



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 355 901**

51 Int. Cl.:
C01B 33/18 (2006.01)
C09K 3/10 (2006.01)
C08L 83/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05005930 .2**
96 Fecha de presentación : **18.03.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1681266**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.07.2006**

54 Título: **Sílice pirogénica y agente de sellado de silicona que contiene la misma.**

30 Prioridad: **12.01.2005 DE 10 2005 001 409**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.04.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.04.2011

73 Titular/es: **EVONIK DEGUSSA GmbH**
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es: **Schumacher, Kai;**
Kerner, Dieter;
Diener, Uwe y
Scholz, Mario

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

ES 2 355 901 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

Sílice pirogénica y agente de sellado de silicona que contiene la misma.

5 La invención se refiere a un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente, su producción y utilización. La invención se refiere adicionalmente a una composición para juntas de silicona que contiene el polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente.

10 La hidrólisis a la llama para la producción de dióxido de silicio es un proceso conocido desde hace mucho tiempo, y realizado a escala industrial. En este proceso, un halogenuro de silicio hidrolizable, vaporizado en forma de gas, se mezcla con una llama, que se ha formado por combustión de un combustible formador de agua, que contiene hidrógeno y un gas que contiene oxígeno. La llama de combustión proporciona en este caso agua para la hidrólisis de halogenuro de silicio y calor suficiente para la reacción de hidrólisis. El polvo de dióxido de silicio incluido en los gases residuales de la reacción se somete a procesos convencionales de enfriamiento y separación de materias sólidas. Usualmente se
15 emplea tetracloruro de silicio. Sin embargo, es conocido también el empleo de diclorosilano y triclorosilano. En el caso del empleo de materias primas que contienen carbono, como por ejemplo metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano, metildiclorosilano, dibutildiclorosilano, etiltriclorosilano o propiltriclorosilano, tiene lugar adicionalmente un proceso de oxidación para la transformación del carbono en dióxido de carbono.

20 En lo que sigue, un polvo de dióxido de silicio que se forma por un proceso en el cual tienen lugar ambos tipos de reacción, es decir hidrólisis a la llama y oxidación, se designa como un dióxido de silicio producido pirogénicamente.

En la reacción se forman en primer lugar partículas primarias altamente dispersas y no porosas, que en el transcurso ulterior de la reacción se fusionan para formar agregados y éstos pueden acumularse ulteriormente en aglomerados.
25 La superficie BET de estas partículas primarias está comprendida por regla general entre 5 y 600 m²/g. El polvo tiene en su superficie grupos hidroxilo libres.

El polvo de dióxido de silicio así producido encuentra utilización en muchos campos de aplicación. De particular importancia es la utilización para el control de la reología en cauchos de silicona. Debido a su excelente efecto espesante, el polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente se emplea desde hace mucho tiempo en cauchos de silicona. Además del efecto espesante ha alcanzado también gran importancia la facilidad de incorporación en el polímero de silicona. El caso de los polvos de dióxido de silicio de acuerdo con la técnica anterior, solamente uno de los parámetros efecto espesante y facilidad de incorporación está comprendido en el campo deseado. Adicionalmente ocurre también que los parámetros individuales, espesamiento y facilidad de incorporación, son mejorables.
35

El documento EP 1.486.461 publica un “polvo de dióxido de silicio producido por hidrólisis a la llama con una superficie BET entre 10 y 600 m²/g” (véase el resumen y la reivindicación 1).

40 A este efecto, el documento WO 2005/095503 describe la utilización de dióxido de silicio producido pirogénicamente con una superficie BET de 150 ± 15 m²/g.

La finalidad de la invención es por tanto proporcionar un polvo de dióxido de silicio, que exhibe un alto efecto de espesamiento con tiempo de incorporación simultáneamente reducido y dispersabilidad satisfactoria en los polímeros, particularmente polímeros de silicona. Adicionalmente, que los polímeros de silicona después de la incorporación del
45 polvo de dióxido de silicio deben exhibir una naturaleza de superficie satisfactoria.

