

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 651 742**

51 Int. Cl.:

B01J 20/10 (2006.01)

B01J 21/08 (2006.01)

C01B 33/193 (2006.01)

C09C 1/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.03.2011 PCT/EP2011/053798**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11117100**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.03.2011 E 11707879 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.10.2017 EP 2550095**

54 Título: **Ácidos silícicos de soporte de partículas gruesas**

30 Prioridad:

24.03.2010 DE 102010003204

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

29.01.2018

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**DREXEL, CLAUD-PETER;
HASELHUHN, FRANK;
HEINDL, FRANK;
RAUSCH, RALF y
STEIN, GÜNTER**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 651 742 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

Ácidos silícicos de soporte de partículas gruesas

La presente invención se refiere a nuevos ácidos silícicos granulares para su empleo como material de soporte, en particular como soportes para catalizadores en diferentes sistemas de reactores, a su preparación y a su uso.

5 En muchos sectores de aplicación tales como, p. ej., en el sector de los productos para la fitoprotección, en el caso de principios activos farmacéuticos, en el caso de la producción de piensos y aditivos para piensos o en la industria alimentaria se emplean materiales de soporte con el fin de transformar, p. ej., principios activos líquidos o en forma de resina, en una forma fluible y estable al almacenamiento. Para la producción de las formulaciones sólidas, sustancias líquidas o fundibles o mezclas de sustancias se aplican en parte junto con coadyuvantes (por ejemplo

10 tensioactivos y agentes disgregantes) sobre materiales de soporte. En el caso de las sustancias sólidas, los materiales de soporte sirven en este caso, en primer término, como carga, mientras que en el caso de sustancias líquidas o de bajo punto de fusión, absorben el líquido. Con ello, se han de poder obtener absorbatos fácilmente manipulables y extremadamente secos que luego pueden pasar a comercializarse, p. ej., en el sector agrario en forma de polvo directamente (los denominados WP, polvo humectable) o pueden continuar elaborándose en forma

15 de granulados/productos extrudidos (WG, gránulos dispersables en agua). En el caso de que lo requieran las aplicaciones respectivas, las disoluciones absorbidas pueden ser secadas o las masas fundidas absorbidas pueden ser consolidadas. En general, se habla de materiales de soporte cargados.

Un requisito esencial establecido al material de soporte es una capacidad de absorción suficientemente elevada, de modo que tenga que emplearse la menor cantidad posible de material de soporte. Por lo tanto, toda una serie de

20 solicitudes de patente, tales como, p. ej., el documento DE102006002765, se ocupan de procedimientos para aumentar el contenido de material absorbido sobre el material de soporte. Sin embargo, estos procedimientos son muy complejos de llevar a cabo y no se han establecido hasta ahora a gran escala.

Otro requisito establecido el material de soporte es que los absorbatos presenten una buena fluidez y, por consiguiente, una buena aptitud para el tratamiento. Además, los ácidos silícicos deben desprender el menor polvo

25 posible durante el transporte, el trasiego y la producción de los absorbatos. Para mejorar la fluidez se propuso por lo tanto, p. ej., en el documento EP 0984772 B1 y el documento EP 0966207 B1, utilizar como material de soporte ácidos silícicos microgranulares con una forma aproximadamente esférica y con un tamaño de partícula medio superior a 150 µm. Los absorbatos obtenidos de este modo presentan ciertamente una fluidez mejorada, pero las propiedades de tratamiento de los ácidos silícicos no son óptimas, dado que en la preparación de absorbatos con

30 estos ácidos silícicos se observaron a menudo apelmazamientos en los mezcladores los cuales deben ser eliminados en parte de manera compleja.

En el sector de la catálisis en lecho fijo se añaden otros requisitos al material de soporte. Así, p. ej., se ha de garantizar que en el caso de reacciones en reactores de lecho fijo, en los que los reaccionantes recorren un recinto de reacción lleno de materiales de soporte cargados, sobre los que está aplicado un catalizador, se produzcan

35 pérdidas de presión lo más bajas posibles en el recinto de reacción. En el caso de reacciones en las que se suspende un material de soporte cargado con catalizador en un medio de reacción, el material de soporte debe poder ser separado de nuevo fácilmente al finalizar la reacción. Finalmente, las reacciones en un reactor de lecho fluido requieren que los materiales de soporte cargados puedan ser fluidizados allí bien. Por consiguiente, es evidente que diferentes tipos de reactores establezcan requisitos muy diferentes a los soportes cargados y, por

40 consiguiente, también al material de soporte. Hasta ahora, los trabajos de investigación se centraron, tal como se muestra arriba, ampliamente en la capacidad de absorción de materiales de soporte o bien a su aptitud para el tratamiento. Para los requisitos especiales en caso de procedimientos catalíticos no existen todavía materiales de soporte satisfactorios.

Por lo tanto, sigue existiendo una elevada demanda de materiales de soporte económicos que puedan ser bien

45 tratados, permitan preparar absorbatos altamente cargados y bien fluibles y, además, sean bien adecuados para procedimientos catalíticos.

Por absorbatos se entienden ácidos silícicos de soporte cargados con una sustancia activa o una mezcla de sustancias activas directamente o en dispersión, disolución o masa fundida. Adicionalmente a la sustancia activa o

50 mezcla de sustancias activas pueden cargarse además coadyuvantes. Las sustancias cargadas sobre el ácido silícico de soporte se designan en este caso también como sustancias absorbidas.

Por lo tanto, misión de la presente invención era proporcionar nuevos ácidos silícicos granulares que no presentaran al menos algunos de los inconvenientes de los materiales de soporte del estado de la técnica o sólo lo hicieran en una medida reducida y que permitieran producir soportes cargados nuevos con propiedades técnicas de aplicación

mejoradas. Además, se ha de proporcionar un procedimiento para la preparación de estos ácidos silícicos granulares y para la preparación de los soportes cargados.

Una misión especial consistía en proporcionar ácidos silícicos granulares que permitan producir soportes cargados con catalizadores que puedan ser separados muy fácilmente de las suspensiones.

- 5 Otra misión especial consistía en proporcionar ácidos silícicos granulares que permitan producir soportes cargados con catalizadores que en reactores de lecho fijo provoquen la menor pérdida posible de presión de la mezcla de reacción circulante.

10 Estos y otros problemas no mencionados explícitamente se resuelven mediante los ácidos silícicos granulares, soportes cargados y procedimientos de preparación definidos con mayor detalle en las reivindicaciones, la parte descriptiva y los Ejemplos.

Sorprendentemente, se encontró que no es suficiente utilizar materiales de soporte con una forma esférica y un tamaño medio de partículas superior a 150 μm , tal como se describe en el documento EP 0984772 B1 y el documento EP 0966207 B1, para la preparación de absorbatos, dado que con materiales de soporte de este tipo en reacciones en lecho fijo no se alcanzaron resultados satisfactorios.

- 15 Los autores de la invención han encontrado mediante ensayos exhaustivos que un criterio esencial que el material de soporte debe cumplir es su estabilidad frente a sollicitaciones mecánicas. Si el material de soporte es demasiado blando, entonces pueden producirse apelmazamientos durante la carga del material de soporte en el mezclador. Además, en el caso del tratamiento ulterior de los materiales de soporte cargados y durante la carga de los reactores puede ocurrir que se pulverice una parte de los materiales de soporte y que el polvo así formado atasque al reactor, de modo que se produzca una pérdida de presión incrementada en el reactor.
- 20

Además, es conocido que también en el caso del recorrido de un fluido por encima de los soportes cargados en el reactor se pueden producir manifestaciones de desgaste cuando los materiales de soporte no sean lo suficientemente duros, con ello pueden explicarse pérdidas de presión evidentes en el funcionamiento de reactores de lecho fijo o bien problemas de filtración en la zona de los catalizadores en suspensión.

- 25 Finalmente, se encontró que las partículas de los materiales de soporte deben tener una granulometría especial con el fin de provocar en el reactor de lecho fijo o bien en el reactor de lecho fluido una resistencia al flujo lo más baja posible.

Mediante un procedimiento de producción especial se consiguió aumentar la dureza de los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención de modo que éstos resistan de forma claramente mejor la sollicitación mecánica en el caso de la preparación del absorbato, del tratamiento del absorbato y del funcionamiento de reactores y, por consiguiente, presentan propiedades técnicas de aplicación claramente mejoradas. Además, se mejoró la distribución del tamaño de partícula y se garantizó que los ácidos silícicos granulares endurecidos presentaran una porosidad suficientemente elevada. Los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención se distinguen, por lo tanto, también por una porosidad suficientemente elevada - expresada por el volumen de poros de Hg - paredes de los poros mejor estabilizadas - expresadas por la relación del tamaño medio de las partículas (valor d_{50}) sin la acción de ultrasonidos para el tamaño medio de las partículas (valor d_{50U}) tras una acción de ultrasonidos durante 3 min - así como un tamaño optimizado de las partículas - expresado por el valor $d_{Q3=10\%}$ para la descripción de la porción fina así como el valor de $d_{Q3=90\%}$ para la descripción de la porción gruesa - . Es decir, el aumento de la estabilidad mecánica pudo alcanzarse y, al mismo tiempo, obtenerse una elevada capacidad de absorción en el caso de una distribución óptima del tamaño de las partículas.

30

35

40

En una forma de realización preferida, los ácidos silícicos de acuerdo con la invención presentan un valor del pH aproximadamente neutro, de modo que éstos pueden ser empleados de manera muy universal sobre soportes y no presentan efectos negativos sobre la estabilidad al almacenamiento de los materiales absorbidos.

