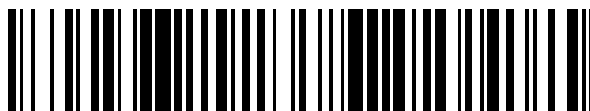


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 461 115**

51 Int. Cl.:

**C01B 33/26** (2006.01)

**C04B 12/04** (2006.01)

**C04B 111/00** (2006.01)

**C01B 33/32** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2009 E 09012553 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.04.2014 EP 2305603**

54 Título: **Disoluciones de vidrio soluble que contienen aluminio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**16.05.2014**

73 Titular/es:

**COGNIS IP MANAGEMENT GMBH (100.0%)  
Henkelstrasse 67  
40589 Düsseldorf, DE**

72 Inventor/es:

**BOHLANDER, RALF**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 461 115 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).

## DESCRIPCION

Disoluciones de vidrio soluble que contienen aluminio

Campo de la invención

5 La invención se refiere a disoluciones claras, estables al almacenaje a largo plazo, de silicatos alcalinos (vidrios solubles), con un contenido en aluminio de al menos un 0,5 %, así como a un procedimiento para la obtención de estas disoluciones.

Estado de la técnica

10 Como es sabido, el especialista entiende por vidrio soluble silicatos alcalinos solidificados a partir de la fusión, vítreos, solubles en agua (es decir, sales alcalinas de ácidos silícicos), o sus disoluciones viscosas acuosas. En el caso de vidrio soluble entran en consideración típicamente 1 a 5 moles de  $\text{SiO}_2$  respecto a 1 mol de óxido alcalino ( $\text{Alc}_2\text{O}$  - significando alc los metales alcalinos litio, sodio y potasio), debido a lo cual los vidrios solubles sódicos y potásicos se caracterizan habitualmente también mediante los cocientes % de  $\text{SiO}_2$  respecto a % de óxido alcalino. Por lo tanto, los vidrios solubles son químicamente silicatos alcalinos con una proporción molar (MV)  $\text{SiO}_2$  respecto a  $\text{Alc}_2$  en el intervalo de 1 a 5, debiéndose entender por esta proporción molar la proporción molar de los  
15 componentes que constituyen el silicato alcalino  $\text{SiO}_2$  y  $\text{Alc}_2$ . Estos contienen aniones silicato oligómeros con cationes metálicos alcalinos como contraiones.

20 Los vidrios solubles son vidrios incoloros en estado puro, que forman disoluciones coloidales claras, de reactividad alcalina, con agua a temperatura y presión elevadas. Habitualmente se obtiene vidrio soluble mediante fusión conjunta de arena de cuarzo con sosa o potasa a 1400 hasta 1500°C, expulsando el ácido silícico el  $\text{CO}_2$ . La fusión solidificada se comercializa en estado molturado, o se transforma en una disolución acuosa de concentración deseada. Las disoluciones acuosas tienen la ventaja de una mejor aplicabilidad en una serie de campos técnicos de aplicación diferentes.

25 Las disoluciones líquidas de vidrio soluble, es decir, las disoluciones acuosas de silicatos alcalinos, se obtienen a escala industrial a partir de vidrio en piezas sólido de silicato alcalino mediante su disolución a presión en autoclaves en agua. Alternativamente se puede disolver arena también por vía hidrotérmica en hidróxido alcalino concentrado, pudiéndose obtener, no obstante, sólo disoluciones con MV inferior.

30 Como es sabido por el especialista, en la obtención de vidrio soluble en el horno de fusión se produce en primer lugar una fusión de silicato alcalino, que solidifica en el enfriamiento a temperatura ambiente para dar piezas de vidrio (el denominado vidrio soluble). Estas piezas de vidrio se disuelven en agua técnicamente en autoclaves de presión, habitualmente a temperatura elevada, aproximadamente a unos 120°C (el denominado proceso de disolución). Las disoluciones técnicas de vidrio soluble contienen habitualmente una fracción de producto sólido de aproximadamente un 30 a un 50 % en peso.