Una finalidad adicional de la invención es proporcionar un proceso para la producción del polvo de dióxido de silicio.

50 Adicionalmente, es otra finalidad de la invención proporcionar una composición para juntas de silicona, que contiene el polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención.

Objeto de la invención es un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente en forma de agregados de partículas primarias, que tiene

- 55
- una superficie BET de 150 ± 15 m²/g y en el cual los agregados
 - tienen una superficie media de 12.000-20.000 nm²,
 - 60 - tienen un diámetro circular medio equivalente (ECD = Equivalent Circle Diameter) de 90-120 nm y
 - tienen un perímetro medio de 1150-1700 nm.

En este contexto, la superficie BET se determina según DIN 66131.

65 Los tamaños de los agregados se determinan por análisis de imágenes mediante un aparato TEM de la firma Hitachi H 7500 y una cámara CCD MegaView II, de la firma SIS. El aumento de las imágenes para la evaluación asciende a 30.000:1 con una densidad de píxel de 3,2 nm. El número de las partículas evaluadas es mayor que 1000.

ES 2 355 901 T3

La preparación se realiza según ASTM 3849-89. El límite inferior del valor umbral en lo que respecta a la detección está situado hacia 50 píxeles.

La superficie BET puede ser preferiblemente $150 \pm 10 \text{ m}^2/\text{g}$, y de modo particularmente preferible $150 \pm 5 \text{ m}^2/\text{g}$.

Adicionalmente, puede preferirse un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente de acuerdo con la invención, en el cual los agregados tienen

- una superficie media de $12.500\text{-}14.500 \text{ nm}^2$,
- un diámetro circular medio equivalente de $95\text{-}110 \text{ nm}$ y
- un perímetro medio de $1250\text{-}1450 \text{ nm}$.

Adicionalmente, puede preferirse un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente de acuerdo con la invención, en el cual el diámetro máximo de los agregados está comprendido entre 170 y 240 nm y el diámetro mínimo de los agregados entre 100 y 160 nm .

Adicionalmente, puede preferirse un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente de acuerdo con la invención, en el cual el contenido de cloruro es menor que 250 ppm . Se prefiere particularmente un contenido de cloruro inferior a 50 ppm .

Adicionalmente, puede ser preferible un polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente de acuerdo con la invención, en el cual el contenido de carbono es menor que 100 ppm . Se prefiere particularmente un contenido de carbono inferior a 25 ppm .

Un objeto adicional de la invención es un proceso para la producción del polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención, en el cual

- se vaporiza una mezcla de compuestos de silicio, separadamente o juntos, y los vapores se conducen por medio de un gas portador a una cámara de mezcla, con
 - SiCl_4 como primer componente con una proporción de 60 a 95% en peso referida a la mezcla, y
 - un segundo componente seleccionado del grupo que comprende H_3SiCl , H_2SiCl_2 , HSiCl_3 , CH_3SiCl_3 , $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$, $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$, $(\text{n-C}_3\text{H}_7)\text{SiCl}_3$, con una proporción de 5 a 40% en peso, referida a la mezcla,
- y por separado de ello, se conducen a la cámara de mezcla un gas combustible y aire primario, que puede estar opcionalmente enriquecido en oxígeno y/o precalentado,
- la mezcla del vapor de los cloruros de silicio, el gas combustible y aire primario se enciende en un quemador y la llama se quema en el mismo en una cámara de reacción,
- el aire secundario, que rodea la llama, se introduce en la cámara de reacción, estando comprendida la relación aire secundario/aire primario en un intervalo de $0,05$ a 3 , preferiblemente $0,15$ a 2 ,
- a continuación, se separa el sólido de los materiales gaseosos, y seguidamente se trata el sólido con vapor de agua a 250°C hasta 750°C ,

donde

- la cantidad total de oxígeno es como mínimo suficiente para la combustión completa del gas combustible y de los compuestos de silicio y
- la cantidad de las materias primas constituidas por compuestos de silicio, gas combustible, aire primario y aire secundario se selecciona de tal modo que resulte una temperatura adiabática de la llama T_{ad} de 1670 hasta 1730°C , con $T_{\text{ad}} = \text{temperatura de las materias primas} + \text{suma de las entalpías de reacción de las reacciones parciales/capacidad calorífica de los materiales que salen de la cámara de reacción, que comprenden dióxido de silicio, agua, cloruro de hidrógeno, dióxido de carbono, oxígeno, nitrógeno, y opcionalmente del gas portador, cuando éste no es aire o nitrógeno,}$

donde la capacidad calorífica específica de estos materiales se refiere a una temperatura base de 1000°C .