- 45 Además, los ácidos silícicos de acuerdo con la invención presentan, en comparación con ácidos silícicos de soporte empleados comercialmente tales como, p. ej., Zeosil 165 GR de la razón social Rhodia Chimie o Zeodent DP-9175 de la razón social Huber Corp., una relación óptima a base de dureza, es decir, estabilidad mecánica, la distribución del tamaño de las partículas en relación con la porción fina y la porción gruesa, así como capacidad de absorción.

Por lo tanto, objeto de la presente invención son ácidos silícicos granulares con

- un volumen de poros de Hg ($< 4 \mu\text{m}$) mayor que 0,90 ml/g

ES 2 651 742 T3

- un valor $d_{Q3=10\%}$ mayor que 400 μm con un valor $d_{Q3=90\%}$ simultáneo menor que 3000 μm , ajustándose los granulados mediante tamizado o granulación a través de tamiz en un tamaño de tamiz de 3000 μm y tamizado de la porción fina con una anchura de malla del tamiz de 400 μm a la fracción de partículas correspondiente,

5 - presenta una relación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos al valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos de < 4,00, teniendo lugar la medición en una fracción de partículas de 400 a 500 μm .

Además, objeto de la presente invención son ácidos silícicos granulares que, junto a los parámetros arriba mencionados, presentan al menos una de las siguientes propiedades:

- valor del pH de 5 a 8,5

10 - una relación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos de 1,00 a 3,00, preferiblemente de 1,00 a 2,60, de manera particularmente preferida de 1,00 a 2,10, de manera especialmente preferida de 1,00 a 1,60. La medición tiene lugar en este caso en una fracción de partículas de 400 a 500 μm .

15 Objeto de la presente invención es, además, un primer procedimiento para la preparación de los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención, que comprende las etapas

a) proporcionar un ácido silícico precipitado o pirógeno, secado y/o molido, con

- un tamaño medio de partículas d_{50} sin tratamiento con ultrasonidos de 0,1 a 350 μm ,

- una superficie según BET de 30 a 800 m^2/g y

- un índice DBP de 140 a 400 $\text{g}/100 \text{g}$;

20 b) humectar el ácido silícico de la etapa a) de manera correspondiente al procedimiento de conformación aplicado a una pérdida por secado de 30-80% en peso,

c) conformar el ácido silícico de la etapa b) mediante extrusión, granulación, compactación u otros procedimientos de conformación habituales;

d) secar los cuerpos moldeados de ácido silícico en grupos de secado adecuados para ello; y

25 e) granular en tamiz o tamizado de los granulados con un tamaño de tamiz de 3000 μm y tamizar la porción fina con una anchura de malla del tamiz de 400 μm .

Alternativamente, al primer procedimiento de acuerdo con la invención precedentemente descrito, puede utilizarse también una torta de filtración con contenido en agua con una pérdida por secado de 30-80% en peso como material de partida para la etapa c).

30 Además, objeto de la presente invención es un segundo procedimiento para la preparación de los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención, que comprende las etapas

i) proporcionar un ácido silícico precipitado o pirógeno, secado y/o molido, con una pérdida por secado de < 30% en peso, y con

- un tamaño medio de partículas d_{50} sin tratamiento con ultrasonidos de 0,1 a 350 μm ,

35 - una superficie según BET de 30 a 800 m^2/g y

- un índice DBP de 140 a 400 $\text{g}/100 \text{g}$;

ii) conformación del ácido silícico de la etapa i) mediante compactación en seco, preferiblemente entre dos rodillos giratorios, con una presión de apriete específica de 0,5 kN/cm de anchura de rodillo a 12 kN/cm de anchura de rodillo para formar productos embutidos y

40 iii) granulación en tamiz o granulación de los productos embutidos con un tamaño del tamiz de 3000 μm y tamizado de la porción fina con una anchura de la malla del tamiz de 400 μm .

En todos los procedimientos de acuerdo con la invención arriba descritos es posible continuar aumentando la dureza de las partículas, sometiendo a éstas a un tratamiento con vapor de agua a una temperatura elevada tal como, por ejemplo, 70°C a 400°C. A continuación, es eventualmente necesaria otra etapa de secado.

45 Además, es posible aumentar la dureza de las partículas, poniendo a éstas en contacto durante un determinado tiempo con una sustancia alcalina, con el fin de elevar el valor del pH de las partículas. El procedimiento se describe con mayor precisión en el documento DE 102008035867 A1.

Otra posibilidad de aumentar la dureza de las partículas consiste en calcinar las partículas a una temperatura elevada, típicamente entre 700°C y 1200°C durante un tiempo determinado (por norma general < 1 h).

Las etapas de procedimiento previamente descritas para el endurecimiento de las partículas pueden llevarse a cabo antes o después de la etapa de procedimiento de la granulación en tamiz y del tamizado.

5 Las etapas de procedimiento humectación y/o granulación del primer procedimiento de acuerdo con la invención pueden llevarse a cabo en un mezclador, amasador, compactador, granulador de platos y/o prensa de matriz perforado o similar, intensivo y de rápido funcionamiento. Alternativamente, a la humectación puede añadirse una extrusión, o se puede extrudir directamente una torta de filtración con contenido en agua. Los cuerpos moldeados extrudidos pueden modificarse en su forma geométrica a continuación mediante otros procedimientos adecuados (p. ej., Spheronizer de la razón social Caleva).

10 Las etapas del procedimiento de secado del primer procedimiento de acuerdo con la invención pueden llevarse a cabo en armarios de secado, secadores de lecho fluido, secadores de cinta continua, o similares. Los cuerpos moldeados secados se ajustan a continuación a la fracción del tamaño de partícula correspondiente mediante otros procedimientos tales como, p. ej., tamizado o granulación en tamiz a un tamaño de tamiz de 3000 µm y tamizado de la porción fina con una anchura de malla del tamiz de 400 µm.

La etapa de conformación del segundo procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferiblemente en un compactador, p. ej., en un aparato de la razón social Hosokawa Bepex GmbH tal como Bepex L200/50 o de la razón social Alexanderwerk AG.

20 La granulación en tamiz de los dos procedimientos de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferiblemente en aparatos tal como un molino tamizador de la razón social Frewitt o de la razón social Hosokawa Bepex GmbH. El tamizado puede tener lugar mediante todas las técnicas conocidas, preferiblemente mediante una criba vibratoria de las razones sociales tales como Vibra, Engelsmann o Allgeier. Pueden llevarse a cabo varios tamizados o varias etapas de tamizado.

25 Objeto de la presente invención es, además, el uso de los ácidos silícicos de acuerdo con la invención como material de soporte, preferiblemente para catalizadores.

Finalmente, son objeto de la presente invención absorbatos que comprenden al menos un ácido silícico de acuerdo con la invención.

30 Los objetos de la presente invención se describen en lo que sigue en detalle. En el marco de la presente invención las expresiones ácido o ácidos silícicos, ácido o ácidos silícicos precipitados y ácido o ácidos silícicos pirógenos se utilizan de manera sinónima.

35 Una porosidad suficientemente elevada asegura que los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención posean un volumen de poros suficiente en el intervalo de los mesoporos y/o macroporos y, por consiguiente, el catalizador sea bien accesible para los reaccionantes y, al mismo tiempo, se requiera en lo posible poco material de soporte para la preparación de los absorbatos de acuerdo con la invención. Los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención presentan, por lo tanto, un volumen de poros de Hg (< 4 µm) mayor que 0,90 ml/g, preferiblemente mayor que 1,35 ml/g, de manera particularmente preferida mayor que 1,60, de manera muy particularmente preferida mayor que 1,80, de manera especialmente preferida más de 1,90.

40 Ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención adicionalmente preferidos presentan un volumen de poros de Hg (< 4 µm) de 0,9 a 1,34 ml/g, de manera particularmente preferida de 0,9 ml/g a 1,30 ml/g, de manera muy particularmente preferida de 0,9 ml/g a 1,20 ml/g.

45 Otra propiedad esencial de los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención es su dureza. Si la porosidad es elevada, entonces puede ocurrir que ya no se garantice la estabilidad mecánica y se pueda producir una formación incrementada de porción fina en el caso de una sollicitación mecánica del ácido silícico o bien de los absorbatos preparados con el mismo. Las sollicitaciones mecánicas durante el empaquetamiento y el transporte del ácido silícico, durante la preparación de los absorbatos así como durante el uso de los materiales de soporte cargados se simulan mediante la acción de ondas de ultrasonidos sobre el ácido silícico suspendido en agua durante 3 min. La relación de valor d_{50} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos proporciona información de en qué medida se reduce el valor d_{50} por parte de la sollicitación mecánica. Cuanto más duro sea el ácido silícico, tanto menor será la diferencia entre el valor d_{50U} después de la acción de ultrasonidos y el valor d_{50} sin la acción de ultrasonidos, es decir, en el caso ideal, la relación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos al valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos es igual a 1,00. Los ácidos silícicos

5 granulares de acuerdo con la invención presentan, a pesar de su gran tamaño medio de las partículas, una dureza muy buena, de modo que la relación de valor d_{50} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50U} después de 3 min de acción de ultrasonidos es menos que 3,00, preferiblemente menor que 2,60, de manera particularmente preferida menor que 2,10 y de manera especialmente preferida menor que 1,60. La medición tiene lugar en este caso en una fracción de partículas de 400 μm - 500 μm .

10 La distribución del tamaño de las partículas - caracterizada por el valor $d_{Q3=10\%}$ y el valor $d_{Q3=90\%}$ - es importante con el fin de garantizar buenas propiedades de flujo en reactores de lecho fijo o bien buenas propiedades de fluidización en reactores de lecho fluido. Partículas demasiado grandes no presentan una superficie específica suficiente para la reacción, disolución y difusión. Partículas demasiado pequeñas aumentan de nuevo la resistencia al flujo. Los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención presentan, por lo tanto, un valor $d_{Q3=10\%} > 400 \mu\text{m}$ y un valor $d_{Q3=90\%} < 3000 \mu\text{m}$.

