

408286

13



408286

~~408286~~

P.- 52.446

Case N° R 56720

A1 408.286 760201 CO1B 33/26

MEMORIA DESCRIPTIVA

F.e. 24-5-75

Int. Cl.²: CO1B

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de J.M. HUBER CORPORATION

entidad norteamericana

con domicilio en Locust, Nueva Jersey, Estados Unidos de América.

por: "UN METODO PARA PRODUCIR SOLIDOS DIVIDIDOS EN PARTI  
CULAS DE ALUMINO-SILICATO PRECIPITADO FINAMENTE DI  
VIDIDOS" (Clase Internacional CO1b)

408286

~~408286~~

11



1. Campo de la Invención

La presente invención se refiere a pigmentos de silicato precipitado finamente divididos y, más particularmente, a un método original para preparar pigmentos de aluminio-silicato de sodio modificados que son químicamente análogos a las zeolitas pero que tienen propiedades y características notablemente mejoradas.

2. Descripción de la Técnica Anterior

Como es bien conocido en la técnica, se sabe que las zeolitas naturales de metales alcalinos tales como la natrolita y la analcina poseen propiedades de ablandamiento de aguas pero tienen utilidad limitada como pigmentos. En los años recientes, se han propuesto y sintetizado cierto número de zeolitas artificiales y sintéticas que contienen óxidos de sodio, de aluminio y de silicio, en diversas proporciones. Ejemplos de zeolitas sintéticas se describen en las patentes de los EE.UU. 2.882.243; 2.962.355; 2.996.358; 2.010.789; 3.011.869; y 3.012.853. En gran proporción, las zeolitas sintéticas conocidas carecen de las características esenciales de los pigmentos y han encontrado un empleo limitado en este campo.

No obstante, en relación con esto, se ha desarrollado un nuevo aluminio-silicato de sodio precipitado que tiene aplicación particular como pigmento en recubrimien-

408286

~~400200~~



tos para papel, como carga en composiciones de caucho, en tintas, pinturas, plásticos, etcétera. Tales pigmentos son comercialmente asequibles y son fabricados y vendidos bajo la marca comercial "Zeolex" por J.M. Huber Corporation. Si bien los pigmentos "Zeolex" contienen los componentes de óxidos esenciales de los productos naturales y sintéticos, estos pigmentos son productos precipitados de alúmina y sílice y contienen sodio químicamente enlazado, y como tales se pueden distinguir fácilmente de los geles y de otros materiales producidos sintéticamente. En general, estos pigmentos son materiales amorfos precipitados y están compuestos de partículas que tienen tamaños primarios de sólo unas pocas centésimas de micra de diámetro, las cuales tienden a unirse en racimos de hasta aproximadamente 1 micra de diámetro. En su composición química, contienen típicamente  $\text{Na}_2\text{O}$  y  $\text{Al}_2\text{O}_3$  en una relación molar próxima a 1, como las comprendidas dentro del intervalo de aproximadamente 0,8 a 1,2 moles de  $\text{Na}_2\text{O}$  por mol de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , junto con sílice que puede estar presente en cualquiera de las diversas concentraciones seleccionadas que van desde valores tan bajos como aproximadamente 2,5 moles hasta valores tan altos como aproximadamente 16 moles de  $\text{SiO}_2$  por mol de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Como se expondrá con mayor detalle más adelante en esta memoria, estos pigmentos se preparan ventajosamente

te (véase p.ej., patente de los EE.UU. 2.739.073) mezclan-  
do soluciones diluidas de un silicato alcalino y una sal  
de aluminio, tal como sulfato de aluminio. En una reali-  
zación preferida, una cantidad de agua no mayor de apro-  
ximadamente la mitad del volumen de las soluciones a aña-  
dir se dispone en un recipiente de reacción adecuado pro-  
visto de un potente agitador. Se introducen después las  
sustancias reaccionantes, esto es, las soluciones dilui-  
das del silicato alcalino y una sal de aluminio, en co-  
rrientes que se ponen en contacto con el agua en puntos  
muy distanciados. En la patente de los EE.UU. 2.848.346,  
tales pigmentos se preparan por mezclado de una solución  
diluida de un silicato alcalino y una solución diluida de  
una dispersión que contiene sílice finamente dividida y  
sulfato de aluminio. La última se prepara tratando arcilla  
caolínica con un ácido mineral fuerte, tal como ácido  
sulfúrico.

RESUMEN DE LA INVENCION

En resumen, la presente invención está orientada  
a la producción de nuevos pigmentos de aluminio-silicato  
de sodio modificados. En sus aspectos más generales, la  
invención se caracteriza por e incorpora el concepto de la  
producción de un pigmento que posee propiedades notablen-  
te mejoradas por introducción de un silicato de metal al-

~~408286~~

408286

11



calino y una sal de aluminio en un medio de recepción agi-  
tado que contiene una sal de metal alcalinotérreo, tal  
como sulfato de magnesio. Se ha descubierto que los pro-  
ductos obtenidos de esta manera, como se describirá con  
5 mayor detalle más adelante en esta memoria, contienen so-  
dio químicamente enlazado (es decir, el metal alcalino)  
así como el metal alcalinotérreo químicamente enlazado.  
Como tales, los productos se pueden distinguir fácilmente  
de los denominados co-precipitados que contienen meras mez-  
10 clas de, p.ej., un aluminio-silicato de metal alcalino y  
un aluminio-silicato de metal alcalinotérreo.

Conforme a lo que antecede, y como se verá eviden-  
temente a partir de la descripción detallada que sigue, la  
presente invención proporciona un procedimiento verdadera-  
15 mente original y simplificado para la preparación de nue-  
vos productos de tipo zeolítico sintéticos modificados con  
metal alcalinotérreo que poseen propiedades notablemente  
mejoradas.

De acuerdo con ello, es un objeto general de la  
20 presente invención proporcionar un nuevo producto de tipo  
zeolítico y un método mejorado para la preparación del mis-  
mo.

