



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 204 789**

⑤① Int. Cl.7: **C01B 33/193**

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud: **01119007 .1**

⑧⑥ Fecha de presentación: **07.08.2001**

⑧⑦ Número de presentación de la solicitud: **1193220**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **03.04.2002**

⑤④ Título: **Ácido silícico precipitado dopado.**

③⑩ Prioridad: **30.09.2000 DE 100 48 616**

④⑤ Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.05.2004

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.05.2004

⑦③ Titular/es: **Degussa AG.**
Bennigsenplatz 1
40474 Düsseldorf, DE

⑦② Inventor/es: **Schubert, Jürgen;**
Hellwig, Klaus-Dieter y
Müller, Astrid

⑦④ Agente: **Roeb Díaz-Álvarez, María**

ES 2 204 789 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Ácido silícico precipitado dopado.

5 La invención se refiere al ácido silícico precipitado dopado con óxido de aluminio, a un procedimiento para su producción y al uso de este ácido silícico precipitado dopado con aluminio.

10 Son conocidos los ácidos silícicos y los silicatos de aluminio que se obtienen por precipitación en una solución de silicato sódico y ácido sulfúrico, una solución de silicato sódico y adición posterior de una sal metálica soluble. Durante este procedimiento de producción se añaden de manera diferente iones metálicos en forma de sus sales o de sus soluciones, así por ejemplo, iones de Zr, Ti, Zn. Estos iones pueden también unirse químicamente con los componentes de la superficie del ácido silícico/silicato, no pudiendo ser lavados de la misma con un lavado sencillo. Estos iones crean cargas catiónicas en la superficie del ácido silícico/silicato y cuando se utiliza en el estucado de papel, por ejemplo, papel para impresión por chorro de tinta, son las responsables de la fijación de la mayoría de los colorantes aniónicos y de los colores brillantes en el estucado del papel.

15 Para la utilización en la industria papelera se requieren cargas que por ejemplo absorban bien la tinta en los medios para impresión por chorro de tinta y que mantengan el brillo de los colores. Para poder aumentar la velocidad de impresión y reducir el tamaño de punto de impresión en la impresión por chorro de tinta, es indispensable que el secado sea rápido. Una posibilidad para satisfacer estos requisitos es la aplicación de recubrimientos que contienen ácido silícico sobre los medios. Estos recubrimientos hacen posible una absorción rápida de la tinta, mejorando la nitidez del punto y facilitando la dispersión circular definida de la gota de tinta. Además evitan la translucidez o traspaso de la tinta y crean una elevada densidad de color.

20 Por lo tanto, en la industria papelera se necesitan cargas dispersables extremadamente ligeras, que por ejemplo, absorban bien la tinta en el papel para impresión por chorro de tinta o en láminas para impresión por chorro de tinta y que mantengan el brillo de los colores.

Memoria descriptiva de la invención

30 La producción de ácidos silícicos y silicatos dopados y no dopados se han descrito profusamente, por ejemplo, en los documentos EP 0 643 0 15, DE 117 22 45, EP 0 798 266, DE 314 42 99 ó DE 124 50 06.

35 Todas las precipitaciones allí descritas para la producción de ácido silícico incluyen tres pasos de procedimiento. 1) Adición de agua y opcionalmente una solución de silicato sódico, opcionalmente el ajuste del pH y la conductividad por adición de sales o de sus soluciones (por ejemplo, sulfato sódico); 2) Fase de precipitación; aquí tiene lugar la precipitación del ácido silícico o del silicato generalmente por adición de un ácido mineral, como el ácido sulfúrico; 3) Acidificación de la suspensión de ácido silícico/silicato antes del procesamiento posterior. Las tres fases se caracterizan por un régimen determinado de temperatura, dosificación y pH, por una posible etapa de interrupción y/o etapas intermedias o por adición de diferentes sales o de sus soluciones.

40 Para producir sitios catiónicos (Sites) sobre la superficie del ácido silícico/silicatos, se añaden iones metálicos, como mínimo bivalentes, al ácido silícico precipitado (EP 0 493 203). Estos metales pueden ser metales alcalinotérreos, metales de tierras raras, metales de transición (por ejemplo, Ti, Zr, Fe, Ni, Zn) o aluminio. Estos metales pueden añadirse como iones en forma de sus sales o de sus soluciones. En el caso de las sales, éstas pueden ser sales orgánicas o complejos, por ejemplo, carbonatos, policarbonatos o también sales inorgánicas, como halogenuros, oxihalogenuros, nitratos, fosfatos, sulfatos, oxisulfatos, hidróxidos, oxihidróxidos.