15 Los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención presentan preferiblemente un valor del pH en el intervalo de 5 a 8,5. Este valor del pH ampliamente neutro de los ácidos silícicos garantiza un amplio espectro de aplicación en relación con los líquidos a absorber, dado que materiales de soporte con un carácter demasiado ácido o bien con un carácter demasiado básico pueden desencadenar o bien acelerar la descomposición u otra transformación química de los líquidos a absorber.

20 Para aplicaciones de soporte existe en el mercado una serie de ácidos silícicos que pueden ser empleados en el procedimiento de acuerdo con la invención. Ejemplos de ellos son los ácidos silícicos SIPERNAT® 50, SIPERNAT® 50S, 500LS, 22, SIPERNAT® 22S, SIPERNAT® 22 LS y SIPERNAT® 33 de la razón social Evonik Degussa GmbH. Como han encontrado los autores de la invención, estos ácidos silícicos - a pesar de haber sido desarrollados especialmente para aplicaciones de soporte - son por sí mismos inadecuados o sólo insuficientemente adecuados con el fin de ser empleados como material de soporte en el sector de los procedimientos catalíticos. El motivo de ello es - especialmente en el caso de las partículas secadas por pulverización, secadas en torre de toberas y/o molidas - su tamaño de partículas demasiado pequeño que puede conducir, como ya se ha descrito precedentemente, a un aumento de presión indeseado en el reactor. Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención se efectúa una compactación de estos ácidos silícicos, controlándose el tamaño de las partículas y la resistencia de las partículas generadas con ello mediante el procedimiento de acuerdo con la invención de modo que se obtienen partículas con una granulometría y dureza óptimas que presentan una baja resistencia al flujo en el reactor o bien se pueden separar fácilmente por filtración a partir de suspensiones.

30 Junto a los ácidos silícicos ya mencionados en la etapa a) del primer procedimiento de acuerdo con la invención pueden utilizarse, por ejemplo, los ácidos silícicos SIPERNAT® 2200, Aerosil® 200 de la razón social Evonik Degussa GmbH, Tixosil® 38 A a X de la razón social Rhodia Chimie, HiSil® SC 60 y HiSil® SC 72 de la razón social PPG, Hubersil® 5170 de la razón social Huber, así como los ácidos silícicos dados a conocer en las patentes europeas EP 0984772 B1, EP 0966207 B1 y EP 0937755 A1.

35 Los ácidos silícicos empleados en el procedimiento de acuerdo con la invención presentan

- un tamaño medio de las partículas d_{50} sin tratamiento con ultrasonidos de 0,1 a 350 μm , preferiblemente de 0,1 a 200 μm , de manera particularmente preferida de 0,1 a 150 μm y de manera muy particularmente preferida de 1 a 50 μm ;
- una superficie según BET de 30 a 800 m^2/g , preferiblemente de 40 a 700 m^2/g , de manera particularmente preferida de 50 a 600 m^2/g , de manera muy particularmente preferida de 150 a 550 m^2/g ;
- un índice DBP de 140 a 400 $\text{g}/(100 \text{g})$, preferiblemente de 140 a 350 $\text{g}/(100 \text{g})$, de manera particularmente preferida de 190 a 350 $\text{g}/(100 \text{g})$, de manera muy particularmente preferida de 290 a 350 $\text{g}/(100 \text{g})$.

45 El primer procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo en un mezclador, amasadora o compactador (opcionalmente con extrusora dispuesta a continuación) y secador, granulador de tamiz y tamiz dispuesto a continuación. Por ejemplo, primeramente el ácido silícico dispuesto puede ser humectado con líquido, p. ej., en un aparato de la razón social Eirich GmbH (en la medida en que la torta de filtración no pase a emplearse directamente), a continuación se comprime o bien compacta, después se extrude y se seca. Asimismo, es posible secar el ácido silícico humectado con líquido y condensado o bien compactado, a continuación llevar a cabo una granulación en tamiz y después tamizar a la fracción de grano deseada.

50 La dureza de las partículas de soporte finales puede controlarse mediante la medida de la compresión o bien compactación del ácido silícico de partida. La compresión tiene lugar, por norma general, mediante la adición de agua con una incorporación simultánea de energía de cizallamiento. Además, también pueden añadirse disoluciones acuosas tales como disoluciones de celulosa o aceites que son adecuados para funcionar como aglutinantes entre

las partículas. El líquido se añade, referido a una densidad de 1,00 g/mL, preferiblemente en proporciones de 50 a 90% en peso, de manera particularmente preferida en proporciones de 60 a 90% en peso y de manera muy particularmente preferida en proporciones de 65 a 90% en peso. Además, durante la compactación puede añadirse un sólido que sea adecuado para funcionar como aglutinante entre las partículas tal como, por ejemplo, celulosa, ceras o polímeros o monómeros que a continuación se polimerizan. El sólido se añade en proporciones de 0,1 a 50% en peso, preferiblemente en proporciones de 0,5 a 15% en peso, de manera particularmente preferida en proporciones entre 0,5 y 8% en peso.

En una forma de realización preferida, los materiales de soporte son comprimidos o bien compactados sin la aportación de aglutinantes.

La compactación se lleva a cabo preferiblemente a una temperatura de 10°C a 90°C, de manera particularmente preferida de 10°C a 70°C.

La conformación en el primer procedimiento de acuerdo con la invención tiene lugar preferiblemente de modo que el ácido silícico de partida es comprimido intensamente en la unidad mezcladora con ayuda del líquido añadido hasta que se produce una salida parcial de líquido y se inicia la granulación de las partículas. Los granulados obtenidos de esta forma (granulados brutos) pueden unificarse en su tamaño de las partículas mediante una etapa de extrusión y a continuación secarse. Además, los granulados brutos húmedos, suprimiendo la etapa de extrusión, también pueden ser secados directamente y ser hechos pasar a través de un tamiz con un tamaño característico de 3000 µm, desmenuzándose las partículas que son mayores que el tamaño del tamiz característico. El paso tiene lugar preferiblemente en aparatos tal como un molino tamizador de la razón social Frewitt o de la razón social Hosokawa Bepex GmbH. Partículas que son mayores que el tamaño característico del tamiz de paso pueden conducir, en el caso de emplear los materiales de soporte de acuerdo con la invención en el sector de la catálisis en suspensión, a sedimentaciones indeseadas de los absorbatos y tiene como consecuencia prolongados tiempos de difusión o bien de reacción. Además, es ventajoso que se separen todas las fracciones de tamiz menores que 400 µm. Estas pequeñas partículas actúan, tal como se descrito previamente, de forma negativa sobre la resistencia al flujo de las partículas y conducen a pérdidas de presión en reactores de lecho fijo.

El tamizado puede tener lugar mediante todas las técnicas conocidas, preferiblemente mediante una criba vibratoria de razones sociales tales como Vibra, Engelsmann o Allgeier. Pueden llevarse a cabo varios tamizados o varias etapas de tamizado.

En el segundo caso del procedimiento de acuerdo con la invención en el que se llevan a cabo la compactación del ácido silícico preferiblemente en un compactador seco con granulador de tamiz dispuesto a continuación y tamiz, es decir, primeramente el ácido silícico dispuesto se compacta, p. ej., en un aparato de la razón social Hosokawa Bepex GmbH tal como Bepex L200/50 o de la razón social Alexanderwerk AG, y después el material compactado se fracciona a la fracción de grano deseada.

En la etapa ii) del segundo procedimiento de acuerdo con la invención se compacta el ácido silícico de partida seco, es decir, se prensa para formar productos embutidos los cuales presentan un tamaño de partícula y una dureza optimizadas para la aplicación de acuerdo con la invención. La dureza puede ser controlada en este caso mediante la presión con la que se compactan los ácidos silícicos de partida. La compactación tiene lugar preferiblemente a una presión de apriete específica de 0,5 a 15 kN/cm de anchura de rodillo, de manera particularmente preferida de 3 a 12 kN/cm de anchura de rodillo y de manera muy particularmente preferida de 6 a 10 kN/cm de anchura de rodillo y a una temperatura de 10°C a 90°C, de manera particularmente preferida de 10°C a 70°C. Además, durante la compactación se puede añadir un líquido, preferiblemente agua, disoluciones acuosas tales como disoluciones de celulosa o aceites que son adecuados para actuar como aglutinantes entre las partículas. El líquido se añade preferiblemente en proporciones de 1 a 30% en peso, de manera particularmente preferida en proporciones de 1 a 20% en peso y de manera muy particularmente preferida en proporciones de 3 a 15% en peso. Además, durante la compactación se puede añadir un sólido que sea adecuado para actuar como aglutinante entre las partículas tal como, por ejemplo, celulosa, ceras o polímeros o monómeros que a continuación se polimerizan. El sólido se añade en proporciones de 0,1 a 50% en peso, preferiblemente en proporciones de 0,5 a 15% en peso, de manera particularmente preferida en proporciones entre 0,5 y 8% en peso.

Esta compactación en seco tiene lugar preferiblemente de modo que el ácido silícico de partida seco se prensa en una unidad de compactación entre dos rodillos giratorios, en donde de manera particularmente preferida al menos uno de los rodillos presenta depresiones tales como ranuras, cavidades o almohadillas, cuyas dimensiones características son mayores que las de las partículas a generar. Los rodillos están realizados de forma recta o cóncava. Otra realización particularmente preferida consiste en utilizar un rodillo con rueda dentada perforado. Además, puede ser ventajoso que al menos un rodillo esté ejecutado de modo que en la superficie del rodillo se pueda generar una depresión mediante la cual el ácido silícico a compactar pueda ser aspirado al rodillo. La

aportación del ácido silícico a la unidad de compactación puede tener lugar mediante todos los medios de transporte conocidos por el experto en la materia tales como, por ejemplo, husillos de transporte, husillos dobles, etc.

