



344686

P A T E N T E  
D E  
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR AGLUTINANTES A BASE DE SILICATOS ALCALINOS", a favor de la firma alemana HENKEL Y CIE. GmbH., residente en DUSSELDORF-HOLTHAUSEN (Alemania) - Henkelstr, 67.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a aglutinantes a base de silicatos alcalinos, con propiedades mejoradas y tales como los que hallan empleo en la práctica para las tinturas y las casillas.

5. Se conoce desde hace tiempo el empleo, como aglutinantes para los revestimientos, los colores anticorrosivos y las masillas, de soluciones de silicato alcalino,



344686

- que eventualmente contienen otros aditivos. En particular, los aglutinantes de silicato alcalino se utilizan también para colores pigmentarios metálicos que en calidad de pigmentos contienen materias como zinc en polvo, aluminio o plomo. En estos aglutinantes inorgánicos de silicato alcalino actúan desventajosamente las consecuencias de la gran alcalinidad, pues el álcali reacciona ya con el ácido carbónico del aire. Esta reacción, si bien por un lado favorece el endurecimiento del material, por el otro, a causa de la formación de gel, conduce prematuramente a mala capacidad de extensión y a la inutilidad del agente respectivo. Los tiempos disponibles para el uso (pot-life) suelen ser por lo tanto muy breves.

- Los agentes que contienen soluciones de silicato alcalino y pigmentos mecánicos reaccionables, como polvo de zinc, tienen igualmente muy poco tiempo de uso disponible, pues los componentes reaccionan pronto, con desprendimiento de hidrógeno. Un almacenamiento prolongado de tales mezclas colorantes conduce por consiguiente a dificultades. Por la patente alemana 1.205.218 se conocen agentes de recubrimiento previstos de zinc en polvo, destinados a proteger contra la corrosión, a los que están añadidos cromato alcalino y compuestos amínicos con 2 grupos amínicos a lo menos en la molécula. Con ello se puede aumentar considerablemente el tiempo de disponibilidad para el uso. Pero se ha demostrado que la capacidad de extensión de estos agentes no es plenamente satisfactoria en la práctica.



344686

Resulta por lo tanto deseable que los productos preparados como aglutinantes a base de silicato alcalino tengan buena capacidad de extensión, asociada con escurrecimiento fácil y ausencia de formación ulterior de grietas, así como son un tiempo suficiente de disponibilidad para el uso. Sin embargo, es preciso además que el tiempo de endurecimiento después del tiempo de aplicación sea lo más breve posible.

5.

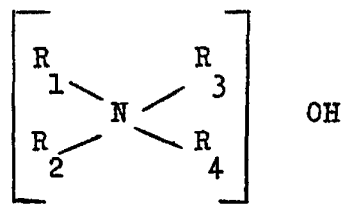
El invento se había propuesto la tarea de crear aglutinantes a base de silicato alcalino que satisficieran estas exigencias de la práctica. Ahora se ha descubierto que las propiedades de los aglutinantes a base de silicato alcalino puede mejorarse considerablemente si se utilizan los aglutinantes que se describen a continuación.

10.

15.

Los nuevos aglutinantes a base de silicato alcalino se caracterizan por un contenido de bases amónicas cuaternarias, solubles en agua, de la fórmula general

20.



en la que

$R_1, R_2$  y  $R_3$  significan un radical alquílico o alcanólico con 1 a 12 átomos de carbono,

25.

mientras que

$R_4$  significa un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,



344686

en cantidad de 0,2 a 5 % en peso (respecto a la solución de silicato alcalino).

Los radicales  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  pueden ser iguales o diferentes, y asimismo en cadena lineal o ramificados.

5. De preferencia se emplean las bases amónicas cuaternarias que contienen radicales alcanólicos y/o alquílicos con 1 a 4 átomos de carbono, máxime cuando éstas son de fácil asequibilidad técnica.

10. Para la preparación de los aglutinantes se emplean en general las soluciones de silicato alcalino corrientes en el comercio, como los silicatos solubles de litio, sodio y potasio con proporciones moleculares de  $SiO_2$  ; óxido de metal alcalino como 2 a 4 : 1. La concentración de las soluciones de silicato alcalino utilizables puede oscilar entre amplios límites. De preferencia se emplean las soluciones que presentan un contenido de materias sólidas de 20 a 50% de silicato alcalino.