Otro objeto, y más particular, es proporcionar  
nuevos pigmentos de aluminio-silicato modificados que son  
25 especialmente útiles en recubrimientos de papel.

~~409286~~

408286

11



Otro objeto, y más particular, es proporcionar un método muy eficiente y mejorado para preparar pigmentos de aluminosilicato de metal alcalinotérreo-metal alcalino precipitados finamente divididos.

5                    Todavía otro objeto es proporcionar nuevos materiales divididos en partículas de aluminosilicato de sodio modificados que tienen utilidad particular para uso en papel, pero que se pueden emplear también ventajosamente como pigmentos de refuerzo o cargas en caucho, en tintes,  
10 pinturas, plásticos, etcétera.

                   Todavía otro objeto es proporcionar un método mejorado para preparar pigmentos de silicato modificados, caracterizándose dicho método por su gran flexibilidad en la preparación de un producto que posea una propiedad o  
15 característica dada o predeterminada.

                   Otro objeto adicional es proporcionar un método económico y práctico para producir pigmentos de aluminosilicato de sodio modificados que tienen propiedades notablemente mejoradas, no estando sometido dicho método a las des-  
20 ventajas y complejidades implicadas en las técnicas anteriores conocidas.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

25                    La manera en que se consiguen los objetos que anteceden y otros de acuerdo con la presente invención, se



~~408286~~ 408286

comprenderá mejor a la vista de la descripción detallada que sigue y del dibujo que se adjunta, el cual forma parte de la memoria descriptiva e ilustra en su única figura una serie de curvas que muestran los intervalos de pH de reacción en los que precipitan las cargas utilizadas en la puesta en práctica del método del invento.

DESCRIPCION DE LA REALIZACION O REALIZACIONES PREFERIDAS

De acuerdo con la presente invención, se ha descubierto que se pueden preparar nuevos pigmentos de aluminio-silicato de metal alcalino modificados con metal alcalinotérreo por introducción de soluciones diluidas de un silicato de metal alcalino y una sal soluble en agua de aluminio y un ácido fuerte (tal como sulfato de aluminio) en un medio de reacción acuoso que contiene dispersados en él una sal o un hidróxido de metal alcalinotérreo. La invención está basada, en parte, en el descubrimiento de que, si las soluciones diluidas del silicato de metal alcalino y el sulfato de aluminio se añaden a una masa de reacción que contiene la sal o hidróxido de metal alcali-

25

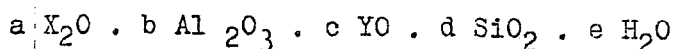
~~408286~~

408286



notérreo, éste último sirve como núcleo o agente de formación de núcleos que altera la estructura del pigmento de tipo zeolítico modificado resultante.

Los productos de la invención son composiciones que contienen esencialmente los óxidos de un metal alcali  
5 notérreo, un metal alcalino, aluminio y silicio, las cuales se pueden representar por la fórmula general



10 en la que X es un metal alcalino tal como sodio o potasio, e Y es un metal alcalinotérreo del Grupo 2a de la Tabla Periódica. El metal alcalinotérreo es preferiblemente magnesio o calcio. Las letras minúsculas, esto es, a, b, ... e, representan los moles de los óxidos presentes en la composición total. Como se ha expuesto brevemente  
15 arriba, la relación molar de los óxidos constituyentes puede variar ampliamente, siendo la relación molar de Na<sub>2</sub>O a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> preferiblemente próxima a 1, tal como de aproximadamente 0,8 a 1,4 moles de Na<sub>2</sub>O por cada mol de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.  
20 La relación molar de SiO<sub>2</sub> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puede abarcar desde un valor tan bajo como aproximadamente 2,5 moles hasta un valor tan alto como aproximadamente 24 moles de SiO<sub>2</sub> por mol de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. La relación molar del óxido alcalinotérreo (YO) a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> puede variar desde aproximadamente 0,1 a 3, preferiblemente desde aproximadamente 1,0 a 1,5. De lo que an-  
25

~~408286~~

408286



tecede, sin embargo, se podría deducir fácilmente que un cambio en la relación molar de dos óxidos cualesquiera hará variar la relación de uno de tales óxidos a otro, esto es, un tercer óxido existente en la composición. A este fin, se establece más sencillamente que la sal de metal alcalinotérreo se añade al medio de reacción en una cantidad tal que el óxido de metal alcalinotérreo comprenda desde aproximadamente 0,1 a 30 % del peso en seco del pigmento, basado en la sal de metal alcalinotérreo utilizada en particular. Por ejemplo, si se emplea una sal de magnesio, el intervalo del MgO resultante estaría comprendido entre aproximadamente 0,1 y 8,0 %. Con este parámetro, los restantes constituyentes o reactivos, por ejemplo, el silicato de metal alcalino, se pueden añadir en una cantidad tal que dé la relación molar deseada de  $\text{Na}_2\text{O}$  a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , etc.

Se ha encontrado que los productos precipitados tienen tamaños de partícula sustancialmente iguales a los de los pigmentos "Zeolex" arriba considerados, esto es, que todos ellos tienen diámetros de partícula menores de 1 micra, y se caracterizan además por un brillo acrecentado (cuando se utilizan en papel) y otras cualidades, tal como se expondrá con mayor detalle más adelante en esta memoria.

En la práctica del método de la presente inven-

408286 ~~409286~~

4082.6

11



72

ción, las soluciones de la sal de aluminio y el silicato de metal alcalino se mantienen en concentraciones muy bajas y bajo fuerte agitación durante el procedimiento de mezclado y reacción entre sí de los mismos en el seno de la masa de reacción que contiene los núcleos, es decir, la sal o el hidróxido de metal alcalinotérreo.

De acuerdo con un primer método de realización de la presente invención, las soluciones diluidas de las sustancias reaccionantes se cargan lentamente en el seno del medio acuoso de dilución que contiene la sal de metal alcalinotérreo y se introducen preferiblemente en puntos muy distanciados del mismo. La masa de reacción se remueve o agita continua y enérgicamente durante todo el transcurso de la reacción, a fin de mantener la dispersión en una condición fluida. Las soluciones de silicato de metal alcalino así utilizadas deberían tener una concentración 2 molar o inferior, y la concentración de la solución de la sal de aluminio debería ser también aproximadamente 2 molar o inferior.