Después de la compactación, los productos embutidos obtenidos se hacen pasar a través de un tamiz con un tamaño característico de 3000 μm , desmenuzándose las partículas que sean mayores que el tamaño característico del tamiz. El paso tiene lugar preferiblemente en aparatos tales como un molino tamizador de la razón social Frewitt o de la razón social Hosokawa Bepex GmbH. Las partículas que son mayores que el tamaño característico del tamiz de paso pueden conducir, en el caso de emplear los materiales de soporte de acuerdo con la invención en el sector de la catálisis en suspensión, a sedimentaciones indeseadas de los absorbatos y tener como consecuencia largos tiempos de difusión o bien de reacción. Además, se separa la fracción de tamiz menor que 400 μm . Estas partículas pequeñas actúan, tal como se ha descrito previamente, de forma negativa sobre la resistencia de flujo de una carga de partículas y conducen a pérdidas de presión en reactores de lecho fijo.

El posible tratamiento con vapor de agua en los granulados secos acabados puede suceder en todos los aparatos adecuados para ello, estos son, p. ej., secadores de cinta sinfín, secadores tubulares giratorios, armarios de secado, secadores de lecho fluido, etc. Los granulados se exponen a una temperatura de 70°C - 400°C, preferiblemente de 80°C - 300°C, de manera particularmente preferida de 90°C - 200°C y de manera muy particularmente preferida de 106°C - 180°C. El tiempo de permanencia a esta temperatura asciende hasta 16 h, preferiblemente hasta 12 h, de manera particularmente preferida hasta 8 h, de manera muy particularmente preferida hasta 4 h.

La posible calcinación de las partículas puede tener lugar en diferentes aparatos tales como estufas de calcinación, calcinadores de cinta continua o de tubo giratorio, en calcinadores instantáneos o de lecho fluido. Los granulados se exponen en este caso a temperaturas de 700°C - 1200°C, preferiblemente de 800°C - 1200°C, de manera muy particularmente preferida de 800°C - 1100°C. El tiempo de permanencia depende de la temperatura de calcinación y de la dureza deseada de las partículas. El tiempo de permanencia en el proceso asciende a 1 h, preferiblemente a 20 min, de manera particularmente preferida a menos de 10 min.

Los ácidos silícicos granulados de acuerdo con la invención pueden emplearse para la preparación de absorbatos, tratándose en el caso de las sustancias absorbidas preferiblemente de agentes de endurecimiento o iniciadores, agentes humectantes, catalizadores, sustancias activas y coadyuvantes farmacéuticos, sustancias activas y coadyuvantes cosméticos, agentes de limpieza y/o para el cuidado, sustancias saboreantes, aromatizantes y perfumes, piensos o bien aditivos para piensos tales como, p. ej., aminoácidos, vitaminas, sustancias minerales, alimentos o bien aditivos para alimentos, colorantes y/o pigmentos, aminoácidos, agentes oxidantes o de blanqueo, aditivos con efecto microbicida, en particular fungicida o bactericida, productos químicos para la agricultura y la silvicultura y/o aditivos de hormigón. Con ello, en el caso del material absorbido sobre el soporte se puede tratar de un líquido acuoso o no acuoso, p. ej., un aceite, una resina, una disolución, una dispersión, una suspensión, una emulsión, una cera, un polímero o una masa fundida. Las sustancias absorbidas pueden ser tratadas a continuación térmicamente, atemperadas, llevadas a cristalización, a consolidación, a disgregación o a reacción. Adicionalmente, las sustancias absorbidas pueden ser secadas con anterioridad o posterioridad.

Absorbatos en el sector de los piensos y aditivos para piensos abarcan, p. ej., vitaminas, sustancias minerales, ácidos carboxílicos, ácidos minerales, aminoácidos, grasas, aceites y aromas. De manera particularmente preferida, se trata en este caso de ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido láctico, ácido fosfórico, disolución de cloruro de colina, acetato de vitamina E y extractos vegetales tales como, por ejemplo, extracto de tagetes.

Absorbatos en el sector de la agricultura y silvicultura comprenden, p. ej., fertilizantes absorbidos tales como, p. ej., fertilizantes con contenido en nitratos y/o fosfatos, agentes fitoprotectores, agentes para combatir plagas tales como, p. ej., herbicidas, fungicidas, insecticidas.

Absorbatos en el sector de los productos cosméticos comprenden, p. ej., aceites tales como aceites esenciales, aceites perfumados, aceites para el cuidado, aceites aromáticos y aceites de silicona, sustancias activas antibacterianas, antivirales o fungicidas; sustancias de acción desinfectante y antimicrobiana; desodorantes; antioxidantes; sustancias de acción biológica y sustancias activas biogénicas; vitaminas y complejos de vitaminas; enzimas y sistemas enzimáticos tales como amilasas, celulasas, lipasas y proteasas; sustancias cosméticamente activas tales como sustancias constitutivas para cosméticos y agentes para el cuidado corporal; sustancias activas para el lavado y la limpieza tales como tensioactivos de todo tipo, ácidos inorgánicos y orgánicos activos para el lavado y/o la limpieza, sustancias activas repelentes de la suciedad y desprenderas de la suciedad, oxidantes y agentes de blanqueo, activadores de agentes de blanqueo, mejoradores y co-mejoradores de la detergencia, aditivos anti-redeposición, inhibidores del engrisamiento y de la coloración, sustancias activas para la protección del color, sustancias y aditivos para el cuidado de la ropa, abrillantadores ópticos, inhibidores de la espuma, agentes de ajuste del pH y sustancias tampón del pH.

Absorbatos en el sector alimentario o bien aditivos alimentarios comprenden, p. ej., aromas absorbidos, agentes de complemento alimentario, vitaminas, sustancias minerales, aminoácidos.

Absorbatos de principios activos farmacéuticos comprenden todos los tipos de principios activos farmacéuticos tales como, por ejemplo, inhibidor de α -proteínasa, abacavir, abcimab, acarbosa, ácido acetilsalicílico, aciclovir, adenosina, albuterol, aldesleuquina, alendronat, alfuzosina, alosetron, alprazolam, alteplasa, ambroxol, amifostina, amiodaron, amisulprid, amlodipina, amoxicilina, anfetamina, anfotericina, ampicilina, amprenavir, anagrelid, anastrozol, ancrod, factor anti-hemofilia, aprotinina, atenolol, atorvastatina, atropina, azelastina, azitromicina, azuleno, barnidipina, beclometasona, benazepril, benserazida, beraprost, betametasona, betaxolol, bezafibrato, bicalutamida, bisabolol, bisoprolol, toxina botulínica, brimonidina, bromazepam, bromocriptina, budesonida, bupivacaína, bupropion, buspiron, butorfanol, cabergolina, calcipotrieno, calcitonina, calcitriol, alcanfor, candesartan, candesartan cilexetil, captopril, carbamazepina, carbidopa, carboplatino, carvedilol, cefaclor, cefadroxil, cefaxitina, cefazolina, cefdinir, cefepime, cefixim, cefmetazol, cefoperazon, cefotiam, cefoxopran, cefpodoxim, cefprozil, ceftazidim, ceftibuteno, ceftriaxona, cefuroxima, celecoxib, celirolol, cefalexina, cerivastatina, cetirizina, cloramfenicol, cilastatina, cilazapril, cimetidina, ciprofibrato, ciprofloxacina, cisaprid, cisplatino, citalopram, claritromicina, ácido clavulánico, clindamicina, clomipramina, clonazepam, clonidina, clopidogrel, clotrimazol, clozapina, cromolina, ciclofosfamida, ciclosporina, ciproterona, dalteparina, deferoxamina, desogestrel, dextroanfetamina, diazepam, diclofenaco, didanosina, digitoxina, digoxina, dihidroergotamina, diltiazem, proteína de la difteria, toxoide diftérico, divalproex, dobutamina, docetaxel, dolasetron, donepezil, dornasa- α , dorzolamida, doxazosina, doxifluridina, doxorubicina, drogesterona, ecabet, efavirenz, enalapril, enoxaparina, eperisona, epinastina, epirubicina, eptifibatid, eritropoyetina- α , eritropoyetina- β , etanercept, etinilestradiol, etodolac, etopósido, factor-VIII, famciclovir, famotidina, faropenem, felodipina, fenofibrato, fenoldopam, fentanilo, fexofenadina, filgrastim, finasterida, flomoxef, fluconazol, fludarabina, flunisolida, flunitrazepam, fluoxetina, flutamida, fluticasona, fluvastatina, fluvoxamina, folitropina- α , folitropina- β , formoterol, fosinopril, furosemida, gabapentina, gadodiamida, ganciclovir, gatifloxacina, gemcitabina, gestoden, glatiramer, glibenclamida, glimepirida, glipizida, gliburida, goserelina, granisetron, griseofulvina, antígeno de hepatitis-B, ácido hialurónico, hicosina, hidroclorotiazida, hidrocodon, hidrocortisona, hidromorfona, hidroxicloroquina, Hylan G-F 20, ibuprofeno, ifosfamida, imidapril, imiglucerasa, imipenem, inmunoglobulina, indinavir, indometacina, infliximab, insulina, insulina humana, insulina Lispro, insulina aspart, interferón- β , interferón- α , yodo-125, iodixanol, iohexol, iomeprol, iopromida, ioversol, ioxoprolen, ipratropio, ipriflavona, irbesartan, irinotecan, isosorbida, isotretinoína, isradipina, itraconazol, cloroazepato potásico, cloruro potásico, ketorolac, ketotifeno, vacuna contra la tos ferina, factor de coagulación-IX, lamivudina, lamotrigina, lansoprazol, latanoprost, leflunomida, lenograstim, letrozol, leuprolide, levodopa, levofloxacina, levonorgestrel, levotiroxina, lidocaína, linezolida, lisinopril, lopamidol, loracarbef, loratadina, lorazepam, losartan, lovastatina, ácido lisinacetilsalicílico, manidipina, mecobalamina, medroxiprogesterona, megestrol, meloxicam, menatetrenona, vacuna contra meningococos, menotropina, meropenem, mesalamina, metaxalona, metformina, fenidato de metilo, metilprednisolona, metoprolol, midazolam, milrinona, minociclina, mirtazapina, misoprostol, mitoxantrona, moclobemid, modafinilo, mometasona, montelukast, morniflummat, morfio, moxifloxacina, micofenolato, nabumetona, nadroparina, naproxeno, naratriptano, nefazodona, nelfinavir, nevirapina, niacina, nicardipina, nicergolina, nifedipina, nilutamida, nilvadipina, nimodipina, nitroglicerol, nizatidina, noretindrona, norfloxacina, octreotida, olanzapina, omeprazol, ondansetrona, orlistato, oseltamivir, estradiol, estrógenos, oxaliplatino, oxaprozina, ácido oxalínico, oxibutinina, paclitaxel, palivizumab, pamidronat, pancrelipasa, panipenem, pantoprazol, paracetamol, paroxetina, pentoxifilina, pergolida, fenitoína, pioglitazona, piperacilina, piroxicam, pramipexol, pravastatina, prazosina, probucol, progesterona, propafenona, propofol, oropoxifeno, prostaglandina, quetiapina, quinapril, rabeprazol, raloxifeno, ramipril, ranitidina, repaglinida, reserpina, ribavirina, riluzol, risperidona, ritonavir, rituximab, rivastigmina, rizatriptan, rofecoxib, ropinirol, rosiglitazona, salmeterol, saquinavir, sargramostim, serrapeptasa, sertralina, sevelamer, sibutramina, sildenafil, simvastatina, somatropina, sotalol, espirolactona, estavudina, sulbactam, sulfaetidol, sulfametoxazol, sulfasalazina, sulpirida, sumatriptan, tacrolimus, tamoxifeno, tamsulosina, tazobactam, teicoplanina, temocapril, temozolomid, tenecteplasa, tenoxicam, teprenona, terazosina, terbinafina, terbutalina, toxoide tetánico, tetrabenazina, tetrazepam, timol, tiagabina, tibolón, ticarcilina, ticlopidina, timolol, tirofiban, tizanidina, tobramicina, nicotinato de tocoferilo, tolterodina, topiramát, topotecan, torasemida, tramadol, trandolapril, trastuzumab, triamcinolona, triazolam, trimebutina, trimetoprim, troglitazona, tropisetrona, tulobuterol, unoprostona, urofilitropina, valaciclovir, ácido valproico, valsartan, vancomicina, venlafaxina, verapamilo, verteporfina, vigabatrina, vinorelbina, vinpocetina, voglibose, warfarina, zafirlukast, zaleplon, zanamivir, zidovudina, zolmitriptan, zolpidem, zopiclona y sus derivados. Por sustancias activas farmacéuticas se han de entender, sin embargo, también otras sustancias tales como vitaminas, provitaminas, ácidos grasos esenciales, extractos de origen vegetal y animal, aceites de origen vegetal y animal, preparados medicamentosos vegetales y preparados hemopáticos.