45 Los iones citados desarrollan su acción sobre todo cuando se integran en la superficie de los ácidos silícicos (unidos químicamente y/o fijados físicamente). Sin embargo, para ello no es suficiente el tratamiento de un ácido silícico ya precipitado o de un silicato ya precipitado (suspensiones de los mismos) con sales o soluciones de los citados iones.

50 El documento EP 0 492 263 da a conocer este tipo de ácidos silícicos o el procedimiento. Para su obtención se aplican sales metálicas para el dopado, o bien sobre ácido silícico ya preparado y resuspendido o sobre suspensiones de ácido silícico ya precipitado pero sin filtrar. En ambos casos, se depositan iones metálicos sobre la superficie de las partículas, aunque no tiene lugar una unión química de los metales al esqueleto del silicato. De esta manera, los ácidos silícicos dopados preparados así sangran ligeramente o bien los iones metálicos pueden liberarse de nuevo.

55 Con frecuencia, es necesario triturar los ácidos silícicos para obtener un tamaño de partícula determinado. Los ácidos silícicos no triturados se someten también en otros pasos del procesamiento a cargas mecánicas (por ejemplo, por mezclado o amasado), que pueden dar lugar a la destrucción parcial de las partículas originales.

60 Si se destruyen las partículas de ácido silícico que sólo están dopadas en la superficie con metales extraños, entonces estas partículas más pequeñas presentan superficies que no presentan ningún átomo extraño.

65 Por lo tanto, era objeto de la presente invención proporcionar ácidos silícicos dopados con aluminio en los que el aluminio está en su mayor parte incluido dentro del esqueleto del silicato.

ES 2 204 789 T3

Por lo tanto, son objeto de la presente invención ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio, donde las partículas de ácido silícico presentan una superficie BET de más de 300 m²/g y donde el aluminio está distribuido uniformemente en las partículas de ácido silícico.

5 Se prefiere realizar el dopado con Al₂O₃. El porcentaje de masas cuando se utilizan otros compuestos de aluminio puede atribuirse al Al₂O₃.

Los ácidos silícicos de la invención presentan preferiblemente los siguientes parámetros que pueden cumplirse de forma independiente o simultáneamente: contenido de Al₂O₃ desde 0,05 hasta 0,5% en peso, preferiblemente desde 10 0,05 hasta 0,25% en peso, absorción DBP desde 500 hasta 200 g/100 g, preferiblemente desde 250 hasta 350 g/100 g. Tamaño de partícula inferior a 15 μm, preferiblemente desde 5 hasta 12 μm y especialmente desde 10 hasta 12 μm.

La superficie BET de los ácidos silícicos de la invención es superior a 300 m²/g, preferiblemente entre 350 y 800 m²/g, prefiriéndose especialmente entre 350 y 600 m²/g.

15 Además, es objeto de la invención un procedimiento para la producción de los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio, donde sucesivamente

20 a) se calienta una mezcla de agua y silicato sódico hasta 70 a 86°C y se mezcla con ácido sulfúrico hasta la neutralización de la mitad del silicato sódico,

b) la mezcla se deja envejecer desde 30 hasta 120 minutos,

25 c) el pH de la mezcla se ajusta a un valor de 3,0 a 7,0 añadiendo ácido sulfúrico,

d) la mezcla se filtra y se lava la torta del filtro,

e) la torta del filtro lavada se seca por pulverización y/o se tritura,

30 con la condición de que en los pasos del procedimiento a y/o c se añade una solución salina de aluminio, los ácidos silícicos precipitados presenten una superficie BET de más de 300 m²/g y de que el aluminio se distribuya uniformemente entre las partículas de ácido silícico.

35 Los ácidos silícicos precipitados así obtenidos se pueden filtrar después de su obtención y volverlos a dispersar en agua o reutilizarse después del secado de la torta del filtro (por ejemplo, en un secador de pulverización, en un secador de torre de tobera, en un turbosecador o en un horno de tambor) y del triturado (en seco o en mojado, por ejemplo en una laminadora de inyección en mojado).