35 Para la obtención de vidrios solubles técnicos, a falta de una disponibilidad cuantitativa, por regla general no se emplea cuarzo ultrapuro como fuente de materia prima  $\text{SiO}_2$ , sino arena, por lo cual las disoluciones de vidrio soluble de calidad técnica contienen determinados metales en el intervalo de trazas. Por lo tanto, las disoluciones de vidrio soluble habituales en el mercado, independientemente de la vía de obtención y debido a las materias primas, contienen impurezas metálicas, situándose éstas en el caso de disoluciones acuosas claras, estables al almacenaje, en suma por debajo de un 0,3 %, y en el caso de aluminio por debajo de un 0,2 % - en la mayor parte de los casos claramente por debajo -; como es habitual, estos datos de % se deben entender como % en peso del  
40 correspondiente óxido metálico, referido a la disolución acuosa total de silicato alcalino. El motivo por el cual el contenido en "impurezas metálicas" en vidrios solubles es apenas tan reducido se debe considerar que solo silicatos alcalinos "puros" son solubles en agua, pero ya fracciones muy reducidas de cationes metálicos di- o trivalentes forman compuestos insolubles en agua. Ya que las fracciones insolubles, debido a su tendencia a la separación, interfieren en casi todas las aplicaciones, en la técnica éstas se obtienen mediante sedimentación, centrifugado o  
45 filtración, para llegar a disoluciones de vidrio soluble claras, transparentes, estables al almacenaje.

Además, generalmente es sabido que las disoluciones de vidrio soluble son muy sensibles ya a la adición de cantidades reducidas de disoluciones que contienen aluminio, en la mayor parte de los casos mediante gelificado inmediato y precipitación retardada de productos sólidos. Por consiguiente, existe una dificultad principal si el contenido de las disoluciones de vidrio soluble en aluminio se desea ajustar a un valor por encima de aproximadamente un 0,2-0,3 % (% en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , referido a la disolución acuosa total de silicato alcalino). Esto se confirmó en algunas investigaciones del solicitante. En este caso, el solicitante ha determinado que también el intento de una síntesis directa de disoluciones de silicato alcalino claras acuosas con contenido en aluminio más elevado a partir de las baratas materias primas arena, NaOH y una fuente de aluminio, fracasa a través de la vía hidrotérmica.

Las mezclas de disoluciones de vidrio soluble con disoluciones de aluminato se emplean a escala industrial para obtener silicatos de aluminio como tamices moleculares amorfos o zeolitas cristalinas. Desde otra perspectiva, esto aclara la citada dificultad de obtener disoluciones de vidrio solubles claras con contenido en aluminio más elevado. Ya que, como han confirmado las investigaciones del solicitante, la reunión de disoluciones de vidrio soluble con disoluciones de aluminato conduce a precipitación, o bien cristalización, empobreciéndose la fase líquida en aluminio, de modo que una vez concluida la precipitación permanece como aguas madre una disolución de silicato alcalino casi sin contenido en Al.

Mitra, Transaction Ind. Ceram. Soc, Vol XXXI 1972, páginas 31 y siguientes, describe variaciones de Al/Si/Al en amplios intervalos, diluciones y temperaturas en el intervalo de 0 a 95°C, pero con el resultado de que todas las mezclas gelifican o se enturbian a más tardar después de 24 horas.

Ueda indica en American Mineralogist, V64, 1979, páginas 172 y siguientes, que también puede haber disoluciones claras de aluminatos en disoluciones de vidrio soluble, pero con la limitación de que esto es posible sólo en el caso de proporciones de  $Al_2O_3/SiO_2$  en el intervalo de 1 : 70 a 1 : 320, lo que significa desde el punto de vista matemático que  $Al_2O_3$  puede estar contenido sólo con un 0,4 % en peso como máximo para una disolución de vidrio soluble de uso común, con un contenido en producto sólido de silicato alcalino de un 40 % en peso. Este estado de la técnica confirma al especialista en el hecho, ya conocido por el mismo, de que es extremadamente difícil obtener disoluciones acuosas de silicatos alcalinos (vidrios solubles) claras, estables al almacenaje a largo plazo y que no gelifican, con un contenido en aluminio notable, y en todo caso apunta a que podría ser posible obtener tales disoluciones con un contenido en aluminio máximo de un 0,4 % en peso.

La WO 2004/014813 A2 describe disoluciones claras acuosas para vitrificaciones ignífugas que contienen un silicato de metal alcalino (vidrio soluble), un aluminato hidrosoluble y un ácido hidroxicarboxílico.