20. Se ha descubierto que las propiedades de los aglutinantes pueden mejorarse todavía si estos aglutinantes presentan una proporción molecular de  $SiO_2$  : óxido de metal alcalino entre 4,5 : 1 y 9 : 1.

25. El ajuste de esta proporción de  $SiO_2$  : óxido de metal alcalino puede efectuarse de diversas maneras, ya de sí conocidas. Por una parte, puede aumentarse el contenido de  $SiO_2$  de la solución por adición de  $SiO_2$ . Para ello, el  $SiO_2$  debe añadirse en una forma soluble, por ejemplo en forma de ácido silícico finamente dividido o en forma de



344686

soles o geles de sílice. En general, es necesario contribuir a la disolución agitando y calentando.

- Por otra parte, sin embargo, puede también reducirse el contenido de álcali de las soluciones, por ejemplo eliminando los iones de metal alcalino por medio de cambiadores de iones o (cuando se emplean silicatos solubles de litio) por medio de la precipitación de los iones de litio. Si se utilizan cambiadores de iones, es muy ventajoso que con los aglutinantes de este invento se pueda actuar en soluciones relativamente concentradas y que huelgue la dificultosa concentración de las soluciones de silicato alcalino.
- 5.
- 10.

- La ulterior elaboración de los aglutinantes se realiza de manera ya conocida, introduciendo en el aglutinante, en las cantidades usuales, las diversas materias de relleno, pigmentos u otros componentes conocidos de los recubrimientos, las masillas o las pinturas anticorrosivas. Para la elaboración de los aglutinantes de este invento es sumamente ventajosa su viscosidad relativamente escasa.
- 15.
- 20.

- 25.
- Se ha descubierto además que el tiempo de elaboración de los aglutinantes de este invento puede prolongarse todavía mediante una adición de cromato alcalino en cantidad de 0,1 a 0,4 % en peso (respecto a la solución de silicato alcalino).
- Los nuevos aglutinantes tienen respectos a los conocidos hasta ahora la ventaja de que por medio de las adiciones según este invento se logran buena capacidad de ex-



344686

- tensión y la prolongación del tiempo de elaboración, a pesar de tiempos de endurecimiento breves. Tienen excelente aptitud como aglutinantes para las masillas, los revestimientos y las pinturas anticorrosivas, en particular pintas de pigmentos metálicos, preferentemente a base de zinc en polvo.
- 5.

- Siempre que los aglutinantes presentan una proporción molar de  $\text{SiO}_2$  : óxido de metal alcalino de 4,5 : 1 a 9 : 1, se refuerza todavía la resistencia al frote y a la intemperie, de modo que los revestimientos de color preparados con ellos son aún más resistentes. Esto se aplica también a la capacidad de resistencia a las temperaturas elevadas. Los revestimientos de este tipo son prácticamente todavía estables en estado de incandescencia. Tienen además gran resistencia al agua caliente. Esta resistencia al agua y al agua caliente de los aglutinantes del invento repercute muy ventajosamente, por ejemplo, en la preparación de placa prensadas, a las que estos aglutinantes confieren resistencia prácticamente completa al agua.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 1

- Se mezcla en forma de una solución acuosa al 20% 24 kgs. de vidrio soluble (proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$ , 3,8 : 1; contenido en materia sólida, 29 %) con 5 kg. de agua y 1 kg. de hidróxido de tetraetilaminio. Al aglutinante así preparado se añaden 110 kg. de zinc en polvo.
- 25.



344686

- Se obtiene un color de polvo de zinc utilizable por más de 24 horas, con viscosidad adecuada para la pulverización. El tiempo de manipulación, sin adiciones, es de unas 4 horas. Este color se puede pulverizar fácilmente sin que durante todo un período de pulverización a pistola sea necesaria la limpieza de las toberas. Es posible en una fase de trabajo aplicar un revestimiento de 70 micras y más sin formación de grietas. El tiempo de endurecimiento hasta la estabilidad frente al agua caliente es de 10 minutos, en comparación con un tiempo de una hora aproximadamente cuando al mismo producto no se le ha añadido la base amónica cuaternaria.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 2