40 Las citadas sales de aluminio pueden añadirse en forma de sus sales, por ejemplo, en forma de cloruros, nitratos, carbonatos, óxidos, hidróxidos, oxiclорuros, fosfatos, oxihidróxidos, óxidosulfatos, policarbonatos y/o sulfatos en diferentes instantes y en las diferentes etapas del procedimiento de la invención, es decir, del precipitado. La solución salina de aluminio se puede añadir continuamente durante los pasos del procedimiento a) y/o c) a la mezcla. Además, la solución salina de aluminio se puede añadir en el paso del procedimiento a) y/o c), en cada uno de los casos antes de la adición de ácido sulfúrico a la mezcla. En cada forma de realización se garantiza una estructura óptima o lo que 45 es lo mismo, una buena unión físico-química de los iones con la superficie del ácido silícico/silicato que todavía se encuentra en crecimiento e incluso con cantidades pequeñas de iones de aluminio se puede obtener una concentración elevada eficaz en la superficie de las partículas de ácido silícico.

50 Hay que señalar que en esta forma de realizar el dopado, el aluminio se puede volver a eliminar destruyendo la estructura del ácido silícico/silicato.

Si se añaden sales de aluminio a lo largo de todo el proceso de precipitado, entonces éstas también se incluirán en las estructuras internas del ácido silícico/silicato. De esta forma, con un triturado opcional posterior (secado o triturado en húmedo) de los ácidos silícicos de la invención, se obtienen de nuevo partículas que presentan en toda su superficie 55 sitios catiónicos (Sites).

60 Sin embargo, los porcentajes de aluminio en las regiones superficiales de las partículas pueden variar y ser superiores a los porcentajes en peso calculados para la masa de las partículas, sobre todo cuando la adición tiene lugar cuando ha finalizado la adición del ácido sulfúrico.

En una forma de realización especial puede trabajarse en uno o varios de los pasos del procedimiento a), b) y c) en condiciones de cizallamiento, por ejemplo, con un reactor Dispax.

65 La adición del aluminio también puede tener lugar en una solución de ácido sulfúrico. Convenientemente, se disuelve el sulfato de aluminio en el ácido sulfúrico que también se utiliza para la precipitación del ácido silícico.

Los parámetros generales de la reacción de precipitación como temperatura, velocidad de agitación, concentración de la solución de silicato sódico o de ácido sulfúrico corresponden a los de la producción de ácidos silícicos

ES 2 204 789 T3

precipitados no dopados y pueden encontrarse, por ejemplo, en los documentos DE 117 22 45, EP 0 798 266, DE 314 42 99 o DE 124 50 06.

Uso de los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio de la invención

5 Las tintas actuales, sobre todo las utilizadas en todos los tipos utilizados para la llamada impresión de chorro de tinta y sus procedimientos relacionados, son de naturaleza aniónica. Por lo tanto, tienen una gran importancia la fijación del colorante (colorantes y pigmentos), el brillo del color, la nitidez y profundidad de la impresión, de manera que los medios a imprimir sobre su superficie o en sus regiones superficiales, presentan partículas con una superficie al menos parcialmente catiónica.

10 Los ácidos silícicos y los silicatos se utilizan hoy en día mucho para las formulaciones para estucado anteriormente mencionadas (por ejemplo, estucado del papel, estucado de láminas). Debido a la frecuente utilización de colorantes aniónicos, se hace necesario introducir una modificación en estos ácidos silícicos y silicatos, de manera que en su superficie se originen sitios catiónicos (Sites) activos accesibles que cumplan los requisitos exigidos hoy en día.

15 Debido a la influencia de los iones metálicos incluidos sobre el índice de refracción, se desprenden otras ventajas en cuanto a la utilización en medios transparentes, así por ejemplo, cuando se utilizan ácidos silícicos/silicatos en el estucado de láminas.

20 Por lo tanto también es objeto de la invención la utilización de los ácidos silícicos dopados con aluminio o los ácidos silícicos dopados producidos mediante el procedimiento de la invención como aditivo durante la producción de medios para impresión o como agente para el mateado.

25 Especialmente, pueden utilizarse los ácidos silícicos de la invención para el estucado de papel, por ejemplo papeles para impresión por chorro de tinta y para el estucado de otros medios para impresión, como láminas, láminas para transparencias o para el grabado de tejidos, lienzos o papel en general.

30 Los ácidos silícicos de la invención pueden utilizarse no sólo como productos secos y eventualmente triturados, sino también como dispersiones. Las principales ventajas para el procesamiento o ventajas económicas son sobre todo las derivadas de la utilización de las tortas de filtro dispersadas de los ácidos silícicos o silicatos precipitados de la invención.

