

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 743 466**

51 Int. Cl.:

**C01B 33/193** (2006.01)

**C09C 1/30** (2006.01)

**B01J 20/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.05.2011 PCT/EP2011/002508**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.11.2011 WO11144346**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.05.2011 E 11721235 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.07.2019 EP 2571808**

54 Título: **Partículas porosas de sílice y métodos de elaboración y uso de las mismas**

30 Prioridad:

**21.05.2010 US 347076 P**

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

**19.02.2020**

73 Titular/es:

**GRACE GMBH (100.0%)  
In der Hollerhecke 1  
67545 Worms , DE**

72 Inventor/es:

**KRETZSCHMAR, MARKUS y  
HERRIG, HORST**

74 Agente/Representante:

**PONS ARIÑO, Ángel**

**ES 2 743 466 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

Partículas porosas de sílice y métodos de elaboración y uso de las mismas

Campo de la invención

5 La presente invención está dirigida a partículas porosas de sílice, composiciones que contienen partículas porosas de sílice, métodos de elaboración de partículas porosas de sílice, y métodos de uso de partículas porosas de sílice.

Antecedentes de la invención

10 El documento WO 03/055802 A1 divulga sílice amorfa con un tamaño medio de partícula en peso en el intervalo de 3 a 15  $\mu\text{m}$ , con al menos 90 por ciento en peso de partículas con un tamaño por debajo de 20  $\mu\text{m}$ . Además, la sílice puede presentar una absorción de aceite de linaza en el rango de 70 a 150  $\text{cm}^3/100\text{g}$  y un área de superficie BET de 10 a 450  $\text{m}^2/\text{g}$ . El método de elaboración de dicha sílice comprende (a) introducir una cantidad de una solución acuosa de silicato de metales alcalinos y una primera cantidad de ácido mineral en una mezcla de reacción acuosa mientras se aplica una alta cizalladura a la mezcla de reacción, (b) filtrar la sílice producida a partir de la mezcla de reacción, (c) lavarla, (d) realizar secado instantáneo a la sílice, y (e) triturar la sílice seca a la distribución de tamaño de partícula deseada. El documento US 2008/0160053 A1 divulga un método de elaboración de un material de sílice abrasiva que comprende a) hacer reaccionar, bajo condiciones de mezclado con alta cizalladura, una primera cantidad de silicato y una primera cantidad de ácido entre sí para formar un primer material de sílice, y b) hacer reaccionar, en presencia del primer material de sílice, una segunda cantidad de silicato y una segunda cantidad de ácido entre sí para formar un recubrimiento en fase densa sobre la superficie del primer material de sílice, formando de este modo un material de sílice con recubrimiento de sílice. El material obtenido se filtra o se centrifuga, se lava, se seca rápidamente y se tritura. El documento US 7 566 433 B2 divulga un proceso para la producción de sílice precipitada que comprende a) utilizar una solución acuosa de un silicato de metal alcalino, un silicato de metal alcalinotérreo, una base orgánica, una base inorgánica y mezclas de los mismos, b) simultáneamente dosificar silicato de metal alcalino y/o silicato de metal alcalinotérreo y un acidulante en dicha carga inicial con una agitación intensa, c) detener la alimentación, d) simultáneamente medir el silicato de metal alcalino y/o el silicato de metal alcalinotérreo y un acidulante con agitación, e) acidificar dicha mezcla de reacción a un pH de 2,5 a 5,0, y f) filtrar y secar dicha mezcla de reacción acidificada. El documento US 5 643 624 A divulga un método de elaboración de sílice formando partículas de sílice mediante mezclado de silicatos a un pH ácido, agitación, filtración, lavado, secado instantáneo, y trituración. Se describe que una sílice amorfa precipitada de este tipo tiene i) un volumen de poros en el rango de 1,6 a 2,5  $\text{cm}^3/\text{g}$ , ii) un diámetro de poro medio en el rango de 8,0 a 20,0 nm, iii) un área de superficie de al menos 665 a 830  $\text{m}^2/\text{g}$ , y iv) una absorción de aceite en el rango de 250 a 350  $\text{cm}^3/100\text{g}$ . Continúan los esfuerzos en la técnica para desarrollar adicionalmente partículas porosas inorgánicas de óxido, tal como partículas de sílice, con una combinación deseada de propiedades. Por ejemplo, continúan los esfuerzos para desarrollar partículas porosas de óxido inorgánico, tal como partículas de sílice, con un tamaño medio de partícula deseada y/o una distribución del tamaño de partícula deseada; un área de superficie BET incrementada en relación a partículas porosas de óxido inorgánico conocidas; un valor incrementado de absorción del aceite, tal como un valor de absorción de aceite según el método con DOA, en relación a partículas porosas de óxido inorgánico conocidas; un volumen de poros incrementado en relación a partículas porosas de óxido inorgánico; un incremento de la estabilidad de partículas en relación a partículas porosas de óxido inorgánico conocidas; o cualquier combinación de las propiedades referenciadas anteriormente.