La US 2004/018146 A1 describe partículas de zeolita finas de tipo A, con un diámetro medio de 0,1 micrómetros o menor, y un coeficiente de variación de un 90 % o menor, ascendiendo la proporción de un pico por encima del nivel base respecto a la superficie de pico total en el intervalo de  $2\text{-}\theta = 20^\circ$  a  $40^\circ$ , en un espectro de difracción de polvo de rayos X de la citada partícula de zeolita fina de tipo A, a un 30 % o más.

#### Descripción de la invención

Era tarea de la presente invención poner a disposición disoluciones de silicatos (vidrios solubles) claras acuosas, con un contenido en aluminio de al menos un 0,5 % en peso (% en peso de  $Al_2O_3$ , referido a la disolución acuosa de silicato total). Las disoluciones serán estables al almacenaje durante un intervalo de tiempo de al menos 6 meses a 20°C, es decir, permanecerán claras dentro de este intervalo de tiempo, y no gelificarán, o bien conducirán a precipitaciones.

El solicitante ha conseguido ahora solucionar el citado planteamiento del problema, a pesar de que el estado de la técnica da a entender que esto es extraordinariamente difícil, cuando no prácticamente imposible.

En primer lugar es objeto de la invención un procedimiento para la obtención de disoluciones acuosas claras, estables al almacenaje a 20°C al menos 6 meses, de silicatos (vidrios solubles) constituidas por

\* un 20 a un 40 % en peso de  $SiO_2$ ,

\* un 10 a un 20 % en peso de  $M_2O$ , siendo M un catión del grupo  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NY_4^+$ , y significando Y un resto alquilo o alquenido con 1 a 6 átomos de carbono,

\* un 0,5 a un 6 % en peso de  $Al_2O_3$ , y

\* agua,

disponiéndose

\* una disolución acuosa de silicato (vidrio soluble) de la fórmula general  $M_2O \times nSiO_2$ , donde M es un catión del grupo  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NY_4^+$ , y significando Y un resto alquilo o alquenido con 1 a 6 átomos de carbono, y n un número en el intervalo de 1 a 5, y

\* añadiéndose con dosificación un compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 10 000 mPas, y llevándose a cabo la reacción en un intervalo de temperatura de 20 a 140°C,

\* con la condición de que la mezcla de reacción se enfríe a temperatura ambiente tras adición con dosificación de la cantidad total de compuesto de aluminio, tan pronto la mezcla de reacción sean clara.

En este caso, la indicación de viscosidad se mide bajo condiciones de reacción y temperatura de reacción según ISO 12058-1.

5 La reacción se lleva a cabo preferentemente bajo agitación.

Las disoluciones de silicato que contienen Al accesibles conforme al procedimiento según la invención se ajustan preferentemente a una viscosidad de al menos 100 mPas, y en especial a una viscosidad en el intervalo de 100 a 1000 mPas (con estos datos se indica en cada caso la viscosidad de las disoluciones de silicato como tal a 20°C, medida conforme al método según ISO 12058-1). En este caso, el ajuste de la viscosidad se efectúa esencialmente mediante la selección de las concentraciones de los reactivos.

El procedimiento según la invención garantiza que las disoluciones de silicato acuosas que contienen aluminio obtenidas, a pesar de su contenido en aluminio elevado, son de un componente y claras, no gelifican, y siguen siendo claras y no forman un depósito, y esto durante un intervalo de tiempo de al menos 6 meses a 20°C, lo que significa una extraordinaria estabilidad al almacenaje. Esto se debe considerar sorprendente en vista del estado de la técnica planteado.

Es especialmente preferente llevar a cabo la reacción en un intervalo de temperaturas de 50 a 110°C, y en especial de 60 a 80°C. Precisamente el intervalo de temperaturas de 60 a 80°C garantiza especialmente disoluciones de silicato estables al almacenaje a largo plazo.

Como se ha expuesto, el procedimiento según la invención prevé como paso crítico disponer una disolución acuosa de un silicato (vidrio soluble) como se ha definido anteriormente, y añadir con dosificación un compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 10 000 mPas. De este modo se expresa que la velocidad de adición de la fuente de aluminio es un parámetro muy importante. Esto es, si la fuente de aluminio se añade demasiado rápidamente, con la consecuencia de que la viscosidad de la mezcla de reacción sobrepase el valor indicado, no se obtienen disoluciones claras ni estables al almacenaje a largo plazo. Por lo tanto, conforme al procedimiento según la invención, la fuente de aluminio se debe añadir con dosificación tan rápidamente que la viscosidad de la mezcla de reacción permanezca permanentemente por debajo de 10 000 mPas. Preferentemente se añade la fuente de dosificación con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 1 000 mPas.