35 Los ácidos silícicos precipitados de la invención pueden también hidrofobizarse total o parcialmente mediante tratamiento con silanos, como se describe por ejemplo en los documentos DE 117 22 45, EP 0 798 266, DE 314 42 99 o DE 107 45 59.

40 Durante la producción de papel también se pueden añadir a las dispersiones de los ácidos silícicos de la invención los aditivos habitualmente utilizados en la industria papelera, como por ejemplo, polialcoholes, alcohol polivinílico, polímeros sintéticos o naturales, pigmentos (TiO_2 , óxidos de hierro, filtro metálico de Al), pero también ácidos silícicos no dopados (ácidos silícicos precipitados o Aerosil).

45 Otro objeto de la invención son las formulaciones de tintas para el estucado de papel que contienen alcohol polivinílico y ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio con una superficie BET de más de $300 \text{ m}^2/\text{g}$, donde el aluminio está uniformemente distribuido en las partículas de ácido silícico en forma de una suspensión con un contenido de sólidos desde el 10 hasta el 30% en peso. Los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio se pueden producir como se ha descrito. En las formulaciones de las tintas para el estucado de la invención pueden existir otros componentes como agua, látex, estireno-acrilato, acetato de polivinilo y/o polivinilpirrolidona.

50 Además los ácidos silícicos dopados con aluminio de la invención se utilizan como agentes de mateado en los barnices.

55 Como barnices se pueden utilizar por ejemplo los barnices de resinas alquídicas u otros barnices de secado al horno.

Los siguientes ejemplos servirán como aclaración de la invención pero sin limitar su alcance.

60 La fórmula estándar descrita contiene además del ácido silícico, ácido silícico pirógeno que también contribuye a aumentar el brillo de la tinta. Así, es evidente que durante la utilización del ácido silícico precipitado de la invención se pueden conseguir mejores resultados incluso sin añadir ácido silícico pirógeno.

Descripción de la invención

Ejemplo A1 - A3

65 En el recipiente de precipitado se añaden 47 kg de agua y 16 kg de silicato sódico ($d = 1,35 \text{ g/cm}^3$, módulo SiO_2 ; $\text{Na}_2\text{O} = 3,3$) y la mezcla se calienta agitando hasta 75°C . Se añade a este recipiente de precipitado durante 30 minutos ácido sulfúrico (50%, $d = 1,340 \text{ g/cm}^3$) con una velocidad desde 41,2 ml/ml. Simultáneamente, en esta primera etapa

ES 2 204 789 T3

de precipitación se añaden a través de una segunda zona de adición, sulfato de aluminio ($d = 1,284 \text{ g/cm}^3$, 7,38% en peso). Después de 25 minutos de precipitación se conecta la cizalla mecánica (reactor Dispax). Poco después de finalizar la adición del ácido comienza a precipitar por floculación el ácido silícico. La adición de ácido queda 60 minutos interrumpida (etapa de espera). A continuación tiene lugar otra adición de ácido de 47,2 ml/min durante un período de tiempo de otros 35 minutos añadiendo simultáneamente sulfato de aluminio. La suspensión de ácido silícico originada presenta un pH de 3,4 y un contenido de sólidos de 73,5 g/l. Se desconecta la cizalla mecánica.

La suspensión se hace pasar a través de una prensa con filtro y se lava sin sulfato. La torta del filtro se seca por pulverización y el polvo se tritura hasta un valor d_{50} de 10,5 a 11,5 μm y a continuación se tamiza.

El producto desecado tiene las siguientes características físico-químicas:

Característica	Unidad	Ejemplo A1	Ejemplo A2	Ejemplo comparativo A3
Solución de $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$	[l]	0	0,26	2,25
Velocidad de adición	[ml/min]	0		
pH		6,0	7,1	6,4
Superficie específica	[m^2/g]	280	315	305

Absorción DBP	[g/100 g]	320	310	240
Densidad de masa apisonada	[g/l]	70	70	110
Granulometría (Malvern)				
d_{10}	[μm]	5,1	4,8	4,1
d_{15}	[μm]	11,4	11,0	10,1
d_{90}	[μm]	21,2	20,7	18,3
Contenido de Al_2O_3	[%]	0	0,5	3,8

Ejemplo B1 - B3

Se prepara la formulación de tintas para el estucado a base de ácido silícico puro con un contenido de sólidos del 15% o también del 14% al 18%. La medición de la viscosidad según Brookfield se realiza a 5, 10, 20, 50 y 100 rpm 1 día después de preparar la tinta para estuco. La extensión de las tintas para el estucado producidas tiene lugar sobre un papel bruto estándar que se seca a continuación y las muestras de papel se calandran. La realización del test de impresión en cuatro colores tiene lugar con las impresoras HP Deskjet 550 C y Epson Stylus Color 800.

