadía simultáneamente sol ácido adicional hasta que la concentración de  $\text{SiO}_2$  llegó a 30%. El producto acabado tenía un diámetro de partículas de aproximadamente 8 milimicras, con una concentración de 30% en peso de sílice. El contenido de sal era de aproximadamente 0,075% en peso.

Ejemplo II. Se realizó un experimento similar al del ejemplo I. En este caso, se cargaron en un aparato evaporador 378 litros de un sol ácido que tenía una concentración de 6,5% de  $\text{SiO}_2$ . Se añadieron, con mezclado, 25 litros de silicato de metal alcalino que tenía una concentración de 28,5% de  $\text{SiO}_2$ . El producto final tendrá una proporción de sílice a metal alcalino de 35:1 cuando se utilizan estas proporciones. En este momento, se aplicó un vacío de 587,5 milímetros de mercurio y la mezcla fue calentada hasta ebullición. Se evaporaron aproximadamente 113,4 a 151,2 litros por hora de agua, añadiéndose sol ácido adicional para mantener un volumen constante. Se interrumpió el procedimiento cuando la concentración de sílice llegó a 25% de  $\text{SiO}_2$ . El diámetro de partículas del sol resultante era de 5 milimicras y el contenido de sal era de 0,0625% en peso.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 18 de Octubre de 1.966, bajo el núm. 587.435, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

343760

29.9.67



- N O T A -

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

1.- Un método para preparar un sol de sílice que contiene partículas individuales de sílice amorfas y densas, que comprende mezclar un silicato de metal alcalino y un sol ácido con lo cual dichas partículas amorfas de sílice tienen un diámetro de partícula que oscila de 5 a 10 milimicras, dicha sílice está presente en una cantidad que oscila de  $5 \pm 3 D$  a  $15 \pm 3 D$  % en peso, donde D es el diámetro de dicha partícula y dicho sol tiene un contenido de sal que oscila de 0,105 a 0,15 % en peso.

2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por añadir una cantidad de silicato de metal alcalino a una cantidad de sol ácido que tiene una concentración de 4% a 8% en peso de sílice, en forma de  $SiO_2$ , en proporciones tales que el sol de sílice final tendrá una proporción de sílice a metal alcalino, calculada como  $SiO_2/M_2O$ , igual a  $(10 \pm 6)D$ , en que D oscila entre 5 y 10, para formar de esta manera una mezcla de los mismos, y evaporar agua desde dicha mezcla bajo un vacío que oscila entre 250 y 625 milímetros de mercurio

12.8.68

343760



al mismo tiempo que se añade simultáneamente suficiente  
sol ácido adicional para mantener un volumen constante  
de dicha mezcla durante tiempo suficiente para formar  
una concentración de sílice que oscila entre  $5 + 3 D$  y  
5  $15 + 3 D \%$  en peso, en que  $D$  también oscila entre 5 y 10.

3.- Un método para preparar un sol de sílice.

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

La presente Memoria consta de once hojas es-  
critas a máquina por una sola cara.

Madrid,

16 AGO. 1968

P.A.

MGM/-  
12.8.68

- 11 -

343760