Los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención pueden utilizarse, en particular, como soportes para aditivos para piensos tales como, p. ej., ácido fórmico, ácido propiónico, ácido láctico, ácido fosfórico, disolución de cloruro de colina, acetato de vitamina E o extractos vegetales, por ejemplo, extracto de tagetes.

Además, los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención pueden utilizarse como material de soporte para productos químicos tales como resinas de melanina, aditivos de caucho vulcanizado, aditivos de materiales sintéticos, aditivos para productos químicos de la construcción, o aditivos de barnices.

5 De manera muy particularmente preferida, los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención se emplean como material de soporte para catalizadores de todo tipo. En el caso de los catalizadores se puede tratar preferiblemente de enzimas o de una combinación de diferentes enzimas tales como, p. ej., enzimas de la clases de las óxido reductasas, transferasas, hidrolasas, lipasas, lisasas, isomerasas y ligasas (conforme a EC (Comisión de Enzimas) Número del Comité de Nomenclatura de la Unión Internacional de Bioquímica y Biología Molecular). En el término enzima han de incluirse asimismo variantes de enzimas que se prepararon, p. ej., mediante técnicas de recombinação.

10 Para la producción de los soportes cargados, los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención se ponen en contacto con al menos una sustancia a absorber, de modo que la sustancia puede penetrar en los poros del ácido silícico. Para ello son aplicables todas las tecnologías conocidas por el experto en la materia tales como, p. ej., pulverización, goteo, empapamiento, impregnación, pulverización, etc. Preferiblemente, el ácido silícico se dispone en una unidad mezcladora de sólidos tal como, p. ej., amasador, secador de paletas, mezclador de movimiento asimétrico, mezclador vertical, mezclador de paletas, mezclador Schugi, mezclador de cemento, mezclador continuo de Gericke, mezclador de Eirich y/o mezclador de silos. La temperatura en la unidad mezcladora oscila, en función del tipo y de la composición de la sustancia a absorber, preferiblemente entre 5°C y 90°C, de manera particularmente preferida entre 10°C y 70°C. La presión en el mezclador oscila preferiblemente entre 0,1 bares y 2 bares, de manera particularmente preferida entre 0,5 bares y 1,2 bares.

El contenido de sustancia absorbida en los soportes cargados oscila entre 5 y 70% en peso, preferiblemente entre 5 y 65% en peso, de manera particularmente preferida entre 5 y 60% en peso. La expresión sustancia absorbida describe la suma de todas las sustancias aplicadas sobre el soporte.

15 Los absorbatos de acuerdo con la invención se emplean de manera particularmente preferida como catalizadores en reactores de lecho fijo, en el sector de la catálisis heterogénea, en reactores de lecho fluido y para la reacción en suspensión.

Los datos físico/químicos de las sustancias brutas empleadas y de los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención se determina con los siguientes métodos:

Determinación de la superficie según BET

20 La superficie de nitrógeno específica (en lo que sigue superficie según BET) del ácido silícico se determina conforme a la norma ISO 9277 como superficie de múltiples puntos. Como aparato de medición sirve el aparato de medición de superficies TriStar 3000 de la razón social Micromeritics. La superficie según BET se determina habitualmente en un intervalo de presiones parciales de 0,05 - 0,20 de la presión de vapor de saturación del nitrógeno líquido. La preparación de la muestra tiene lugar mediante atemperado de la muestra durante una hora a 160°C en vacío en la estación de calentamiento VacPrep 061 de la razón social Micromeritics.

Determinación de la absorción DBP

La absorción DBP (índice DBP) que representa una medida de la capacidad de absorción del ácido silícico, se determina basándose en la norma DIN 53601 como sigue.

25 12,50 g de ácido silícico con un contenido en humedad de 3 - 10% (eventualmente, el contenido en humedad se ajusta mediante secado a 105°C en el armario de secado) se añaden a la cámara amasadora del absorciómetro C de la razón social Brabender. La medición en el absorciómetro C tiene lugar basado en PC utilizando el software BRADENBER Automatic Öl Absorption System Versión 1.1.2 con una amortiguación fijamente predeterminada de la curva de medición del momento de giro.

30 En el caso de la torta de filtración, ésta se seca antes del uso a 105°C en el armario de secado hasta un contenido en humedad de $\leq 10\%$ y se hace pasar a través de un tamiz de 3 mm así como, a continuación, a través de un tamiz de 300 μm .

En el caso de una velocidad periférica de la paleta amasadora izquierda de 125 rpm, a temperatura ambiente y con ayuda de la bureta Titronic Universal perteneciente al absorciómetro C (razón social Schott) se añade gota a gota ftalato de dibutilo con una velocidad de 4 ml/min a la cámara amasadora. El punto de desconexión al que el software

de control del absorciómetro C detiene la amasadora y la dosificación de DBP, se define a un momento de giro de 0,6 Nm.

La fórmula siguiente sirve para el cálculo de la absorción de DBP [g/100 g]:

$$DBP = \frac{V * D * 100}{E} * \frac{g}{100 g} + K$$

- 5 con
- DBP: absorción de DBP [g/100 g]
- V: consumo de DBP [ml]
- D: densidad de DBP [g/ml] (1,047 g/ml a 20°C)
- E: peso neto de ácido silícico [g]
- 10 K: valor de corrección conforme a la tabla de corrección de la humedad [g/100 g]

La absorción DBP está definida para ácidos silícicos anhidros y secados. En el caso de utilizar ácidos silícicos no secados, se ha de considerar el valor de corrección K para el cálculo de la absorción DBP. Este valor puede determinarse con ayuda de la siguiente tabla de corrección.

Tabla 1: Tabla de corrección de la humedad para la absorción (anhidra) de ftalato de dibutilo

	,% Humedad				
% Humedad	,0	,2	,4	,6	,8
0	0	2	4	5	7
1	9	10	12	13	15
2	16	18	19	20	22
3	23	24	26	27	28
4	28	29	29	30	31
5	31	32	32	33	33
6	34	34	35	35	36
7	36	37	38	38	39
8	39	40	40	41	41
9	42	43	43	44	44
10	45	45	46	46	47

15 **Ejemplo:**

Si el contenido en humedad de un ácido silícico asciende a 5,8%, al valor analizado arriba descrito para la absorción DBP se le añade un valor de corrección K de 33 g/100 g. La humedad de un ácido silícico se determina conforme al método "Determinación de la humedad" descrito en el transcurso ulterior del texto.