El medio de reacción, esto es, la masa de agua que contiene la sal de metal alcalinotérreo, debería ser preferiblemente aproximadamente la mitad de los volúmenes combinados de la solución de silicato y la solución de la sal de aluminio. A este respecto, la concentración de las soluciones en la masa de reacción debería ser como prome-

408286

~~408286~~



5 dio menor de aproximadamente 2,0 molar, dependiendo más o menos de las sustancias reaccionantes empleadas en particular, de su pureza y de otras variables. Preferiblemente, la concentración de sustancias reaccionantes se mantiene en no más de aproximadamente 1,0 molar. Las soluciones diluidas de las sustancias reaccionantes se introducen en los medios de reacción en puntos ampliamente distanciados, de tal manera que se asegura un alto grado de dilución de cada solución. Por ejemplo, se puede añadir una solución al remolino creado por la paleta del agitador, en tanto que la otra solución se añade cerca de la pared del recipiente. Alternativamente, las dos soluciones se pueden introducir en el recipiente de reacción en niveles diferentes, tal como, por ejemplo, una de ellas por debajo de la superficie, mientras que la otra se introduce cerca de la superficie o por encima de ésta, etc. Aun cuando la masa de reacción se puede espesar un tanto a medida que progresa la precipitación, al final de la reacción es una masa fluida a partir de la cual se pueden separar fácilmente los productos sólidos precipitados de la invención.

15  
20  
25 En general, la adición del silicato y la sal de aluminio se pueden iniciar simultáneamente, o bien se puede añadir una porción del silicato antes de la adición de la sal de aluminio. El pH de la reacción debería mantenerse entre aproximadamente 8 y 12, preferiblemente en-

408286

~~400286~~



tre aproximadamente 8 y 10, hasta que se haya añadido la  
totalidad del silicato alcalino. La adición de la solución  
de la sal de aluminio se puede continuar luego hasta que  
se haya reducido el pH dejándolo comprendido entre aproxi-  
5 madamente 8 y 10,0. Si bien la precipitación del producto  
de la invención se puede llevar a la práctica por la adi-  
ción simultánea de la solución del silicato alcalino y la  
solución de la sal de aluminio, se ha encontrado particu-  
larmente ventajoso añadir una porción de la solución del  
10 silicato de metal alcalino (tal como meta- o di-silicato  
de sodio) al medio de recepción antes de la introducción  
de la solución de la sal de aluminio. No se sabe de qué  
manera afecta esto al mecanismo de la reacción o proceso  
de precipitación, salvo que quizás ello afecte al efecto  
15 de formación de núcleos de la sal de metal alcalinotérreo.  
Sin embargo, los productos obtenidos de acuerdo con el  
segundo método de realización poseen propiedades ulterior-  
mente mejoradas, en particular con respecto a su brillo  
y a sus propiedades ópticas en el papel. En la práctica  
20 del segundo método de realización, la solución de silica-  
to de sodio se añade al medio de reacción o de recepción  
hasta que el pH de la masa acuosa está comprendido entre  
8 y 10. Después de ello, las soluciones del silicato de  
sodio y la sal de aluminio se añaden simultáneamente a la  
25 masa de reacción hasta que se haya añadido la cantidad

408286

~~408286~~



total de la solución de la sal de aluminio. Una vez que se ha añadido la solución de la sal de aluminio, se continúa la adición de la solución de silicato hasta que el pH de la masa de reacción está comprendido entre aproximadamente 8,0 y 10,0.

Una vez completado el procedimiento de la reacción, el pigmento precipitado se separa usualmente del líquido de reacción por filtración, si bien se pueden utilizar otros medios de separación, tales como centrifugación. En general, es preferible lavar el pigmento separado con agua para eliminar las sales solubles en agua y compuestos análogos. La torta de filtración resultante se seca luego de cualquier manera adecuada. El secado se lleva a cabo preferiblemente a temperaturas elevadas, utilizándose la temperatura de la etapa de secado para controlar el porcentaje de agua en el pigmento acabado. Por ejemplo, cuando el secado se efectúa a aproximadamente 105° C, los pigmentos contienen usualmente desde aproximadamente 7 a 12 por ciento de agua.

Debe entenderse también que la cantidad de agua que queda en el pigmento precipitado depende del tiempo, de la temperatura y de otras condiciones de secado. No es posible expresar las condiciones que se requerirán para el secado de un pigmento particular con cualquier grado de exactitud. Esto variará en gran proporción dependiendo,

408286

~~400280~~



por ejemplo, del grado de circulación de aire a través del pigmento, del tipo de aparato de secado, etc. Como es bien conocido por los expertos en la técnica, existe una diferencia sustancial en la manera en que se retienen en las composiciones de pigmentos el "agua libre" y el "agua enlazada". El agua enlazada parece estar combinada químicamente con el pigmento de silicato. Por esta razón, el agua enlazada no se desprende fácilmente a no ser que el secado se lleve a cabo a temperaturas del orden de aproximadamente 300° C. Por el contrario, el agua libre se desprende fácilmente en el secado a temperaturas relativamente moderadas, por ejemplo, hasta aproximadamente 105° C.

Como se ha expuesto arriba, las materias de pérdida o sustancias reaccionantes empleadas en la presente invención incluyen silicato de metal alcalino, las sales o hidróxidos alcalinotérreos, y sales de aluminio. Tal como se utiliza en esta memoria, el término silicatos de metal alcalino incluye todas las formas comunes de silicatos de metal alcalino tales como, por ejemplo, metasilicatos, disilicatos y vidrio soluble. Los silicatos de potasio y silicatos de sodio del tipo de los vidrios solubles son particularmente ventajosos. Debido a su coste relativamente bajo, se prefieren los silicatos de sodio. Si se emplean, los silicatos de sodio son efectivos en cualquier composición en la que la relación de  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Na}_2\text{O}$  esté

408286

~~409206~~



comprendida entre aproximadamente 1 y 3,3 : 1.