Las capacidades caloríficas específicas pueden determinarse por ejemplo con ayuda del atlas de calor VDI (capítulos 7.1 a 7.3 y 3.7, 8ª edición).

La transformación de los compuestos de silicio en presencia de oxígeno y un gas combustible proporciona dióxido de silicio, agua, ácido clorhídrico y, en el caso de compuestos de silicio que contengan carbono y/o gases combustibles

ES 2 355 901 T3

que contengan carbono, dióxido de carbono. Las entalpías de reacción de estas reacciones pueden calcularse con ayuda de textos estándar conocidos por los expertos.

En la Tabla 1 se dan algunos valores seleccionados de entalpías de reacción de la transformación de compuestos de silicio en presencia de hidrógeno y oxígeno.

TABLA 1
Entalpía de reacción

	KJ/mol
H ₂	-241,8
SiCl ₄	-620,1
SiHCl ₃	-659,4
SiH ₂ Cl ₂	-712,3
n-C ₃ H ₇ SiCl ₃	-2700,2
CH ₃ SiCl ₃	-928,3
(CH ₃) ₃ SiCl	-2733,8

De modo particularmente preferido pueden emplearse metiltriclorosilano (MTCS, CH₃SiCl₃), triclorosilano (TCS, SiHCl₃) y/o n-propiltriclorosilano (PTS, n-C₃H₇SiCl₃).

Como gases combustibles son apropiados hidrógeno, metano, heptano, propano y/o gas natural, siendo preferido hidrógeno.

La temperatura de las materias primas no está limitada, con tal que la misma sea superior a la temperatura de ebullición del compuesto de silicio que hierva a temperatura más alta. Se ha comprobado que es ventajosa una temperatura de las materias primas de 90°C ± 40°C.

Puede ser adicionalmente ventajoso, que la velocidad de salida de la mezcla de reacción de la cámara de mezcla a la cámara de reacción sea 10 a 80 m/s.

Un objeto adicional de la invención es la utilización del polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente correspondiente a la invención como carga en caucho y materias plásticas, para el ajuste de la reología en pinturas y barnices, como soporte de catalizadores y para la producción de dispersiones.

Un objeto adicional de la invención es una composición para juntas de silicona, que contiene el polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención.

Preferiblemente, puede tratarse en este contexto de un caucho de silicona RTV-1 o RTV-2. La composición para juntas de silicona con 8% en peso de un polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención puede tener preferiblemente una viscosidad de al menos 120 Pas.

Ejemplos

La superficie BET se determina según DIN 66131.

Determinación del comportamiento en fase húmeda: En un vaso de precipitados de PE de 200 ml se cargan inicialmente 100 g de Silopren C 5 (Bayer AG). El vaso de precipitados se emplea convenientemente en la carga de la vasija de atemperación de un disolventor. El disolventor, con 30 mm de diámetro de disco se ajusta a una velocidad de rotación de 500 rpm, y se añaden 2 g del polvo de dióxido de silicio sobre la superficie del polímero, y se pone en marcha el cronómetro. Se mide el tiempo necesario para homogeneizar el polvo de dióxido de silicio con el polímero.

ES 2 355 901 T3

Producción de polvos de dióxido de silicio

Ejemplo 1

5 100 kg/h de tetracloruro de silicio, con 5 kg/h de triclorosilano y 35 kg/h de metiltriclorosilano se vaporizan y se conducen por medio de nitrógeno a la cámara de mezcla de un quemador. Se introducen al mismo tiempo en la cámara de mezcla 35 Nm³/h de hidrógeno y 155 Nm³/h de aire primario. La mezcla tiene una temperatura de 90°C. Se enciende la misma y se quema en una llama en el interior de una cámara de reacción. Se introducen adicionalmente en la cámara de reacción 25 Nm³/h de aire secundario, que rodea la llama.