20 **Determinación del tamaño de partícula mediante difracción láser**

La aplicación de la difracción láser para la determinación de distribuciones de tamaños de partícula de sólidos en forma de polvo se basa en el fenómeno de que las partículas, en función de su tamaño, dispersan o bien difractan la luz de un rayo láser monocromo con modelos de intensidad diferentes en todas las direcciones. Cuanto menor sea el diámetro de la partícula irradiada, tanto mayor serán los ángulos de divergencia o bien de difracción del rayo láser monocromo.

25

Preparación de muestras para la medición del tamaño de partícula mediante difracción láser

Dado que el tamaño de las partículas de muestra rebasa en parte el intervalo de medición del aparato utilizado y la relación de valor d_{50} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50U} después de 3 min de la acción de ultrasonidos depende del tamaño de las partículas de partida (partículas pequeñas de un material poseen una relación mayor de los tamaños descritos), antes de la medición se tamiza una fracción de partículas de 400 μm - 500 μm de la muestra.

5 Mediante este modo de proceder puede compararse de manera fiable la estabilidad de diferentes materiales y se obtiene una afirmación sobre la estabilidad específica para la sustancia. El tamizado tiene lugar con una máquina de tamizado HAVER EML 200 Digital Plus, razón social Haver & Boecker, 59302 Oelde, que está dotada de un tamiz de 400 μm y de 500 μm . Se añaden 5 g del material de partida al tamiz de 500 μm superior y se tamiza durante 2 minutos con un ajuste de amplitud de 1,0. La fracción de partículas entre 400 μm y 500 μm se utiliza para la medición ulterior.

10 Si la fracción de 400 μm a 500 μm importante para la comparación no fuese componente de la distribución del tamaño de las partículas del material de soporte presente, se prepara una correspondiente fracción de tamizado haciendo pasar una cantidad suficiente del material de partida con ayuda de un granulador de tamiz de la razón social Eweka GmbH, Heusenstamm, tipo TG2S a 100 oscilaciones / minuto a través de un tamiz de 500 μm y, a continuación, se tamiza a través de un tamiz de 400 μm . El tamizado tiene lugar tal como se describe arriba.

Determinación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos

20 La preparación de las muestras para la medición (lavado del módulo, etc.) mediante un aparato de difracción láser LS 230 (razón social Beckman Coulter; intervalo de medición 0,04 - 2000 μm) y el módulo de líquido (Small Volume Module Plus, 120 ml, razón social Beckman Coulter con dedo de ultrasonidos integrado) tiene lugar en el caso de ácidos silícicos hidrofílicos con ayuda de difosfato tetrasódico 0,05% m/m en agua totalmente desalada como líquido de dispersión, en el caso de ácidos silícicos no lo suficientemente humectados con agua, con una mezcla de etanol/agua (relación en volumen 1:1) como líquido de dispersión. Antes del comienzo de la medición, el aparato de difracción láser ha de calentarse durante 2 horas. Después, el módulo SVM se lava tres veces con el líquido de dispersión.

25 Se han de ajustar los siguientes parámetros relevantes para la medición de las partículas:

Tiempo de medición:	60 segundos
Número de mediciones:	1
Velocidad de bombeo:	75%
30 Modelo óptico:	Fraunhofer
Función PIDS:	desactivada
Medición offset:	activada
Ajuste:	automático
Medición del fondo:	activada
35 Ajustar concentración de muestras:	activada

40 Mediante espátula tiene lugar la adición de la fracción de tamiz de ácido silícico (400 - 500 μm) hasta alcanzar la concentración de medición necesaria que notifica con "OK" el difractor láser LS 230. Después de la dispersión de la suspensión de ácido silícico durante 60 segundos mediante bombeo sin tratamiento con ultrasonidos tiene lugar la medición a temperatura ambiente. A partir de la curva de datos en bruto, el software calcula, en base al modelo Fraunhofer (Archivo Fraunhofer.rfd) la distribución del tamaño de las partículas y el valor d_{50} sin acción de ultrasonidos (valor mediano).

Determinación del valor d_{50U} después de 3 minutos de tratamiento con ultrasonidos a 100% de amplitud

45 La suspensión de ácido silícico que se encuentra en el difractor láser LS 230 se dispersa de nuevo mediante tratamiento con ultrasonidos durante 180 segundos mediante el dedo de ultrasonidos integrado en el módulo SVM (procesador de ultrasonidos Vibra Cell VCX 130 de la razón social Sonics con convertidor de ultrasonidos CV 181 y una punta de ultrasonidos de 6 mm) a una amplitud del 100% y simultáneo bombeo en el módulo de líquido y se mide tal como se describe arriba.

A partir de la curva de datos en bruto, el software calcula, en base al modelo Fraunhofer (Archivo Fraunhofer.rfd) la distribución del tamaño de las partículas y el valor d_{50U} después de 3 min de acción de ultrasonidos (valor mediano).

Determinación del tamaño de partícula mediante evaluación dinámica de la imagen

En el caso de la evaluación dinámica de la imagen, una corriente de material a granel cae entre una fuente de luz y una cámara. Las partículas son detectadas como superficie de proyección, digitalizadas y calculadas con un programa de ordenador a un tamaño de partícula.

5 **Determinación del valor $d_{Q3=10\%}$ y del valor $d_{Q3=90\%}$**

Para la medición del tamaño de partícula se emplea el aparato CAMSIZER de la razón social RETSCH Technology GmbH, Haan. Las partículas se aportan al aparato de medición con ayuda de la rendija de dosificación DR 100-40 con embudo de reserva. Para la evaluación de la imagen se ha de utilizar el software adjunto en la versión 3.12d.

10 Antes del comienzo de la medición, se deja calentar el aparato durante 2 h. Se asegura que los cristales protectores estén exentos de polvo delante de la unidad de iluminación y de la cámara. La distancia entre embudo y rendija de dosificación se ajusta aprox. al triple del tamaño máximo de las partículas. La rendija de dosificación se coloca directamente por encima del aparato de medición. Se incorporan aprox. 150 mL de muestra en el embudo. En el archivo de datos de medición (*.afg) se depositan los parámetros para la medición conforme a la Figura 1.

Para la regulación de la rendija de dosificación se depositan los ajustes en el software conforme a la Figura 2.

15 En el caso de la evaluación de las imágenes digitalizadas, los valores x se calculan a partir de los valores min(xc). No se utilizan factores de forma conforme a la Figura 3.

La emisión del valor $d_{Q3=10\%}$ y del valor $d_{Q3=90\%}$ se establece en el caso de las magnitudes base (Figura 4).

No se efectúa adaptación de los datos de medición alguna con ayuda de los denominados archivos de adaptación.

Determinación de la humedad

20 La humedad de ácidos silícicos se determina conforme a la norma ISO 787-2. Para ello, una cantidad de muestra de 1 - 4 g se seca en un armario de secado (105 ± 2) °C durante 2 horas y se evalúa de manera correspondiente a las especificaciones ISO. Esta pérdida de secado se compone predominantemente de agua físicamente unida.

Determinación del valor del pH del ácido silícico

25 La determinación del valor del pH del ácido silícico tiene lugar como suspensión acuosa a temperatura ambiente. Muestras granuladas se machacan previamente con mortero o se muelen. A 5 g de ácido silícico se añaden 95 g de agua desionizada. La suspensión se agita mediante agitadores magnéticos durante 5 minutos. Directamente a continuación y con ayuda de un pH-metro calibrado en el intervalo de medición esperado (pH-metro Metrohm 780) se mide con exactitud del valor del pH de la suspensión a un decimal.

Determinación del volumen de poros de mercurio $\leq 4 \mu\text{m}$

30 El método se basa en la intrusión de mercurio conforme a la norma DIN 66133, utilizándose un aparato AutoPore IV 9520 de la razón social Micromeritics.

El principio del procedimiento se basa en la medición del volumen de mercurio comprimido en un sólido poroso en función de la presión aplicada. En este caso, sólo se detectan los poros en los que puede penetrar mercurio en el caso de la presión aplicada (máx. 414 MPa) (procedimiento de Ritter y Drake).

35 Un líquido no humectado penetra sólo bajo presión en un sistema poroso. La presión a aplicar es inversamente proporcional a la anchura nominal de los orificios de los poros. Para poros cilíndricos se da la relación entre radio de poros r_p y la presión p por la ecuación de Washburn:

$$r_p = -\frac{2 \times \sigma}{p} \times \cos \theta$$

- 40 r_p : radio de los poros
 p: presión
 σ : tensión superficial (480 mN/m*)

θ: ángulo de contacto del mercurio (140°*)

* conforme a la norma DIN 66133

El volumen de poros de mercurio $\leq 4 \mu\text{m}$ resulta del volumen de poros acumulado de todos los poros con un diámetro de $\leq 4 \mu\text{m}$ hasta el límite de detección del porosímetro de mercurio AutoPore IV 9520 (presión máxima 414 MPa).

Los siguientes ejemplos han de explicar con mayor detalle la invención, sin limitar su alcance.