La naturaleza de los silicatos a emplear (vidrios solubles) no es crítica en sí. Preferentemente se emplean silicatos alcalinos, es decir, compuestos  $M_2O \times nSiO_2$ , en los que M representa un catión del grupo  $Li^+$ ,  $Na^+$  o  $K^+$ , y siendo n un número en el intervalo de 1 a 5. En este caso se emplean preferentemente aquellos silicatos alcalinos en los que n se sitúa en el intervalo de 1 a 3, y en especial de 1,6 a 2,8. Es muy especialmente preferente emplear silicato sódico.

La fuente de aluminio no es crítica en sí. Preferentemente se emplean compuestos de aluminio iónicos, y en especial sales de aluminio inorgánicas como fuente de aluminio (denominadas anteriormente "compuestos de aluminio"). Son ejemplos a tal efecto hidróxido de aluminio, óxido de aluminio, dióxido de sodio y aluminio, o alumbre.

En el ámbito de la presente invención es muy especialmente preferente hidróxido de aluminio como fuente de aluminio. Por una parte se puede emplear en forma sólida, siendo válido entonces que se deba presentar en forma finamente distribuida, y precisamente con un tamaño de grano por debajo de 1  $\mu m$ .

No obstante, se emplea preferentemente en forma de una disolución acuosa (disolución de aluminato). En este caso se emplea en especial disoluciones de aluminato con un contenido en aluminio en el intervalo de un 10 a un 22 % (dato de % significa % en peso de  $Al_2O_3$ , referido a la totalidad de disolución acuosa de aluminato).

Como se ha indicado anteriormente, la mezcla de reacción se enfría tras adición con dosificación de la cantidad total de compuesto de aluminio a temperatura ambiente (entendiéndose por la misma un intervalo de temperaturas de 5 a 30°C, y en especial 20 a 25°C), tan pronto la mezcla de reacción sea clara. Esta es una característica importante para el éxito del procedimiento. En la práctica esto significa que durante la adición de la fuente de aluminio a la disolución de vidrio soluble dispuesta se presenta un enturbiamiento de la mezcla de reacción por regla general. Tan pronto la cantidad total de compuesto de aluminio se ha añadido con dosificación, es importante analizar ópticamente la mezcla de reacción (controles visuales) para verificar cuando se vuelve clara. Tan pronto ésta se vuelve clara se inicia el enfriamiento. El momento en el que la mezcla de reacción se vuelve clara puede depender de la velocidad de adición con dosificación de la fuente de aluminio y de la temperatura de reacción. Si ésta se

efectúa con el final de la adición de la fuente de aluminio, o poco después de la misma, la mezcla de reacción se continúa agitando simplemente a la temperatura de reacción previa, hasta que se vuelve clara, y después se enfría.

De modo preferente, el enfriamiento de la mezcla de reacción se efectúa - como se ha indicado tras adición completa de la fuente de aluminio - inmediatamente después de que esta se ha vuelto clara.

5 En una forma de ejecución, las disoluciones acuosas de silicatos (vidrios solubles) están constituidas por

\* un 25 a un 35 % en peso de  $\text{SiO}_2$ ,

\* un 12 a un 16 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , siendo alc litio, sodio o potasio, y

\* un 0,5 a un 3 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

En otra forma de ejecución, las disoluciones acuosas de silicatos (vidrios solubles) están constituidas por

10 \* un 25 a un 35 % en peso de  $\text{SiO}_2$ ,

\* un 12 a un 16 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , siendo alc litio, sodio o potasio, y

\* un 1,0 a un 2,5 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

El contenido en producto sólido de las disoluciones acuosas de silicatos (vidrios solubles) que contienen Al según la invención asciende preferentemente a un 25-50 % en peso, y en especial a un 35-45 % en peso.