10 Los gases de reacción y el dióxido de silicio formado se aspiran por aplicación de una presión subatmosférica mediante un sistema de refrigeración y se enfrían en este caso hasta valores comprendidos entre 100 y 160°C. Se separa el sólido de la corriente de gas en un filtro o ciclón y se trata a continuación con vapor de agua a una temperatura de 550°C.

15 Los Ejemplos 2 a 11 se realizan análogamente. La Tabla 2 reproduce las materias primas y las cantidades de los Ejemplos 1 a 11.

20 La Tabla 3 muestra los valores calculados para las entalpías de reacción, capacidad calorífica y temperatura adiabática de la llama.

La Tabla 4 presenta datos analíticos de los polvos de dióxido de silicio producidos, así como de dos polvos de dióxido de silicio producidos pirogénicamente, obtenidos en el comercio (Ejemplos 12 y 13).

25 Los Ejemplos 1 a 5 proporcionan polvos correspondientes a la invención. Los Ejemplos 5 a 10 son ejemplos comparativos.

En el Ejemplo 2 se emplean 3 componentes de silicio.

30 En los Ejemplos 3 y 4 se emplean proporciones elevadas o respectivamente reducidas, del primer componente de silicio, tetracloruro de silicio.

En el Ejemplo 5 se emplea, dentro del campo reivindicado, una relación aire secundario/aire primario alta.

35 En los ejemplos 6 y 7 se seleccionan ajustes que conducen a una temperatura adiabática de la llama situada fuera del campo reivindicado.

En el ejemplo 8 se emplea solamente un compuesto de silicio (SiCl₄).

40 El ejemplo 9, la relación de tetracloruro de silicio a los segundos compuestos de silicio adicionales está situada fuera del campo reivindicado.

En el ejemplo 10 no se introduce cantidad alguna de aire secundario.

45 En el Ejemplo 11, la relación aire secundario/aire primario está situada fuera del campo reivindicado.

Producción de una composición para juntas de silicona

50 Aparatos: El disolventor planetario cumple las especificaciones siguientes: La vasija de agitación tiene una capacidad de aprox. 2 litros y está provista de una doble envoltura con conexión de agua de refrigeración. La impulsión del agitador planetario y la impulsión del disolventor son independientes. Está provista una bomba de vacío. Una prensa de tambor adicional facilita el llenado.

55 Formulación:

62,4% en peso de polímero de silicona (Silopren E 50),

60 24,6% en peso de aceite de silicona (Siliconöl M 1000),

4,0% en peso de reticulador de acetato (Vernetzer AC 3034),

1,0% en peso de promotor de adhesión (AC 3001),

65 0,01% en peso de diacetato de dibutilestano como catalizador, todos ellos de GE Bayer Silicones, y

8,0% en peso de polvo de dióxido de silicio.

ES 2 355 901 T3

Realización: 468,0 g de polímero de silicona, 184,5 g de aceite de silicona, 30,0 g de reticulador y 7,5 g de promotor de adhesión se introducen por pesada en una vasija provista de agitación y se homogeneizan durante 1 minuto a una velocidad de 50 min^{-1} por medio del agitador planetario y de 500 min^{-1} por medio del disolvedor.

5 Después de ello se incorporan 60 g de polvo de dióxido de silicio a la misma velocidad en dos etapas, a razón de 30 g en cada una.

10 Tan pronto como el polvo de dióxido de silicio está totalmente mojado, se aplica un vacío de aprox. 200 mbar y se dispersa durante 5 minutos a 100 min^{-1} del agitador planetario y 2000 min^{-1} del disolvedor, con enfriamiento. A continuación se añade diacetato de dibutilestano y se dispersa durante 5 minutos más.

Con una prensa de tambor se introduce la composición para juntas de silicona en tubos de aluminio.