La evaluación global incluye la procesabilidad, el comportamiento de nivelación, la adhesión del estuco, el comportamiento de absorción y la imprimibilidad.

Para la producción por ejemplo de las tintas para el estucado para impresión con chorro de tinta, especialmente de la fórmula estándar, se añaden 30 partes de alcohol polivinílico (PVA) en la cantidad de agua total y se disuelven a 95°C. A continuación, se añade el ácido silícico o la mezcla de ácido silícico (ácido silícico precipitado y pirógeno) y se dispersa a 1000 rpm y a continuación a 3000 rpm durante 30 minutos.

Las tintas para el estucado no se mezclan con aditivos y coaglutinantes, como suele ser habitual. La fórmula de las tintas para el estucado no ha mejorado en cuanto a las características óptimas. Las fórmulas de tintas para el estucado para diferentes medios se encuentran en la información técnica nº 1212 de Degussa-Hüls, sector comercial. El uso según la invención de los ácidos silícicos precipitados puede extrapolarse a otras fórmulas.

ES 2 204 789 T3

El estucado de la muestra tiene lugar mediante un Dow-Coater a 50 m/min en forma de hoja (DIN A4). Los papeles secados en el secador de túnel Dow se satinan mediante una calandra a 9 bar/45°C. Los papeles se imprimieron con una impresora HP 550 C y con una impresora Epson Stylus Color 800 en modo de cuatro colores.

5

Característica	Unidad	Ejemplo B1	Ejemplo B2	Ejemplo comparativo B3	Fórmula estándar
Ácido silícico precipitado		Ejemplo A1	Ejemplo A2	Ejemplo A3	Sip. 30/MOX 170
Contenido de sólidos	[g/l]	14	16	18	15
Viscosidad (Brookfield) después de agitar [mPa*s]	5 rpm	10240	6880	720	360
	10 rpm	5680	4520	640	420
	20 rpm	3180	3000	640	385
	50 rpm	1620	1830	680	300
	100 rpm	1030	1315	680	250
Adherencia del estuco		media	media	media	buena
Lisura del estuco		media-áspera	media	lisa	lisa - media

10

15

20

25

30 *Evaluación de la imprimibilidad con la impresora HP 550 C*

Característica	Unidad	Ejemplo B1	Ejemplo B2	Ejemplo comparativo B3	Fórmula estándar
Intensidad del color	Magenta/amarillo /ciano	3+	1	3+	2
	Negro	2-	2+	2-	2
Nitidez del punto	Negro sobre color	2	2+	2+	3
Transición	Color sobre color	1	1	1	1
Nitidez del punto	Impresión negra	2-	2+	2-	2
	Contornos negros	2+	2+	2+	3-
Media tinta		1-	1	1	2+
Suma de la evaluación		14	10	13,25	15,25

60

65

ES 2 204 789 T3

Evaluación de la imprimibilidad con la impresora Epson Stylus Color 800

Característica	Unidad	Ejemplo B1	Ejemplo B2	Ejemplo comparativo B3	Fórmula estándar
Intensidad del color	Magenta/amarillo/ciano	2-	2+	2+	2
	Negro	1-	1	1	2+
Nitidez del punto	Negro sobre color	2+	1	1	2
Transición	Color sobre color	1-	1	1	1
Nitidez del punto	Impresión negra	1-	1	1	2+
	Contornos negros	1-	1	1	2+
Media tinta		1-	1	1	1-
Suma de la evaluación		11,75	7,75	7,75	11,75

La evaluación global de la viscosidad del estuco y de la imprimibilidad demuestra las ventajas de los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio de la invención en relación a su uso en medios para impresión por chorro de tinta.