15 Otro objeto de la invención son en primer lugar disoluciones acuosas claras, estables al almacenaje a 20°C al menos 6 meses, de silicatos (vidrios solubles) constituidas por

\* un 20 a un 40 % en peso de  $\text{SiO}_2$ ,

\* un 10 a un 20 % en peso de  $\text{M}_2\text{O}$ , siendo M un catión del grupo  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NY}_4^+$ , y significando Y un resto alquilo o alqueniilo con 1 a 6 átomos de carbono,

20 \* un 0,5 a un 6 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , y

\* agua,

siendo accesibles estas disoluciones

25 \* disponiéndose una disolución acuosa de un silicato (vidrio soluble) de la fórmula general  $\text{M}_2\text{O} \cdot x \text{nSiO}_2$ , donde M representa un catión del grupo  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{NY}_4^+$ , y significando Y un resto alquilo o alqueniilo con 1 a 6 átomos de carbono, y n un número en el intervalo de 1 a 5, y

\* añadiéndose con dosificación un compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 10 000 mPas, y llevándose a cabo la reacción en un intervalo de temperaturas de 20 a 140°C,

30 \* con la condición de que la mezcla de reacción, tras adición con dosificación de la cantidad total de compuesto de aluminio, se enfríe a temperatura ambiente en tanto la mezcla de reacción sea clara.

Las disoluciones de silicato que contienen Al accesibles conforme al procedimiento según la invención se pueden emplear en los más diversos campos de aplicación. Son ejemplos a tal efecto: agentes de revestimiento ignífugos, agentes auxiliares para la aglomeración.

### Ejemplos

35 Abreviaturas

Agua VE = agua completamente desalinizada.

FS = contenido en producto sólido.

GV = proporción ponderal  $\text{SiO}_2$ /óxido alcalino en vidrios solubles alcalinos

### Ejemplos según la invención

#### Ejemplo 1

5 En una bomba de presión de acero refinado de 500 ml se dispusieron 400 g de vidrio soluble sódico 60 (46 % FS, GV = 2) (firma Cognis), se agitaron con un agitador magnético en forma de cola de pez, y se distribuyeron en la tromba de agitación 10 g de hidróxido de aluminio KB30 (firma Alcoa). Se calentó en una placa calefactora a 120°C con cierre a prueba de presión. Una vez alcanzados 120°C se enfrió inmediatamente de nuevo a temperatura ambiente, y la disolución ligeramente opaca se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$  para dar una disolución transparente clara.

10 Analítica: 30 % de  $\text{SiO}_2$       14,5 % de  $\text{Na}_2\text{O}$       1,3 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Ejemplo 2

15 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 200 g de vidrio soluble sódico 48/50 (45 % FS, GV = 2,7) (firma Cognis) con 30 g de hidróxido sódico 50 % (Fluka) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una disolución clara exenta de impurezas. En la tromba de agitación se distribuyeron 7 g de hidróxido de aluminio finamente dividido (Apyral 200SM, firma Nabaltec). Con una placa calefactora se calentó la mezcla turbia blanquecina a 100°C/reflujo. En el intervalo de media hora se produjo una mezcla casi transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

Analítica: 28 % de  $\text{SiO}_2$       15 % de  $\text{Na}_2\text{O}$       1,8 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Ejemplo 3

20 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 135 de Portin A (polvo de vidrio soluble sódico 80 % FS, GV = 2) (firma Cognis) y 100 ml de agua VE con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una suspensión. En la tromba de agitación se distribuyeron 4 g de hidróxido de aluminio finamente dividido (Apyral 200SM, firma Nabaltec). Con una placa calefactora se calentó la mezcla turbia blanquecina a 100°C/reflujo. En el intervalo de media hora se produjo una mezcla casi transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

25 Analítica: 31 % de  $\text{SiO}_2$       15,5 % de  $\text{Na}_2\text{O}$       1 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Ejemplo 4

30 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 200 g de vidrio soluble sódico 48/50 (45 % FS, GV = 2,7) (firma Cognis) con 30 g de hidróxido sódico 50 % (Fluka) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una disolución clara exenta de impurezas, y se calentó a 40°C. En la tromba de agitación se introdujeron gota a gota 50 g de disolución de aluminato sódico (Gecedral, firma Giuliani) en el intervalo de una hora. La mezcla turbia debido a las partículas de gel se calentó a 80°C. En el intervalo de una hora se produjo una mezcla transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

Analítica: 28 % de  $\text{SiO}_2$       15,5 % de  $\text{Na}_2\text{O}$       4 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Ejemplo 5