Las sales de aluminio útiles en el método de la invención son las sales de ácidos solubles en agua de aluminio, tales como sulfato de aluminio, cloruro de aluminio, 5 nitrato de aluminio y alumbre de amonio (sulfato de amonio y aluminio). Adicionalmente, la solución de sulfato de aluminio que se añade a la masa de reacción puede comprender una papilla acuosa de una sílice precipitada finamente dividida suspendida en una solución acuosa diluida de 10 la sal de aluminio y un ácido mineral. A este respecto, la solución del reactivo acuoso que contiene la sílice previamente precipitada en suspensión con la solución de la sal de aluminio se puede obtener empleando caolín finamente dividido como materia prima básica y descomponiendo el 15 caolín en una suspensión acuosa con ácido sulfúrico. El término "caolín" se utiliza en esta memoria para designar caolín o arcillas análogas compuestas predominantemente por el mineral caolinita. La descomposición del caolín se puede llevar a efecto en un recipiente abierto si el caolín se ha tostado previamente o, si se utiliza caolín sin 20 tostar, debería hacerse reaccionar éste con el ácido en un recipiente cerrado a presiones del orden de aproximadamente 10,5 a 11,3 kg/cm<sup>2</sup> como se ha descrito en la patente de los EE. UU. 2.848.346. El producto de este procedimiento de descomposición es en esencia una solución dilui 25

2.11.72

408286

~~408286~~

11 NOV



da de sulfato de aluminio que contiene sílice libre muy finamente dividida en suspensión.

Las sales o hidróxidos alcalinotérreos empleados en la presente invención incluyen las sales o hidróxidos de metales del Grupo 2a de la Table Periódica tales como magnesio, calcio y bario. Son sales preferidas las sales solubles en agua tales como los sulfatos, carbonatos, nitratos y cloruros. No obstante, se pueden emplear otras sales. Se ha encontrado que el empleo de carbonato de calcio y el de sulfato magnésico son particularmente ventajosos, por lo que se prefiere emplear dichas sales.

Como se ha indicado arriba, los pigmentos originales de la presente invención se pueden emplear o utilizar ventajosamente en recubrimientos de papel, como pigmentos de refuerzo en composiciones de caucho, en pinturas, tintas, plásticos y análogos. Tales pigmentos pueden emplearse, por ejemplo, como pigmentos de refuerzo en diversas composiciones de caucho que incluyen composiciones de caucho natural y de caucho sintético que comprenden copolímeros de butadieno 1,3-estireno, copolímeros de butadieno-acrilonitrilo, copolímeros de butadieno-isobutileno y elastómeros sintéticos análogos. Si se emplean como pigmentos de caucho del tipo descrito, los silicatos alcalinos deberían contener desde aproximadamente 1 a aproximadamente 3,3 equivalentes en moles de  $\text{SiO}_2$  por cada equi

408286

~~408286~~

71



valente en moles de  $\text{Na}_2\text{O}$ .

Si bien los pigmentos producidos de acuerdo con la invención se pueden emplear en un gran número de aplicaciones, se ha descubierto inesperadamente que los productos obtenidos en esta memoria son particularmente y de modo excelente apropiados para uso en papel. A este respecto, los pigmentos producidos para cargas de papel como se describe en esta memoria deberían emplear silicatos alcalinos que tengan  $\text{SiO}_2$  en una relación molar comprendida entre aproximadamente 1,5 y aproximadamente 3,3 con respecto al contenido del óxido alcalino ( $\text{Na}_2\text{O}$ ).

Antes de pasar a ejemplos específicos de la invención, debería observarse que si bien el pH del medio de reacción se mantiene en el intervalo que va desde aproximadamente 8 a 12, una característica original de la invención reside en la aptitud para obtener un producto dado constantemente aun cuando el pH se varíe durante el período de la reacción, lo mismo que si se mantiene constante en toda la duración de aquella. Asimismo, modificando el pH de la masa de reacción, se pueden producir pigmentos de diferentes propiedades y características.

Los Ejemplos que siguen servirán para ilustrar adicionalmente la presente invención, si bien debe entenderse claramente que los mismos no tienen en absoluto por objeto limitar aquella. Las Tablas que siguen a los Ejem-

408286

~~408286~~



plos indican propiedades y características específicas de los productos de los Ejemplos que no están incluidas de otro modo en dichos Ejemplos.

EJEMPLO 1

5

Se preparó una solución diluida de silicato alcalino disolviendo 2150 kg de silicato de sodio ( $\text{Na}_2\text{O} \cdot 0.2, 5 \text{SiO}_2$ ) en 8980 litros de agua. Se preparó una solución diluida separada de sulfato de aluminio disolviendo 1135 kg de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$  en 3785 litros de agua. Se cargó un recipiente de reacción de 28400 litros provisto de una paleta de agitación de tipo hélice con 5835 litros de agua a la que se habían añadido 582 kg de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ , y se puso en marcha el agitador. Se cargó la solución de silicato de sodio al recipiente de reacción a un ritmo de 176 litros por minuto en forma de una corriente fluida directamente en el remolino formado por la paleta rotativa del agitador. La adición de la solución de silicato de sodio se continuó durante un período de 16 minutos, al final de cuyo período el pH de la masa de reacción era de 9,9. Después de ello, y mientras se continuaba introduciendo la solución de silicato, se introdujo la solución de sulfato de aluminio a un ritmo de 95 litros por minuto durante un período adicional de 35 minutos. Durante la adición simultánea de la solución de silicato y la sal de aluminio, se redujo