- Se preparó un aglutinante a partir de 590 g. de silicato potásico (proporción molar de  $\text{SiO}_2 : \text{K}_2\text{O}$ , 2,58 : 1; concentración 28/30<sup>g</sup> Bé), 50 g de hidróxido de tetraetilamonio (al 20 %) y 150 g de agua. Se agitó el aglutinante con una mezcla de 100 g de talco, 200 h de caolín y 100 g de  $\text{TiO}_2$ . Una papa de revoque de cemento con este color, que es estable de modo prácticamente ilimitado en recipiente cerrado, se seca al aire al cabo de unos 15 minutos y resiste al agua al cabo de 2 a 3 horas. Si se procede de la misma manera, pero sin adición de la base amónica cuaternaria, el tiempo de secado al aire es de unos 30 minutos y para lograr una resistencia al agua más o menos igual se necesitan de 2 a 3 semanas en atmósfera seca.
- 15.
- 20.
- 25.



344686

EJEMPLO 3

- Se disuelven con 1 g de bicromato amónico 3 g de una solución al 20% de hidróxido tetraetilamónico, se mezcla esta solución con 24 g de agua desionizada y
5. se agita la mezcla en 215 g de vidrio soluble (proporción molar de  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ , 3,8 : 1, contenido de materia sólida, 29 %). El aglutinante así preparado a base de silicatos alcalinos se agita con 1100 g de zinc en polvo. El tiempo de disponibilidad en uso (pot-life) de esta mezcla
10. es de 16 a 20 horas. Un agente preparado del mismo modo pero sin las adiciones conforme a este invento ya no resultó manipulable al cabo de 3 a 5 horas.

EJEMPLO 4

- A 535 g de un vidrio soluble sódico con una proporción molar de  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 3,9 : 1$  y un contenido de 22,1 % de  $\text{SiO}_2$  se añadieron 20 g de hidróxido de tetraetilamonio y, a temperatura de ebullición y agitando, se disolvieron en esta mezcla 111 g de ácido silícico finamente dividido (87,5 % de  $\text{SiO}_2$ ). Mediante la adición de 154 g
15. de agua se obtuvo un aglutinante limpio, poco viscoso y
20. con un contenido molar de  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 7,4 : 1$ .

Se agitó este aglutinante con una mezcla de 335 g de talco, 335 g de mica microcristalina y 335 g de dióxido



344686

- de titanio, con adición de 500 g de agua. El color blanco así obtenido resultó estable de manera prácticamente ilimitada en recipiente cerrado. Un recubrimiento de placas de cemento y amianto con este color se secó al aire
5. al cabo de unos 12 minutos, resultó resistente al agua de 2 a 3 horas y resistió al agua caliente al cabo de 24 horas. La resistencia al frote y al agua caliente del recubrimiento superaba considerablemente la del recubrimiento que se preparó con empleo de vidrio soluble de una proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  inferior a 4,5 : 1.
10. La resistencia al agua caliente y la resistencia al frote se comprobaron del modo siguiente :
- A unas tejas o ripias de cemento y amianto se aplicó una franja del color blanco según este invento. Para
15. comparar, se aplicaron franjas de colores blancos preparados de la misma manera, pero el uno sin adición de  $\text{SiO}_2$  (proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  = 3,9 : 1) y el otro sin adición de  $\text{SiO}_2$  ni base atómica. Después del fraguado, se trataron estas franjas de color con un cepillo, de modo
20. uniforme y bajo agua fluyente calentada a temperatura de 70 a 80° C. Mientras que al cabo de 10 minutos en las muestras de comparación el color que había consumido casi por completo, el color blanco que contenía el aglutinante de este invento estaba prácticamente inalterado.



344686

EJEMPLO 5

5. Se preparó un aglutinante por mezcla de 500 g de vidrio soluble de litio (3,51 % de  $\text{Li}_2\text{O}$  y 20,0 % de  $\text{SiO}_2$ ) con 15 g de hidróxido de dietil-dietanolamonio y 150 cc de agua, al mismo tiempo que se extraía una parte de los iones de litio por medio de 565 g de un cambiador de iones fuertemente ácido, en la forma N. La proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Li}_2\text{O}$  resultó ser de 8,5-:11 después de la eliminación de los iones de litio.
10. El aglutinante así preparado se agitó con 500 g de una mezcla a base de un tercio de talco, un tercio de micra microcristalina y un tercio de dióxido de titanio. El color blanco obtenido resultó estable de manera prácticamente ilimitada en recipiente cerrado. Los revestimientos obtenidos con él sobre cemento y cemento-amianto tenían extraordinaria resistencia al frote y al agua caliente. Correspondiendo a estas propiedades, el revestimiento tenía también excelente resistencia a la intemperie:

20.