40 En un matraz Erlenmeyer se dispusieron 200 g de vidrio soluble sódico 50/52 (48 % FS, GV = 2,4) (firma Cognis) y se añadió gota a gota una mezcla de sosa-agua de 40 g (50 % FS, firma Solvay), se mezcló con un agitador magnético en forma de cola de pez y se calentó a 50°C. En la tromba de agitación se introdujeron gota a gota 26 g de disolución de aluminato sódico (38 %, firma Nordisk) en el intervalo de una hora. Después se calentó a 80°C. En el intervalo de 15 minutos se produjo una mezcla transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

Analítica: 28 % de  $\text{SiO}_2$       12,5 % de  $\text{Na}_2\text{O}$       2 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$

#### Ejemplo 6

45 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 170 g de vidrio soluble sódico 50/52 (48 % FS, GV = 2,4) (firma Cognis) con 30 g de vidrio soluble potásico 54 (52 % FS, GV 1,42) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar

una disolución clara exenta de impurezas, y se calentó a 40°C. En la tromba de agitación se introdujeron gota a gota 22 g de disolución de aluminato sódico (Gecedral, firma Giuliani) en el intervalo de una hora. La mezcla turbia debido a las partículas de gel se calentó a 80°C. En el intervalo de media hora se produjo una mezcla transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

5 Analítica: 30 % de SiO<sub>2</sub> 10,5 % de Na<sub>2</sub>O 3 % de K<sub>2</sub>O 1,9 % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### Ejemplo 7

10 En un vaso de precipitados se dispusieron 30 g de disolución de aluminato sódico (aluminol; firma Remondis) y 20 g de agua, se agitó con un agitador magnético en forma de cola de pez, y se calentó a 40°C. En el intervalo de 30 minutos se introdujeron gota a gota 200 g de vidrio soluble sódico 54/56 (55 % FS, GV = 2,05). La mezcla se calentó a 80°C. En el intervalo de una hora se produjo una mezcla transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un filtro de 10  $\mu$ .

Analítica: 30,5 % de SiO<sub>2</sub> 16 % de Na<sub>2</sub>O 2,6 % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

### Ejemplo 8

15 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron en 75 g de agua VE 90 g de hidróxido sódico 50 % (Fluka), 5,5 g de hidróxido de litio hidrato (firma FMC) y 80 g de Köstrosolid 0403 (ácido silícico precipitado, firma Köstritz) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una suspensión. En la tromba de agitación se distribuyeron 8 g de hidróxido de aluminio finamente dividido (Apyral 200SM, firma Nabaltec). Con una placa calefactora se calentó la mezcla turbia blanquecina a 100°C bajo reflujo. En el intervalo de media hora se produjo una mezcla casi transparente. Tras enfriamiento a temperatura ambiente se separó por filtración a través de un tamiz de 50  $\mu$ .

20 Analítica: 30 % de SiO<sub>2</sub> 14 % de Na<sub>2</sub>O 1,5 % de Li<sub>2</sub>O 2,6 % de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Todas las disoluciones obtenidas de los ejemplos siguen siendo estables en el caso de almacenaje a temperatura ambiente, sin separación o cristalización.

### Ejemplos comparativos

25 Los dos siguientes ejemplos comparativos V4-1 y V4-2 sirven como comparación con el anterior ejemplo 4 según la invención.

#### Ejemplo comparativo V4-1

30 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 200 g de vidrio soluble sódico 48/50 (45 % FS, GV = 2,7) (firma Cognis) con 30 g de hidróxido sódico al 50 % (Fluka) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una disolución clara exenta de impurezas, y se calentó a 90°C. En la tromba de agitación se introdujeron gota a gota 50 g de disolución de aluminato sódico (Gecedral, firma Giuliani) en el intervalo de una hora. La mezcla turbia se calentó durante 2 horas a 100°C. La turbidez de la mezcla no se aclaró, y la agitación subsiguiente adicional condujo a turbidez aún mayor. Debido al bloqueo del filtro, la mezcla obtenida de este modo no se pudo filtrar incluso a través de un tamiz de 200  $\mu$ . La disolución refrigerada a temperatura ambiente adquirió una turbidez blanquecina durante el reposo, tras aproximadamente 3 semanas comenzó a sedimentar un depósito blanco.