15 Determinación de la viscosidad de la composición para juntas de silicona: Se registra con un reómetro por medio de un sistema de medida (cono/placa) una curva de fluidez, y se determinan la viscosidad y el límite de fluidez. A partir de la curva de fluidez se lee la viscosidad a 10 s^{-1} (tasa de cizallamiento). La viscosidad describe la propiedad de fluir de un material bajo la influencia de un esfuerzo y deformarse de modo irreversible. Dado que la viscosidad para un comportamiento de fluidez no newtoniano depende de la tasa de cizallamiento, la misma se indica para una tasa de cizallamiento definida de 10 s^{-1} .

20 Los ejemplos muestran que el polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención de los Ejemplos 1 a 5 exhibe tiempos de mojado claramente menores y un efecto de espesamiento claramente mayor, que los patrones de los ejemplos comparativos 6 a 13.

25 Adicionalmente, los ejemplos muestran que la superficie media de los agregados, el ECD medio, el perímetro medio de los agregados, el diámetro medio máximo de los agregados y el diámetro medio mínimo de los agregados de los polvos de dióxido de silicio correspondientes a la invención son menores que los valores correspondientes de los ejemplos comparativos, con excepción del polvo de dióxido de silicio del Ejemplo 13 obtenido comercialmente. En este caso, la superficie media de los agregados y el perímetro medio de los agregados son menores que en los polvos de dióxido de silicio de los ejemplos correspondientes a la invención, pero el tiempo de mojado es más largo y el efecto de espesamiento más reducido.

30 Los Ejemplos 1 a 5 demuestran adicionalmente, de qué modo puede obtenerse un intervalo más estrecho determinado de la temperatura adiabática de la llama, en este caso de 1671°C a 1708°C , por variación de las cantidades de materias primas.

35 Adicionalmente, los ejemplos comparativos 6 y 7 demuestran que en el caso de la misma formulación de los compuestos de silicio que en el Ejemplo 1, no se obtiene un polvo de dióxido de silicio correspondiente a la invención. Los polvos obtenidos exhiben superficies BET situadas fuera del campo reivindicado. En los ejemplos comparativos 6 y 7, las temperaturas adiabáticas de la llama están situadas fuera del campo reivindicado.

40 En los ejemplos comparativos 8 y 10, las temperaturas adiabáticas de la llama están de hecho situadas dentro del campo reivindicado, pero no se obtienen en ningún caso polvos de dióxido de silicio correspondientes a la invención:

45 En los Ejemplos 8 a 10, la composición de los compuestos de silicio está situada fuera del campo reivindicado. Como puede deducirse de la tabla 4, se obtienen polvos, cuyas superficies medias de los agregados, valores ECD medios, perímetros medios de los agregados, diámetros medios máximos de los agregados y diámetros medios mínimos de los agregados son mayores que los de los polvos de dióxido de silicio correspondientes a la invención.

50 En el Ejemplo 11, la relación aire secundario/aire primario, con 4,08, está situada fuera del campo reivindicado. El polvo de dióxido de silicio obtenido exhibe una superficie BET muy fuera del intervalo reivindicado.

55 Las composiciones para juntas de silicona, que contienen los polvos de dióxido de silicio correspondientes a la invención, exhiben una dispersabilidad buena a muy buena en el polímero de silicona. La naturaleza de las superficies de la composición para juntas de silicona es asimismo buena a muy buena. La evaluación se realiza visualmente, donde 1 = muy bueno, 2 = bueno, 3 = satisfactorio, 4 = suficiente.