EJEMPLO 6

Agitando y a temperatura de ebullición se disolvieron 66,5 g de ácido silícico finamente dividido (87,5 % de  $\text{SiO}_2$ ) en 600 g de vidrio soluble sódico) (22,1 % de  $\text{SiO}_2$ ; proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O} = 3,9 : 1$ ) con una



344686

- adición de 50 g de una solución acuosa al 20 % de hidróxido de hexametil-etilendiamonio y se diluyó esta solución con 300 g de agua. La proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  en el aglutinante así obtenido fué de 5,6 : 1. Se agregaron a este aglutinante 4 g de dicromato amónico y 4500 g de zinc en polvo y se obtuvo un color con polvo de zinc utilizable por 12 a 15 horas y con una viscosidad apropiada para la pulverización a pistola. Sin adición de la base amónica, el tiempo de manipulación fué sólo de unas 10. 4 horas.

- Este color de polvo de zinc se pudo pulverizar con facilidad y durante todo un período de pulverización no hubo necesidad de ninguna limpieza de las toberas. En una fase de trabajo fue posible efectuar un revestimiento de 70 micras sin formación de grietas. El tiempo de endurecimiento fué más o menos el mismo que empleando el mismo aglutinante con una proporción de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{Na}_2\text{O}$  de 3,9 : 1, pero la resistencia al restriego y la resistencia al agua caliente fueron considerablemente mayores.

20.

EJEMPLO 7

Para fabricar placas de aislamiento de construcción ligera se empleó un aglutinante de la composición siguiente:

- 680 g de vidrio soluble potásico (20,38 % de  $\text{SiO}_2$ ;  
25. proporción molar de  $\text{SiO}_2$  :  $\text{K}_2\text{O}$  = 4,03 : 1,  
87 g de ácido silícico finamente dividido (87,5 % de  $\text{SiO}_2$ ),



344686

32 g de hidróxido de tetrametilamonio y  
200 g de agua.

- Se calentaron los ingredientes con agitación hasta que se hubo formado una solución límpida y poco viscosa,
5. que tenía una proporción molar de  
 $\text{SiO}_2 : \text{N}_2\text{O} = 6,0 : 1.$

- Se mezcló este aglutinante con 250 g de perlita finamente dividida y 750 g de vermiculita y se comprimio la mezcla en frío para formar placas. Después de un tiempo de endurecimiento de 24 horas a la temperatura normal,
10. los cuerpos prensados resultaron completamente resistentes al agua, mientras que los cuerpos prensados que se prepararon con el mismo aglutinante, pero con una proporción de  $\text{SiO}_2 : \text{N}_2\text{O}$  inferior a 4,5 : 1, carecían de resistencia suficiente al agua.
- 15.

= . =



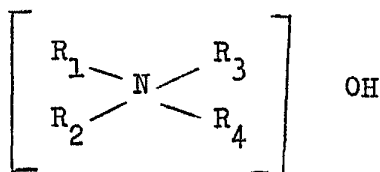
344686

N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de las demandas de patentes alemanas número H 60.401 IVc/22 g del 2 de Septiembre de 1966 y número H 61.549 IVc/22 g del 13 de Enero de 1967.

1.- Procedimiento para preparar aglutinantes a base de silicatos alcalinos, caracterizado porque se añaden a las soluciones de silicatos alcalinos bases amónicas cuaternarias solubles en agua de la fórmula general

10.



15. donde

$R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  significan un radical alquílico o alcanólico con 1 a 12 átomos de carbono, y

$R_4$  significa un radical alquílico con 1 a 4 átomos de carbono,

20. en cantidad de 0,2 a 5% en peso.



344686

2.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el silicato alcalino muestra una proporción molar de  $\text{SiO}_2$  : óxido de metal alcalino entre 4,5:1 y 9:1.

5. 3.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se añade al aglutinante además un cromato alcalino en una cantidad de 0,1 hasta 0,4 % en peso.

10. 4.- Procedimiento para preparar aglutinantes a base de silicatos alcalinos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de 14 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 1 de Septiembre de 1967.

p. a.

JAVIER ISLETA

*[Handwritten signature]*