Ejemplo 1

SIPERNAT® 50S de la razón social Evonik Degussa GmbH se mezcló en un mezclador (razón social Somakon, tipo MP-L1) bajo la adición de 200 ml de agua / 100 g de sílice y se comprimió. En este caso, se utilizó el recipiente de mezcla de 0,5 litros a temperatura de 23°C, dotado con una cruceta mezcladora estándar. A los 15 g de sílice pesados se dosifican, a una velocidad de mezcla de 2200 rpm y en el espacio de 20 segundos, 30 g de agua y, a continuación, se mezcla hasta que se produzca la granulación. El proceso se detiene tan pronto como se hayan formado aglomerados de 5 mm ligeramente humedecidos externamente. Los granulados obtenidos se secan a 160°C en el armario de secado hasta la constancia de peso, a continuación se hacen pasar a través de un tamiz de 500 μm y se tamizan en una etapa de trabajo adicional a través de un tamiz de 400 μm . La fracción de tamizado de 400 - 500 μm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

Ejemplo 2

SIPERNAT® 50S de la razón social Evonik Degussa GmbH se mezcló en un mezclador (razón social Somakon, tipo MP-L1) bajo la adición de 270 ml de agua / 100 g de sílice y se comprimió. En este caso, se utilizó el recipiente de mezcla de 0,5 litros a temperatura de 23°C, dotado con una cruceta mezcladora estándar. A los 15 g de sílice pesados se dosifican, a una velocidad de mezcla de 2200 rpm y en el espacio de 20 segundos, 40,5 g de agua y, a continuación, se mezcla hasta que se produzca la granulación. El proceso se detiene tan pronto como se hayan formado aglomerados de 5 mm ligeramente humedecidos externamente. Los granulados obtenidos se secan a 160°C en el armario de secado hasta la constancia de peso, a continuación se hacen pasar a través de un tamiz de 500 μm y se tamizan en una etapa de trabajo adicional a través de un tamiz de 400 μm . La fracción de tamizado de 400 - 500 μm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

Ejemplo 3

Una muestra del ácido silícico de soporte preparado en el Ejemplo 2 se almacena durante 16 horas a 110°C bajo una atmósfera de vapor de agua, a continuación se continúa secando a 120°C hasta la constancia de peso y se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad

Ejemplo 4

Torta de filtración se añade a una suspensión SIPERNAT® 22 (razón social Evonik Degussa GmbH) con un contenido en sólidos de aprox. 25% se desmenuza previamente en un granulador de tambor (razón social RWK). En el caso de un grado de carga de 20%, un número de revoluciones de 8 rpm, un tiempo de tanda de 90 minutos, así como una temperatura de caldeo de 120°C resultan granulados secos. Los granulados se parten a continuación en un granulador con tamiz (razón social Frewitt, MG 633) con una inserción de tamiz de 1250 μm a un tamaño máximo de las partículas definido. Con el fin de obtener un producto exento de polvo, la porción fina se separa mediante tamizado (razón social Gough, Vibrecon GV 2/1, \varnothing 600 mm) a través de un tamiz de 400 μm . Esta porción fina puede emplearse junto con la torta de filtración en la siguiente tanda de granulación. Los granulados obtenidos se secan hasta constancia de peso a 160°C en el armario de secado, a continuación se hacen pasar a través de un tamiz de 500 μm , y en otra etapa de trabajo se tamiza a través de un tamiz de 400 μm . La fracción de tamiz de 400 - 500 μm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

Ejemplo 5

Torta de filtración se añade a una suspensión SIPERNAT® 22 (razón social Evonik Degussa GmbH) con un contenido en sólidos de aprox. 25% se desmenuza previamente en un granulador de tambor (razón social RWK). En el caso de un grado de carga de 20%, un número de revoluciones de 8 rpm, un tiempo de tanda de 90 minutos, así como una temperatura de caldeo de 120°C resultan granulados secos.

5,0 g de los granulados obtenidos de esta manera se pesan en una cápsula de porcelana (masa: 154 g, diámetro: 120 mm) y se ajustan en un horno de laboratorio calentado a 1000°C (Nabertherm). Al cabo de 5 minutos se retira la

muestra y se transfiere inmediatamente a un recipiente de vidrio frío. Los granulados enfriados se hacen pasar a continuación a través de un tamiz de 500 µm, y en otra etapa de trabajo se tamiza a través de un tamiz de 400 µm. La fracción de tamiz de 400 – 500 µm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

5 **Ejemplo 6**

SIPERNAT® 22 de la razón social Evonik Degussa GmbH se comprime con un compactador (razón social Bepex, L200/50) a una fuerza de apriete de los rodillos de 40 kN. Los productos compactados se parten a continuación en un granulador con tamiz (razón social Frewitt, MG 633) con una inserción de tamiz de 2800 µm a un tamaño máximo de las partículas definido. Con el fin de obtener un producto exento de polvo, la porción fina de la granulación se separa mediante tamizado (razón social Gough, Vibrecon GV 2/1, ø 600 mm) a través de un tamiz de 400 µm y se devuelve al colector de carga previa del compactador. Para el examen, el granulado se tamiza a través de un tamiz de 500 µm, y en otra etapa de trabajo se tamiza a través de un tamiz de 400 µm. La fracción de tamiz de 400 – 500 µm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

Ejemplo 7

15 SIPERNAT®50S de la razón social Evonik Degussa GmbH se mezcló en una mezcladora (razón social Somakon, tipo MP-L1) bajo la adición de 233 ml de agua / 100 g de sílice y se comprimió. En este caso se utilizó el recipiente mezclador de 0,5 litros, atemperado a 23°C. dotado con la cruceta mezcladora estándar. A los 15 g de sílice pesados se dosifican a una velocidad de mezclado de 2200 rpm y en el espacio de 20 segundos 35 g de agua y a continuación se mezcla hasta que se produzca la granulación. El proceso se detiene tan pronto como se hayan formado aglomerados de 5 mm ligeramente húmedos externamente. Los granulados obtenidos se secan a 160°C en el armario de secado hasta la constancia de peso, a continuación se hacen pasar a través de un tamiz de 500 µm, y en otra etapa de trabajo se tamiza a través de un tamiz de 400 µm. La fracción de tamiz de 400 - 500 µm obtenida de esta forma se utiliza para el subsiguiente examen de la dureza y de la porosidad.

25 Las propiedades físico-químicas de los ácidos silícicos de acuerdo con la invención según los Ejemplos 1-7 se recogen en la siguiente Tabla 2.

Ejemplos Comparativos

30 La Tabla 2 contiene datos sobre las propiedades físico-químicas de ácidos silícicos comparativos del estado de la técnica. Los Ejemplos Comparativos A y B corresponden a Ultrasil® 7000 GR y Ultrasil® VN3 GR de la razón social Evonik Degussa GmbH. En el caso del Ejemplo Comparativo C se trata de Zeosil® 165 GR® de la razón social Rhodia Chimie. En el caso del Ejemplo Comparativo D se trata de Zeodent DP-9175 de la razón social Huber. Los ácidos silícicos de los Ejemplos Comparativos A-C se emplean comercialmente para el refuerzo de caucho para neumáticos de automóviles.

Tabla 2:

Ejemplo / Ejemplo Comparativo	Volumen de poros de Hg < 4 µm [ml/g]	Relación d50 a d50U (fracción 400-500 µm)	dQ3=10% [µm]	dQ3=90% [µm]
1	1,20	1,42	467	994
2	1,97	2,50	446	995
3	1,90	1,58	442	989
4	1,67	3,03	562	923
5	0,95	1,09	428	977
6	1,05	1,47	563	2448
7	1,62	1,34	444	964
A	1,83	21,34	439	6292
B	1,63	5,40	955	5538
C	1,60	16,67	316	5311

Ejemplo / Ejemplo Comparativo	Volumen de poros de Hg < 4 µm [ml/g]	Relación d50 a d50U (fracción 400-500 µm)	dQ3=10% [µm]	dQ3=90% [µm]
D	1,31	1,74	299	603

5 En la Tabla 2, los Ejemplos 1 y 2 demuestran claramente que, provocado por la compactación del ácido silícico de partida, las partículas aumentan en su estabilidad, medida por la relación de valor d_{50U} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50} después de 3 min de acción con ultrasonidos, con un contenido decreciente de agua durante la humectación. Al mismo tiempo, se reduce no obstante la capacidad de absorción, expresada por el volumen de poros de Hg.

Mediante los procedimientos de preparación descritos se garantiza que los productos de los Ejemplos 1-7 presenten sólo una muy pequeña porción fina, expresada por el valor $d_{Q3=10\%}$ mayor que 400 µm.

10 Además, el Ejemplo 3 demuestra que el tratamiento posterior de los ácidos silícicos de acuerdo con la invención genera una ganancia sorprendentemente clara en la estabilidad de las partículas con una porosidad casi no modificada.

El Ejemplo 5 demuestra que mediante la calcinación se pueden alcanzar partículas con una dureza extremadamente elevada.

15 Los ácidos silícicos de soporte sometidos a ensayo en los Ejemplos Comparativos A a C presentan ciertamente una capacidad de absorción relativamente elevada, pero son inadecuados para aplicaciones en procedimientos catalíticos, dado que presentan una dureza demasiado baja (caracterizada por la relación d_{50} a d_{50U}). Además, los valores $d_{Q3=90\%}$ son claramente mayores que 3000 µm, con lo cual en la aplicación como soporte de catalizador, los recorridos de difusión para eductos y productos en el sistema de poros del ácido silícico son largos.

20 El ácido silícico de soporte sometido a ensayo en los Ejemplos Comparativos D se distingue por una capacidad de absorción y una dureza suficientes, pero tiene un valor $d_{Q3=10\%}$ demasiado bajo, el cual conduce en los reactores a pérdidas de presión incrementadas y aumenta la resistencia al flujo de los absorbatos.

Esto confirma que los ácidos silícicos granulares de acuerdo con la invención poseen una porción fina suficientemente baja, con lo cual se diferencian claramente de los ácidos silícicos de soporte empleados habitualmente en el comercio hasta ahora en el caso de una estabilidad y porosidad simultáneas suficientes.