60

65

Tabla 2: Materias primas y cantidades de empleo

		De acuerdo con la invención					Comparativo					
Ejemplo		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Tetracloruro de silicio	kg/h	100	100	168	98	9	100	100	170	10	100	9
2º Componente de silicio ^(§)	kg/h	TCS 5	MTCS 50	TCS 30	MTCS 60	PTS 1	MTCS 50	MTCS 50	0	PTS 100	TCS 5	PTS 1
3º Componente de silicio ^(§)	kg/h	MTCS 35	0	0	0	0	0	0	0	0	MTCS 35	0
Hidrógeno	Nm ³ / h	35	40	70	48	3,2	35	45	66	9	35	6,2
Aire primario	Nm ³ / h	155	185	240	265	5	185	185	175	535	180	4,9
Aire secundario	Nm ³ / h	25	36	15	15	10	36	36	36	36	0	20
Aire secundario/Aire primario		0,16	0,19	0,06	0,06	2	0,19	0,19	0,21	0,07	-	4,08
Temperatura de entrada (*)	°C	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90	90
V _{Quemador} ⁽⁺⁾	m/s	29,6	34,2	46,6	46,3	33,7	33,6	34,9	36,7	47,9	33,2	36,3

(*) Para la mezcla de H₂, aire primario, SiCl₄, y componentes de silicio segundo y opcionalmente tercero

(§) MTCS = metiltriclorosilano; TCS = triclorosilano; DSC = diclorosilano, MTS = metiltriclorosilano; (+) = velocidad de salida del quemador

Tabla 3: Entalpías de reacción, capacidad calorífica y temperatura adiabática de la llama

		De acuerdo con la invención					Comparativo					
Ejemplo		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Suma de entalpías de reacción de las reacciones parciales	KW	-192,0	-228,6	-273,2	-269,4	-15,9	-213,6	-243,6	-235,9	-452,2	-192,0	-24,9
Capacidad calorífica de los productos	KJ/ S-K	0,12	0,14	0,17	0,17	0,01	0,14	0,14	0,14	0,28	0,12	0,02
Temperatura adiabática de la llama	°C	1706	1708	1698	1671	1707	1620	1794	1724	1680	1717	1722

Tabla 4: Datos analíticos de los polvos de dióxido de silicio

		De acuerdo con la invención					Comparativo							
Ejemplo		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12 ^(§)	13 ^(&)
Superficie BET	m ² /g	152	162	148	159	153	187	108	154	146	152	153	148	153
Superficie media de los agregados	nm ²	15751	12610	14352	16814	19651	n.b.	n.b.	21030	14357	23541	22145	12203	20034
ECD medio	nm	119	104	115	117	120	n.b.	n.b.	135	112	152	126	106	131
Perímetro medio de los agregados	nm	1334	1299	1213	1401	1651	n.b.	n.b.	1685	1288	1851	1754	1045	1517
Ømedio máximo de los agregados	nm	223	198	195	204	211	n.b.	n.b.	252	209	261	253	195	248
Ømedio mínimo de los agregados	nm	137	123	128	139	152	n.b.	n.b.	158	129	170	161	121	153
Ømedio de las partículas primarias	nm	13	11	12	13	11	n.b.	n.b.	14	12	16	15	13	15
Contenido de C	ppm	6	9	9	10	9	11	4	1	10	11	n.b.	n.b.	n.b.
Contenido de Cl	ppm	14	12	8	12	16	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.	n.b.
Espesamiento	Pas	135	135	132	127	132	n.b.	n.b.	121	117	151	137	108	130
Tiempo de mojado	sec	88	184	114	152	104	n.b.	n.b.	288	651	1152	887	1253	938
Dispersabilidad en la silicona		1,5	1, 5	1,5	1,5	2,5	n.b.	n.b.	1,5	1,5	2	2, 5	2	2
Naturaleza de la superficie		1,5	1,5	1,5	2	1,5	n.b.	n.b.	1,5	2,5	3	2,5	3,5	1,5
\$. N15, Wacker; & = Cabosil LM-50'; n.b. = no determinado														