10

15

20

25

2.11.72

408286

~~408286~~



5 el pH a aproximadamente 9,5. Al final del período de reac-  
ción de 51 minutos, se había añadido la totalidad de la  
solución de silicato. Después de ello se continuó la adi-  
ción de la solución de sulfato de aluminio hasta que el  
10 pH final de la masa de reacción fué de 8,8. Esto requirió  
5,0 minutos adicionales. La temperatura de las soluciones  
de las sustancias reaccionantes introducidas en el reci-  
piente de reacción, así como la del medio de recepción,  
se mantuvo aproximadamente a 65° C a lo largo de toda la  
15 reacción. Una vez que el pH de la masa de reacción se  
redujo a 8,8 y se hubo añadido la totalidad de la sal  
de sulfato, se continuó la agitación de la masa de reac-  
ción durante 15 minutos más. El precipitado se separó  
luego por filtración, y se lavó cuidadosamente con agua  
a la temperatura ambiente. La torta de filtración resul-  
tante se secó a 110° C. La torta se pulverizó en un mo-  
lino de martillos. El material así producido era un só-  
lido en partículas de color blanco finamente dividido  
constituido por partículas menores de 0,5 micras de  
20 diámetro, aproximadamente el 97 % de las cuales eran me-  
nores de 0,05 micras de diámetro. La densidad relati-  
va del producto era 2,2. La densidad de vertido era 0,152  
kg/l., y el producto tenía una superficie B.E.T. de 97 m<sup>2</sup>/g.  
A partir de un análisis químico del producto se calculó la

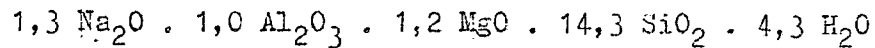
25

408286

~~408286~~



fórmula siguiente:



EJEMPLO 2

5            Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excep-  
to que el silicato de sodio empleado contenía 1,4, 1,83,  
2,34, 2,8, y 3,35 moles de  $\text{SiO}_2$  por cada mol de  $\text{Na}_2\text{O}$ , res-  
pectivamente. Los productos obtenidos en este Ejemplo po-  
seían propiedades similares a las del producto del Ejemplo  
10 1.

EJEMPLO 3

15            Se repitió el procedimiento general del Ejemplo  
1, excepto que se emplearon cloruro de magnesio, hidróxido  
de magnesio y nitrato de magnesio en lugar del sulfato de  
magnesio del Ejemplo 1. Los productos obtenidos fueron esen-  
cialmente iguales a los del Ejemplo 1.

EJEMPLO 4

20            Se repitió el procedimiento general del Ejemplo  
1, excepto que las soluciones de sulfato de aluminio y si-  
licato de sodio se añadieron simultáneamente al principio  
de la reacción o procedimiento de precipitación. Además  
de ello, el pH de la masa de reacción se mantuvo constan-  
25 te (8,0) ajustando el ritmo de adición de las dos solu-

408286

~~409286~~



5 ciones. Al final del período de reacción, que requirió 51 minutos, el pH final de la papilla se aumentó a 9,5 por la adición de una solución diluida del silicato. Esto requirió 3 minutos más. El producto obtenido en este Ejemplo era sustancialmente igual al producto del Ejemplo 1.

EJEMPLO 5

10 Se repitió el procedimiento general del Ejemplo 1 excepto que se emplearon cloruro de aluminio, nitrato de aluminio y alumbre de amonio en sustitución del sulfato de aluminio empleado en el Ejemplo 1. Los productos obtenidos eran esencialmente iguales a los del Ejemplo 1.

EJEMPLO 6

15 Se repitió el procedimiento general del Ejemplo 1, excepto que, en una serie de dos operaciones de ensayo, el recipiente de reacción se cargó con 5600 litros de agua a la que se habían añadido 490 kg de sulfato de calcio y 478 kg de carbonato de calcio, respectivamente. Después que el precipitado se hubo recuperado por filtración, lavado y secado, el producto de la operación de ensayo Núm. 20 2 se volvió a empastar y se trató con suficiente cantidad de HCl para reducir el pH de la papilla a aproximadamente

25

408286 ~~409286~~



3,5. Después de ello se añadió suficiente cantidad de NaOH a la papilla de pigmento para aumentar el pH de la papilla a 8,8. Los productos obtenidos tanto antes como después del tratamiento adicional con NaOH poseían propiedades similares a las de los productos del Ejemplo 1. En una serie de ensayos ulteriores, se repitió el procedimiento general anterior, excepto que la cantidad de la sal de calcio se varió, y se empleó silicato de sodio en sustitución del NaOH. (Véase Tabla 3 más adelante).

#### EJEMPLO 7

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que la solución de sulfato de aluminio estaba constituida por una papilla de sílice precipitada finamente dividida en una solución de sulfato de aluminio que se preparó haciendo reaccionar 1475 kg de caolín comercial con 1815 kg de ácido sulfúrico en 3785 litros de agua. La papilla se formó agitando el caolín con el ácido sulfúrico en un autoclave revestido de plomo a una temperatura de 185° C durante 10 horas. Esta masa de reacción se enfrió, se descargó y se llevó a un volumen de 11370 litros por adición de agua. Cuando se llevó a cabo un examen, se comprobó que las partículas de sílice precipitada finamente divididas que estaban en suspensión en la solución

408286

~~408286~~

11 NO



acuosa de sulfato de aluminio eran casi todas ellas menores de 0,2 micras en su dimensión mayor. La solución diluida separada del silicato de sodio y la solución de sulfato de aluminio que contenía la sílice precipitada finalmente dividida se cargó luego al recipiente de reacción  
5 de la misma manera que en el Ejemplo 1. El precipitado se recuperó por filtración con agua y se secó a 110° C. La torta de filtración se obtuvo en forma de terrones blandos. Cuando se pasaron estos terrones a través de un  
10 molino de martillos se obtuvo un polvo de color blanco, siendo prácticamente la totalidad de las partículas del mismo menores de 0,5 micras en su diámetro mayor.

#### EJEMPLO 8

15 Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que se cargó el recipiente de reacción con 5680 litros de agua a la que se añadieron 492 kg de sulfato de bario. El producto obtenido en este Ejemplo era sustancialmente igual al del Ejemplo 1.