25

REIVINDICACIONES

1. Ácido silícico granular, con
 - un volumen de poros de Hg ($< 4 \mu\text{m}$) mayor que 0,90 ml/g
 - un valor $d_{Q3=10\%}$ mayor que 400 μm con un valor $d_{Q3=90\%}$ simultáneo menor que 3000 μm , ajustándose los granulados mediante tamizado o granulación a través de tamiz en un tamaño de tamiz de 3000 μm y tamizado de la porción fina con una anchura de malla del tamiz de 400 μm a la fracción de partículas correspondiente, y
 - presenta una relación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos al valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos de $< 4,00$, teniendo lugar la medición en una fracción de partículas de 400 a 500 μm .
2. Ácido silícico granular según la reivindicación 1, caracterizado por que presenta un valor del pH de 5 a 8,5.
3. Ácido silícico granular según las reivindicaciones 1-2, caracterizado por que presenta una relación del valor d_{50} sin acción de ultrasonidos a valor d_{50} después de 3 min de acción de ultrasonidos de 1,00 a 3,00, preferiblemente de 1,00 a 2,60, de manera particularmente preferida de 1,00 a 2,10, de manera especialmente preferida de 1,00 a 1,60, la medición tiene lugar en este caso en una fracción de partículas de 400 a 500 μm .
4. Ácido silícico granular según las reivindicaciones 1-2, caracterizado por que presenta un volumen de poros de Hg ($< 4 \mu\text{m}$) mayor que 1,35 ml/g, preferiblemente mayor que 1,60 ml/g, de manera particularmente preferida mayor que 1,80 ml/g, de manera especialmente preferida mayor que 1,90 ml/g.
5. Ácido silícico granular según las reivindicaciones 1-2, caracterizado por que presenta un volumen de poros de Hg ($< 4 \mu\text{m}$) de 0,9 a 1,34 ml/g, de manera particularmente preferida de 0,9 ml/g a 1,30 ml/g, de manera muy particularmente preferida de 0,9 ml/g a 1,20 ml/g.
6. Procedimiento para la preparación de ácidos silícicos granulares, que comprende las etapas
 - a) proporcionar un ácido silícico precipitado o pirógeno, secado y/o molido, con
 - un tamaño medio de partículas d_{50} sin tratamiento con ultrasonidos de 0,1 a 350 μm ,
 - una superficie según BET de 30 a 800 m^2/g y
 - un índice DBP de 140 a 400 g/100 g;
 - b) humectar el ácido silícico de la etapa a) de manera correspondiente al procedimiento de conformación aplicado a una pérdida por secado de 30-80% en peso,
 - c) conformar el ácido silícico de la etapa b) mediante extrusión, granulación, compactación u otros procedimientos de conformación habituales;
 - d) secar los cuerpos moldeados de ácido silícico en grupos de secado adecuados para ello; y
 - e) granular en tamiz o tamizado de los granulados con un tamaño de tamiz de 3000 μm y tamizar la porción fina con una anchura de malla del tamiz de 400 μm .
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que se utiliza una torta de filtración con contenido en agua con una pérdida por secado de 30-80% en peso como material de partida para la etapa c).
8. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que el ácido silícico de la etapa a) se comprime en la etapa c) en mezcladores intensivos de rápido funcionamiento y se granula.
9. Procedimiento para la preparación de ácidos silícicos granulares, que comprende las etapas
 - i) proporcionar un ácido silícico precipitado o pirógeno, secado y/o molido, con una pérdida por secado de $< 30\%$ en peso, y con
 - un tamaño medio de partículas d_{50} sin tratamiento con ultrasonidos de 0,1 a 350 μm ,
 - una superficie según BET de 30 a 800 m^2/g y
 - un índice DBP de 140 a 400 g/100 g;

- ii) conformación del ácido silícico de la etapa i) mediante compactación en seco, preferiblemente entre dos rodillos giratorios, con una presión de apriete específica de 0,5 kN/cm de anchura de rodillo a 12 kN/cm de anchura de rodillo para formar productos embutidos y
- 5 iii) granulación en tamiz o granulación de los productos embutidos con un tamaño del tamiz de 3000 μm y tamizado de la porción fina con una anchura de la malla del tamiz de 400 μm .
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 a 9, caracterizado por que se separan todas las fracciones de tamizado menores que 400 μm .
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 6 o 9, caracterizado por que las etapas de conformación c) e ii) se llevan a cabo sin la aportación de aglutinantes.
- 10 12. Uso de los ácidos silícicos granulares según una de las reivindicaciones 1 a 5 para la preparación de adsorbatos.
13. Adsorbatos que comprenden al menos uno de los ácidos silícicos granulares según una de las reivindicaciones 1 a 5.
14. Adsorbatos según la reivindicación 13, caracterizados por que contienen al menos una sustancia catalíticamente activa.
- 15 15. Adsorbato según una de las reivindicaciones 13 o 14, caracterizado por que las sustancias absorbidas se aplican en proporciones de 1 a 70% en peso, preferiblemente en proporciones de 3 a 60% en peso y de manera particularmente preferida en proporciones de 5 a 50% en peso.
- 20 16. Adsorbato según una de las reivindicaciones 13 o 14, caracterizado por que la sustancia activa o mezcla de sustancias activas se aplica en proporciones de 1 a 20% en peso, preferiblemente en proporciones de 3 a 20% en peso y de manera particularmente preferida en proporciones de 5 a 15% en peso.
- 25 17. Procedimiento para la preparación de adsorbatos según una de las reivindicaciones 13 a 16, caracterizado por que un ácido silícico granular según una de las reivindicaciones 1 a 5 se pone en contacto con al menos un líquido elegido del grupo consistente en agentes de endurecimiento o iniciadores, agentes humectantes, catalizadores, sustancias activas y coadyuvantes farmacéuticos, sustancias activas y coadyuvantes cosméticos, agentes de limpieza y/o para el cuidado, sustancias saboreantes, aromatizantes y perfumes, piensos o bien aditivos para piensos, alimentos o bien aditivos para alimentos, colorantes y/o pigmentos, aminoácidos, agentes oxidantes o de blanqueo, aditivos con efecto microbicida, en particular fungicida o bactericida, productos químicos para la agricultura y la silvicultura y/o un aditivo de hormigón.
18. Uso de los adsorbatos según una de las reivindicaciones 13 a 16 en procedimientos catalíticos.
- 30 19. Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado por que el procedimiento se lleva a cabo en un reactor de lecho fijo, un reactor de lecho fluido o mediante suspensión de los adsorbatos en una mezcla de reacción.
20. Uso según una de las reivindicaciones 18 o 19, caracterizado por que los adsorbatos contienen una enzima como catalizador sobre un ácido silícico granular según una de las reivindicaciones 1 a 5.

Figura 1

Parámetros de medición

CCD - Básica

Frecuencia de tomas:

Partículas mín. (mm):

Partículas máx. (mm):

CCD - Zoom:

Frecuencia de tomas:

Partículas mín. (mm):

Partículas máx. (mm):

Término de medición según

N° campos medición

N° campos vacíos

Anchura paso para indicación

Limpieza automática

Anchura ranura (mm):

Ajuste embudo [cm]:

con chapa guía

Tasa de imagen

Figura 2

Regulación de ranura dosificadora

Avance

Valor de control para avance:

Tiempo máximo de avance [s]:

Vaciar ranura

Densidad máxima partículas [%]:

Valor de control máximo

Medición

Valor inicial para medición:

Valor de control máximo

Densidad nominal de partículas [%]:

Base de regla:

Densidad máxima partículas CCD-Básica [%]:

Densidad máxima partículas CCD - Zoom [%]:

Figura 3

Magnitudes características

Modelo
 1 2
 Valores x
 min(xc)
 Ningún parámetro de forma
 Cubo
 Rectángulo
 Longitud/anchura
 1
 Parámetros de forma:
 0.93
 Relleno partículas transparentes
 Acumular

Valores límites de datos brutos
 Visualización
 en la pantalla
 en protocolo
 cuando
 Q3(x1) >= 10 %
 a x1 = 0 mm
 Q3(x2) <= 90 %
 a x2 = 24.13072 mm

Magnitudes de forma
 dependiente número dependiente volumen
 Magnitudes dependientes de la clase
 xFe_min
 xc_min
 xFe_max
 x media
 PD
 SPHT
 Sim.
 b/l
 Convexidad
 Magnitudes dependientes del umbral
 SPHT
 Sim.
 b/l
 Convexidad
 Valores medios de todas las partículas
 SPHT
 Sim.
 b/l
 Convexidad
 Añadir todo
 Borrar todo

Extracción de partículas para clasificación

Magnitud	Umbral
<input type="checkbox"/> SPHT <	0.9
<input type="checkbox"/> Sim. <	1
<input type="checkbox"/> b/l >	1

 Convexidad < 0
 Adaptación SPHT 0
 Determinar
 Q dependiente de clase (valor umbral)
 sin
 sin

OK Interrumpir

Figura 4

Magnitudes

Magnitudes base
 Valores x(Q)
 Q1 = 10 %
 Q2 = 50 %
 Q3 = 90 %
 valor extensión
 Irregularidad del grano
 Valores Q(X)
 Valores 1-Q(x)
 x1 = 0.5 mm
 x2 = 3.15 mm
 x3 = 0.5 mm
 Superficie específica Sv
 Superficie específica Sm
 Cálculo x(Q) y Q(x) a partir de Q0
 Cálculo x(Q) y Q(x) a partir de Q3

Magnitudes de forma
 dependiente número dependiente volumen
 Proporción de partículas

Magnitud	Umbral
<input type="checkbox"/> NSP, SPHT <	0.9
<input type="checkbox"/> Sim. <	1
<input type="checkbox"/> b/l >	1

 Convexidad 0
 Convexidad
 Presión en protocolo
 Valor medio de todas las partículas
 SPHT
 Sim.
 b/l

Magnitudes RRSB
 n y d' Q1 = 5 %
 Correlación Q2 = 95 %

OK Interrumpir Borrar datos