#### Ejemplo comparativo V4-2

40 En un matraz Erlenmeyer se mezclaron 200 g de vidrio soluble sódico 48/50 (45 % FS, GV = 2,7) (firma Cognis) con 30 g de hidróxido sódico al 50 % (Fluka) con un agitador magnético en forma de cola de pez para dar una disolución clara exenta de impurezas. Para el descenso de la viscosidad se añadieron 40 g de agua. En la tromba de agitación se introdujeron gota a gota 60 g de disolución de aluminato sódico (Gecedral, firma Giuliani) en el intervalo de una hora. La turbidez de la mezcla no se aclaró mediante agitación subsiguiente adicional, ni mediante filtración o calentamiento. La dispersión turbia blanquecina tendía a la separación ya después de algunos días.

**REIVINDICACIONES**

- 1.- Procedimiento para la obtención de disoluciones acuosas, estables al almacenaje a 20°C al menos 6 meses, de silicatos (vidrios solubles) constituidas por
- \* un 20 a un 40 % en peso de SiO<sub>2</sub>,
- 5 \* un 10 a un 20 % en peso de M<sub>2</sub>O, siendo M un catión del grupo Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NY<sub>4</sub><sup>+</sup>, y significando Y un resto alquilo o alquenilo con 1 a 6 átomos de carbono,
- \* un 0,5 a un 6 % en peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y
  - \* agua,
- disponiéndose
- 10 \* una disolución acuosa de silicato (vidrio soluble) de la fórmula general M<sub>2</sub>O x nSiO<sub>2</sub>, donde M es un catión del grupo Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NY<sub>4</sub><sup>+</sup>, y significando Y un resto alquilo o alquenilo con 1 a 6 átomos de carbono, y n un número en el intervalo de 1 a 5, y
- \* añadiéndose con dosificación un compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 10 000 mPas, y llevándose a cabo la reacción en un intervalo de temperatura de 20 a 140°C,
- 15 \* con la condición de que la mezcla de reacción se enfríe a temperatura ambiente tras adición con dosificación de la cantidad total de compuesto de aluminio, tan pronto la mezcla de reacción sean clara.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, significando M un catión del grupo Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, significando M el catión Na<sup>+</sup>, y teniendo el silicato sódico empleado la fórmula Na<sub>2</sub>O x nSiO<sub>2</sub>, significando n un número en el intervalo de 1,6 a 2,8.
- 20 4.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, empleándose como compuesto de aluminio hidróxido de aluminio.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, empleándose hidróxido de aluminio en forma de polvo, situándose su tamaño de grano por debajo de 1 µm.
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, empleándose hidróxido de aluminio en forma de una disolución acuosa (disolución de aluminato).
- 25 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, llevándose a cabo la reacción en un intervalo de temperaturas de 60 a 80°C.
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, añadiéndose el compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 1000 mPas.
- 30 9.- Disoluciones acuosas claras, estables al almacenaje a 20°C al menos 6 meses, de silicatos (vidrios solubles) constituidas por
- \* un 20 a un 40 % en peso de SiO<sub>2</sub>,
  - \* un 10 a un 20 % en peso de M<sub>2</sub>O, siendo M un catión del grupo Li<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, NY<sub>4</sub><sup>+</sup>, y significando Y un resto alquilo o alquenilo con 1 a 6 átomos de carbono,
- 35 \* un 0,5 a un 6 % en peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, y
- \* agua,
- siendo accesibles estas disoluciones



## ES 2 461 115 T3

\* disponiéndose una disolución acuosa de un silicato (vidrio soluble) de la fórmula general  $M_2O \cdot x nSiO_2$ , donde M representa un catión del grupo  $Li^+$ ,  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $NY_4^+$ , y significando Y un resto alquilo o alqueno con 1 a 6 átomos de carbono, y n un número en el intervalo de 1 a 5, y

5 \* añadiéndose con dosificación un compuesto de aluminio con una velocidad tal que la viscosidad de la mezcla de reacción permanece por debajo de 10 000 mPas, y llevándose a cabo la reacción en un intervalo de temperaturas de 20 a 140°C,

\* con la condición de que la mezcla de reacción, tras adición con dosificación de la cantidad total de compuesto de aluminio, se enfríe a temperatura ambiente en tanto la mezcla de reacción sea clara.