20

#### EJEMPLO 9

Se repitió el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que se cargó una mezcla de  $MgSO_4 \cdot 7 H_2O$  y  $CaCO_3$  (291 kg de cada uno, o sea un total de 582 kg) al recipiente  
25 de reacción que contenía 5835 litros de agua. Las pro

2.11.72

408286

~~408286~~



5      propiedades generales del producto obtenido en este Ejemplo  
(por ejemplo, tamaño de partícula, superficie, densidad,  
etc.) eran semejantes a las del producto del Ejemplo 1.  
otras propiedades del pigmento se muestran en la Tabla  
que se da más adelante en esta memoria.

#### EJEMPLO 10

10      Se utilizó el procedimiento general del Ejemplo 1  
para preparar 7 cargas en intervalos distintos de pH de  
reacción. La Figura del dibujo adjunto muestra los interva  
los de pH de reacción en los que se precipitaron estas car  
gas. Estos Ejemplos demuestran claramente la flexibilidad  
del método de la invención para obtener un producto dado  
constantemente. La Tabla 4 muestra el efecto de estas varia  
15      ciones sobre las propiedades físicas del producto. La Ta  
bla 5 ilustra las propiedades para papel de buena calidad  
de los productos obtenidos de acuerdo con este Ejemplo.

#### EJEMPLO 11

20      Se repitió el procedimiento general del Ejemplo  
1, excepto que se varió la cantidad de  $MgSO_4$  añadida al  
medio de recepción (véase la Tabla 2 más adelante) de  
tal manera que el producto final contenía cantidades va  
riables de magnesio basadas en el peso en seco del produc  
25      to.

~~408286~~

408286



~~408286~~

408286

TABLA 1

PROPIEDADES QUIMICO-FISICAS DE PIGMENTOS MODIFICADOS CON MAGNESIO Y CALCIO

Pigmento	Brillo del % IOI Pigmento (Elrepho)	7,0	11,3	4,4	6,2	Rechazo del Tamiz de 44 micras de abertura, %	Absorción de aceite cc/100 g	Densidad, Kz/Litro Vertido Compactado	Superficie B.E.T.
Ejemplo 1 MgSO <sub>4</sub>	90,8	7,0	11,3	4,4	6,2		132	0,160	97
Ejemplo 2 MgSO <sub>4</sub>	91,6	8,1	10,9	3,7	2,7		140	0,138	114
Ejemplo 2 MgSO <sub>4</sub>	91,6	8,1	11,4	5,1	5,5		156	0,160	106
Ejemplo 2 MgSO <sub>4</sub>	91,0	7,6	11,2	3,6	10,9		135	0,167	102
Ejemplo 2 MgSO <sub>4</sub>	91,1	7,5	11,3	4,8	7,5		140	0,160	122
Ejemplo 2 MgSO <sub>4</sub>	91,7	8,0	11,3	0,9	8,0		136	0,173	105
Ejemplo 3 MgCl <sub>2</sub>	90,4	9,7	10,6	0,8	4,3		138	0,163	142
Ejemplo 3 Mg(OH) <sub>2</sub>	90,8	9,2	10,4	2,4	7,8		131	0,163	142
Ejemplo 3 MgNO <sub>3</sub>	91,0	9,6	10,1	1,8	6,8		135	0,192	176
Ejemplo 4 MgSO <sub>4</sub>	91,3	8,1	11,0	5,3	6,6		148	0,147	119
Ejemplo 6 CaSO <sub>4</sub>	90,8	8,5	11,3	1,25	6,0		132	0,162	105
Ejemplo 6 CaCO <sub>3</sub>	91,0	9,3	10,9	0,81	8,0		170	0,159	111
Ejemplo 8 BaSO <sub>4</sub>	91,2	9,0	11,3	1,01	6,5		160	0,163	112
Ejemplo 9 MgSO <sub>4</sub> y CaCO <sub>3</sub>	91,4	8,9	11,0	1,04	7,5		156	0,167	130

408286

~~408286~~

408286

~~408286~~



TABLA 2

PROPIEDADES DE PAPII FINO DE LOS PIGMENTOS MODIFICADOS CON MAGNESIO

Pigmento	% Mg en el Pigmento	% de Sólidos de la Torta Humeda	% de Car-ga	% de Retención de Pigmento	Brillo TAPPI	Opacidad TAPPI
Zeolex 23 sin car-ga (testigo)	Nada	28,4	369	56	87,0	80,0
Ejemplo 11				52	88,0	81,2
				50	88,3	82,1
				50	88,9	83,0
Ejemplo 11	0,43	26,4	369	49	88,0	81,6
				53	88,6	82,9
				50	89,3	83,8
Ejemplo 11	0,49	27,5	369	48	87,9	81,6
				45	88,5	83,0
				42	88,9	83,9
Ejemplo 11	0,43	29,3	369	48	88,0	81,6
				53	88,8	83,1
				50	89,0	84,1
Ejemplo 11	0,55	26,4	369	57	88,0	81,5
				52	88,6	82,7
				49	89,0	83,6
Ejemplo 11	0,56	29,7	369	51	88,2	81,6
				47	88,9	82,9
				44	89,3	83,9

408286

~~408286~~

11

~~408286~~

408286

TABLA 2 (CONTINUACION)

PROPIEDADES DE PAPEL FINO DE LOS PIGMENTOS MOPPTICADOS CON MAGNESIO						
Pigmento	% Mg en el Pigmento	% de Sólidos de la Torte Humeda	% de Carga	% de Retención de Pigmento	Brillo TAPPI	Opacidad TAPPI
Ejemplo 11	1,5	28,7	3 6 9	53 51 52	88,4 88,9 89,3 89,5	79,3 81,6 83,2 84,0
Ejemplo 11	3,3	24,0	3 6 9	48 46 48	88,9 89,3 89,5	81,7 83,6 84,9
Ejemplo 11	2,7	26,0	3 6 9	48 47 47	89,0 89,5 89,8	81,2 82,8 83,8
Ejemplo 11	2,7	24,1	3 6 9	44 42 47	89,0 89,5 89,7	81,5 82,9 83,5
Ejemplo 11 (Nota: En este ensayo el pigmento se re-em-pasto y se trató de acuerdo con el Ejemplo 6)	1,8	27,3	3 6 9	44 44 42	89,2 89,8 90,2	81,0 83,3 84,2
Ejemplo 11	8,0	26,6	3 6 9	45 44 42	89,2 89,6 90,0	81,7 83,7 84,9