(Tabla pasa a página siguiente)

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

<u>Intensidad de color</u>		<u>Nitidez del punto</u>		<u>Transición</u>		<u>Nitidez del punto</u>		<u>Impresión de media tinta</u>	
<u>Magenta/amarillo/ciano</u>		<u>Negro</u>		<u>Color sobre color</u>		<u>Impresión negra</u>		<u>Intensidad del color</u>	
		<u>Negro sobre color</u>						<u>Contorno</u>	
1+	Brillante muy intenso	1	Tono de color total, muy intenso	1	Separación clara, nitidez de muy buena a buena	1	Tono de color total, muy intenso	1	Tono gris, óptimo, claro, líneas finas delimitadas
1	Mate muy intenso	2	Ligera continuidad, nitidez todavía de buena a media	2	Ligera continuidad, nitidez todavía buena	2		2	Tono gris, difuminado, líneas finas delimitadas
2	Mate, pálido			3	Continuidad, algo difuminado			3	Tono gris, óptimo, claro, líneas finas difuminadas
3+	Brillante, manchado	4	Tono de color destefido, pálido	4	Sangrado, borrado, difuminado	4	Tono de color destefido, pálido	4	Tono gris, óptimo, claro, líneas finas difuminadas
3	Mate, manchado	5	Continuidad fuerte, apenas legible	5	Continuidad fuerte	5		5	Tono gris oscuro a negro, líneas finas difuminadas
3-	Muy intenso, jaspeado	6	Tono de color muy destefido y/o jaspeado	6	Continuidad muy fuerte, pocos tonos de color	6	Tono de color fuertemente destefido y/o	6	Tono gris negro teñido con penetración,

REIVINDICACIONES

5 1. Ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio, **caracterizados** porque las partículas de ácido silícico presentan una superficie BET mayor de 300m²/g y porque el aluminio está distribuido uniformemente en las partículas de ácido silícico.

10 2. Ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio según la reivindicación 1, **caracterizados** porque el ácido silícico precipitado está dopado con Al₂O₃.

15 3. Ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizados** porque el ácido silícico dopado presenta un contenido de Al₂O₃ desde 0,05 hasta 0,5% en peso.

20 4. Ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio según la reivindicación 1 a 3, **caracterizados** porque las partículas de ácido silícico dopadas tienen un tamaño de partícula inferior a 15 μm.

25 5. Ácido silícico precipitado dopado con aluminio según una de las reivindicaciones 1 a 4 **caracterizado** porque el ácido silícico dopado presenta una absorción DBP desde 500 hasta 200 g/100 g.

30 6. Procedimiento para la producción de ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio, **caracterizado** porque

35 a) se calienta una mezcla de agua y silicato sódico hasta 70 a 86°C y se mezcla con ácido sulfúrico hasta la neutralización de la mitad del silicato sódico,

b) la mezcla se deja envejecer desde 30 hasta 120 minutos,

c) el pH de la mezcla se ajusta a un valor de 3,0 a 7,0 añadiendo ácido sulfúrico,

40 d) la mezcla se filtra y se lava la torta del filtro,

e) la torta del filtro lavada se seca por pulverización y/o se tritura,

45 con la condición de que en los pasos del procedimiento a y/o c se añade una solución salina de aluminio, que los ácidos silícicos precipitados presentan una superficie BET de más de 300 m²/g y que el aluminio se distribuya uniformemente en las partículas de ácido silícico.

50 7. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque la solución salina de aluminio se añade en el paso del procedimiento a) antes del ácido sulfúrico a la mezcla de agua y silicato sódico.

55 8. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque la solución salina de aluminio se añade de forma continua durante los pasos de procedimiento a) y/o c).

60 9. Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado** porque la solución salina de aluminio se añade en el paso del procedimiento c) antes de la adición del ácido sulfúrico.

65 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 9, **caracterizado** porque como mínimo uno o varios pasos del procedimiento a, b y c se hacen con cizallamiento.

70 11. Uso de los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio según una de las reivindicaciones 1 a 5 en papel, láminas, lienzos.

75 12. Uso de los ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio según una de las reivindicaciones 1 a 5 como agente para el mateado de barnices.

80 13. Formulación de tintas para el estucado de papel que contienen alcohol polivinílico y ácidos silícicos precipitados dopados con aluminio con una superficie BET superior a 300 m²/g, donde el aluminio está distribuido uniformemente en las partículas del ácido silícico, en forma de una suspensión con un contenido de sólidos desde el 10 hasta el 30% en peso.

85 **NOTA INFORMATIVA:** Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.