ES 2 355 901 T3

REIVINDICACIONES

- 5 1. Polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente, en forma de agregados de partículas primarias, **carac-**
terizado porque,
- tiene una superficie BET de $150 \pm 15 \text{ m}^2/\text{g}$ y los agregados
 - tienen una superficie media de $12.000\text{-}20.000 \text{ nm}^2$,
 - 10 - tienen un diámetro circular medio equivalente (ECD = Equivalent Circle Diameter) de $90\text{-}120 \text{ nm}$ y
 - tienen un perímetro medio de $1150\text{-}1700 \text{ nm}$.
- 15 2. Polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente según la reivindicación 1,
- caracterizado** porque
- 20 los agregados tienen
- una superficie media de $12.500\text{-}14.500 \text{ nm}^2$,
 - un diámetro circular medio equivalente de $95\text{-}110 \text{ nm}$ y
 - 25 - un perímetro medio de $1250\text{-}1450 \text{ nm}$.
- 30 3. Polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente según las reivindicaciones 1 ó 2,
- caracterizado** porque,
- el diámetro máximo de los agregados está comprendido entre 170 y 240 nm y el diámetro mínimo de los agregados
- entre 100 y 160 nm .
- 35 4. Polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente según las reivindicaciones 1 a 3,
- caracterizado** porque,
- 40 el contenido de cloruro es $< 250 \text{ ppm}$.
- 45 5. Polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente según las reivindicaciones 1 a 4,
- caracterizado** porque,
- el contenido de carbono es $< 100 \text{ ppm}$.
- 50 6. Proceso para la producción del polvo de dióxido de silicio según las reivindicaciones 1 a 5,
- caracterizado** porque,
- 55 - se vaporiza una mezcla de compuestos de silicio, separadamente o juntos, y los vapores se conducen por medio
- de un gas portador a una cámara de mezcla, con
- SiCl_4 como primer componente con una proporción de 60 a 95% en peso referida a la mezcla, y
 - 60 - un segundo componente seleccionado del grupo que comprende H_3SiCl , H_2SiCl_2 , HSiCl_3 , CH_3SiCl_3 ,
 $(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$, $(\text{CH}_3)_3\text{SiCl}$, $(\text{n-C}_3\text{H}_7)\text{SiCl}_3$, con una proporción de 5 a 40% en peso, referida a la mezcla,
 - y por separado de ello, se conducen a la cámara de mezcla un gas combustible y aire primario, que puede estar
 - opcionalmente enriquecido en oxígeno y/o precalentado,
 - 65 - la mezcla del vapor de los cloruros de silicio, el gas combustible y aire primario se enciende en un quemador y
 - la llama se quema en el mismo en una cámara de reacción,

ES 2 355 901 T3

- el aire secundario, que rodea la llama, se introduce en la cámara de reacción, estando comprendida la relación aire secundario/aire primario en un intervalo de 0,05 a 3, preferiblemente 0,15 a 2,
- a continuación, se separa el sólido de los materiales gaseosos, y seguidamente se trata el sólido con vapor de agua a 250°C hasta 750°C,

donde

- la cantidad total de oxígeno es como mínimo suficiente para la combustión completa del gas combustible y de los compuestos de silicio y
- la cantidad de las materias primas constituidas por compuestos de silicio, gas combustible, aire primario y aire secundario se selecciona de tal modo que resulte una temperatura adiabática de la llama T_{ad} de 1670 hasta 1730°C, con T_{ad} = temperatura de las materias primas + suma de las entalpías de reacción de las reacciones parciales/capacidad calorífica de los materiales que salen de la cámara de reacción, que comprenden dióxido de silicio, agua, cloruro de hidrógeno, dióxido de carbono, oxígeno, nitrógeno, y opcionalmente del gas portador, cuando éste no es aire o nitrógeno,

donde la capacidad calorífica específica de estos materiales se refiere a una temperatura base de 1000°C.

7. Proceso según la reivindicación 6,

caracterizado porque,

la temperatura de las materias primas es $90^{\circ}\text{C} \pm 40^{\circ}\text{C}$.

8. Proceso según las reivindicaciones 6 ó 7,

caracterizado porque,

la velocidad de salida de la mezcla de reacción de la cámara de mezcla a la cámara de reacción es 10 a 80 m/s.

9. Utilización del polvo de dióxido de silicio producido pirogénicamente según las reivindicaciones 1 a 5 como carga en caucho y materias plásticas, para el ajuste de la reología en pinturas y barnices, como soporte para catalizadores y para la producción de dispersiones.