408286

~~408286~~

TABLA 3

PROPIEDADES DE PAPEL FINO DE LOS PIGMENTOS MODIFICADOS CON

ALCANTO Y BARIO

Pigmento	% Ca en el pigmento	% de Sólidos de la Torta Húmeda	% de Carga	% de Retención de Pigmento	Brillo TAPPI	Opacidad TAPPI
Sin carga	Nada	28,6	-	-	88,0	80,3
Zeolax 23 (Testigo)			369	5552	88,7 89,0 89,2	82,0 82,5 84,3
Ejemplo 6 (CASO <sub>4</sub> )	0,4	24,3	369	525756	88,7 89,1 89,4	82,2 83,7 84,7
Ejemplo 6 (CASO <sub>4</sub> )	0,55	23,6	369	474946	88,9 89,1 89,4	82,1 83,6 84,7
Ejemplo 6 (CASO <sub>4</sub> )	4,1	25,4	369	474947	89,2 89,4 89,7	82,0 83,4 84,6
Ejemplo 6 (CaCO <sub>3</sub> )	4,3	25,2	369	474947	89,2 89,4 89,7	82,0 83,3 84,4
Ejemplo 6 (CASO <sub>4</sub> )	4,6	28,8	369	474946	89,6 89,9 89,9	82,4 84,1 85,5
Ejemplo 6 (CaCO <sub>3</sub> )	3,9	29,0	369	474746	89,1 89,4 89,6	82,2 83,8 85,1
Ejemplo 8 (BaSO <sub>4</sub> )	4,0	28,7	369	464946	89,1 89,4 89,6	82,2 84,0 86,3

% Ba en el Pigmento

408286

~~408286~~





408286 111  
~~408286~~

408286  
~~408286~~

TABLA 4

PROPIEDADES FISICAS Y CONDICIONES DE REACCION DE LOS PIGMENTOS MODIFICADOS CON MAGNESIO DE ACUERDO CON EL EJEMPLO 10

Opera- ción No.	Minutos de exceso de Silicato	Intervalo de pH durante la precipitación	pH Final	% LOI	Abrasión Valley, mg de pér- didas	Rechazo del tamiz de 44 mi- cras de abertura, %	Superfi- cie BET, m <sup>2</sup> /g	Absorción de aceite cc/100g	Brillo del pigmento
1	16	10,0-10,0	8,8	6,52	4,5	0,24	110	112	93,3
2	16	10,0-9,0	8,8	6,81	5,6	0,16	101	110	93,5
3	16	10,0-9,0	8,8	6,53	6,5	0,12	71	108	93,3
4	20	10,5-10,5	8,8	6,42	5,6	0,48	124	118	92,7
5	20	10,5-9,5	8,8	6,43	4,2	0,12	108	120	93,3
6	20	10,5-9,5	8,8	6,55	2,9	0,14	82	110	93,5
7	6	8,0-8,0	9,8	7,06	4,1	0,06	75	137	94,5
8	6	8,0-9,0	9,8	6,38	2,9	0,04	59	127	94,1
9	6	8,0-9,8	9,8	6,56	1,5	0,10	61	136	93,2

408280

~~408280~~

408280 11

~~408280~~



TABLA 5

PROPIEDADES DE PAPEL FINO DE LOS PIGMENTOS DE SILICATO MODIFICADOS CON MAGNESIO SECADOS Y MOILOS, PRODUCTIVOS

DE ACUERDO CON EL EJEMPLO 10

Operación Num.	Minutos de exceso de Silicato	Intervalo de durante la preparación	pH Final	% de Carga	% de Retención de pigmentos	Brillo TAPPI	Opacidad de los pigmentos TAPPI
Testigo				sin carga			
1	16	10,0-10,0	8,8	3	50	85,6	82,0
2	16	10,0-9,0	8,8	9	49	87,1	85,0
3	16	10,0-9,0	8,8	9	48	87,1	87,0
4	20	10,5-10,5	8,8	9	51	88,5	88,3
5	20	10,5-9,5	8,8	9	51	87,9	85,0
6	20	10,5-9,5	8,8	9	50	88,5	88,2
7	6	8,0-8,0	9,8	9	47	87,9	86,9
8	6	8,0-9,0	9,8	9	50	88,5	88,1
9	6	8,0-9,8	9,8	9	48	87,1	85,0
				9	49	89,1	89,0
				9	48	88,3	87,6
				9	50	89,0	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6
				9	50	89,1	89,4
				9	48	87,1	87,6
				9	49	88,3	87,6

408286

~~408286~~

11



La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 5 de Noviembre de 1.971 con el número 198.022, se acoge a los beneficios del articulo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

10

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:

15

1º.- Un método para producir sólidos divididos en partículas de aluminio-silicato precipitado finamente divididos, comprendiendo dicho método las etapas de introducir soluciones acuosas diluidas de un silicato alcalino y una sal de aluminio y un ácido mineral en un medio de recepción acuoso agitado que contiene una sal o un hidróxido de un metal alcalinotérreo, mantener la masa de reacción resultante a un pH comprendido en el intervalo que va desde aproximadamente 8 a 12 durante la reacción para producir así en dicho medio de reacción fluido sólidos divididos en partículas precipitados de color blanco

25

2.11.72

*Ray*

408286

~~409286~~



11

1972

5 muy finos, compuestos principalmente por óxidos de un metal alcalinotérreo, un metal alcalino, aluminio y silicio, teniendo la totalidad de dichos sólidos divididos en partículas precipitados finamente divididos diámetros menores de 1 micra.

10 2º.- El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dichas soluciones diluidas de dichos silicato alcalino y sal de aluminio se introducen en dicho medio de recepción acuoso en puntos muy distanciados, y en el que dichas soluciones del silicato alcalino y sal de aluminio se encuentran en concentración no mayor de 1 molar y dicho silicato alcalino contiene  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  en una relación molar comprendida entre aproximadamente 1 y 3,3:1.

15 3º.- El método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el volumen inicial de dicho medio de recepción acuoso es al menos la mitad del volumen combinado de dichas soluciones del silicato de metal alcalino y la sal de aluminio, y en el que dicha sal de metal alcalinotérreo o hidróxido de metal alcalinotérreo está presente  
20 en dicho medio de recepción acuoso en una cantidad tal que el metal alcalinotérreo comprende desde aproximadamente 0,1 a 8,0 % basado en el peso en seco del material sólido precipitado dividido en partículas.

25 4º.- El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la masa de reacción acuosa se mantiene a un

2.11.72

408286

~~409286~~

30 ABR 1975



pH comprendido en el intervalo que va desde aproximadamente 8 a 12 mientras que se combinan dichas soluciones del silicato alcalino y la sal de aluminio; comprendiendo dicho método ulteriormente reducir el pH del medio de reacción fluido a un pH comprendido entre aproximadamente 8 y 9,5 al final del período de reacción.

5 5º.- El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la sal de metal alcalinotérreo es una sal soluble en agua de calcio, magnesio o bario.

10 6º.- El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha sal de aluminio incluye una sílice precipitada finamente dividida suspendida en una solución acuosa diluida de aquélla.

15 7º.- El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicho silicato alcalino en solución acuosa se selecciona del grupo constituido por los silicatos de sodio y de potasio y dicha sal de metal alcalinotérreo en dicho medio de recepción acuoso se selecciona del grupo constituido por las sales solubles en agua de magnesio, calcio y bario o mezclas de las mismas; la adición de dicho silicato alcalino a dicho medio de recepción se continúa hasta que el pH de dicho medio de recepción es al menos de 8 y durante un período de tiempo tal que se efectúe una reacción inicial entre dicho silicato alcalino y dicha sal de metal alcalinotérreo; introduciéndolo

25

109

29-4-75

- 33 -

408286

~~409286~~



se dicha sal de aluminio y un ácido mineral en solución diluida en dicho medio de recepción mientras que se continúa la adición de dicho silicato alcalino para producir así en dicho medio sólidos divididos en partículas precipitados de color blanco muy finos, compuestos principalmente de óxidos de dicho metal alcalinotérreo, dicho metal alcalino, aluminio y silicio; se ajusta el pH del medio de reacción fluido hasta dejarlo comprendido entre aproximadamente 8 y 10; y se separan, secan y desintegran dichos precipitados para obtener un pigmento que tiene un tamaño de partícula no mayor de 1 micra de diámetro.

8º.- El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que dichas soluciones diluidas del silicato alcalino y la sal de aluminio tienen una concentración no mayor de 1 molar y dicho silicato alcalino contiene  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Na}_2\text{O}$  en una relación molar comprendida entre aproximadamente 1 y 3,3 : 1, comprendiendo además dicho método mantener la concentración de dicha sal de metal alcalinotérreo en dicho medio de recepción de tal manera que el metal alcalinotérreo comprenda desde aproximadamente 0,1 a 30,0% basado en el peso seco del material sólido dividido en partículas precipitado.

9º.- El método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que dicha solución diluida de la sal de alumi-

408286



~~409286~~

5      nio incluye sílice precipitada finamente dividida en sus-  
pensión en aquélla.

10º.- Un método para producir sólidos divididos  
en partículas de aluminio-silicato precipitado finamente  
5      divididos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-  
cede, representado en los dibujos que se acompañan y para  
los fines que se han especificado.

10      Esta Memoria consta de treinta y cinco hojas  
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

30 ABR. 1975

P.A.

Alberio de ~~Alberio~~

por Poder

15

20

25

29-4-75

- 35 -

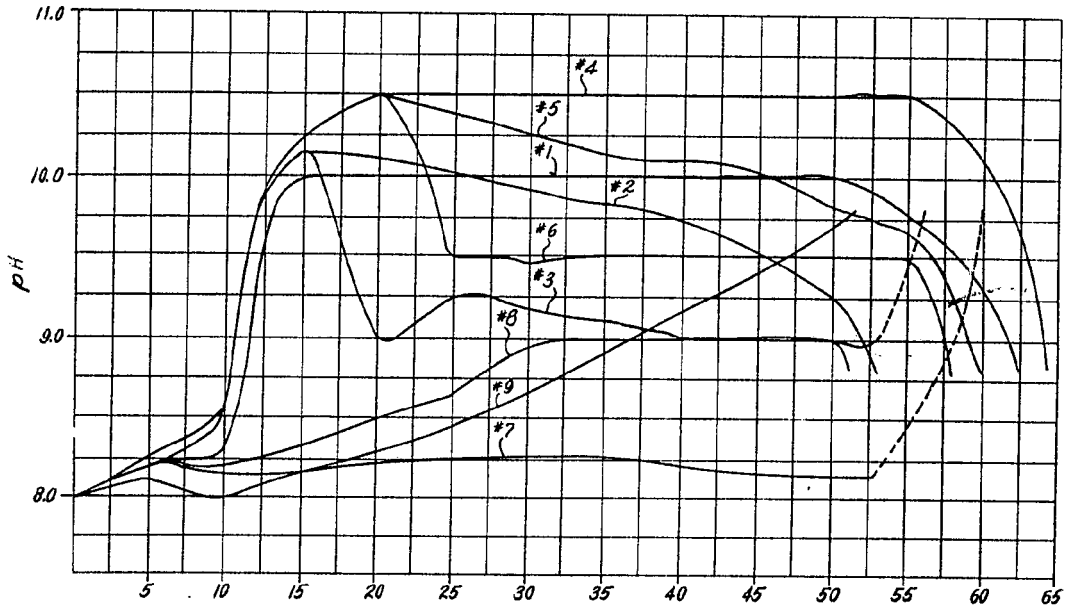
RRA

30 ABR. 1973



408286

~~409286~~



Alberto de ~~XXXXXXXXXX~~  
For Eder