40 Resumen de la invención

La presente invención aborda algunas de las dificultades y problemas discutidas anteriormente por el descubrimiento de partículas porosas de sílice con una combinación de propiedades que eran desconocidas anteriormente para partículas porosas de sílice similares. La presente invención proporciona partículas porosas de sílice según se definen en la reivindicación 1.

45 En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención comprenden un área de superficie de adsorción de nitrógeno de un único punto de al menos 650  $\text{m}^2/\text{g}$ .

En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención comprenden (a) un área de superficie de adsorción de nitrógeno de un único punto de al menos 650  $\text{m}^2/\text{g}$ ; y (b) un índice de absorción de aceite con DOA de al menos 260  $\text{ml}/100\text{g}$ .

50 En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención poseen una porosidad tal que al menos 0,5  $\text{cm}^3/\text{g}$  de volumen de poros, según se mide mediante porosimetría de adsorción de nitrógeno de tipo BJH, proviene de poros con un tamaño de poro de 10 nm (100Å o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas seguido por una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío. En otros ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente

invención poseen una porosidad tal como al menos 0,6 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, según se mide mediante porosimetría de adsorción de nitrógeno de tipo BJH, proviene de poros con un tamaño de poro de 16 nm (160Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas, seguido de una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío.

- 5 Las partículas porosas de sílice semi-acabadas de la presente invención comprenden (a) un tamaño medio de partícula de al menos 1 micra; y (b) una estabilidad de partícula de al menos 55%, según se mide utilizando el método de ensayo de Estabilidad de Partículas que se discute más adelante.

La presente invención también divulga métodos de elaboración de partículas porosas de sílice con una combinación deseada de propiedades de partícula.

- 10 El método de elaboración de partículas porosas de sílice comprende las etapas de introducción de reactivos de formación de partículas en una cuba de reacción, mientras se mezcla bajo alta cizalladura, durante un primer periodo de tiempo para dar como resultado una primera mezcla de reacción; a continuación del primer periodo de tiempo, interrumpir la introducción de reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción mientras se continúa con la mezcla bajo alta cizalladura durante un segundo periodo de tiempo; a continuación del segundo periodo de tiempo, introducir los reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción, mientras se mezcla bajo alta cizalladura, durante un tercer periodo de tiempo para obtener como resultado una segunda mezcla de reacción; a continuación del tercer periodo de tiempo, acidificar la segunda mezcla de reacción para reducir el pH de la segunda mezcla de reacción a 4,0, dando como resultado una tercera mezcla de reacción; separar las partículas de sílice precipitadas de la tercera mezcla de reacción; lavar las partículas de sílice precipitada para producir partículas de sílice precipitada lavadas; y secar las partículas de sílice precipitada lavadas para formar partículas porosas de sílice secas.

- La presente invención se dirige además a métodos de uso de las partículas porosas de sílice. En algunos ejemplos de métodos de uso de las partículas porosas de sílice, el método comprende utilizar partículas porosas de sílice semi-acabadas (p.ej., sin moler), formadas por los métodos divulgados, en una aplicación determinada (p.ej., como un agente de clarificación de cerveza, como un soporte de catalizadores, como un desecante). En otros ejemplos de métodos de uso de partículas porosas de sílice, el método comprende utilizar partículas porosas de sílice acabadas, formadas por los métodos divulgados, en una aplicación determinada (p.ej., como un agente deslustrador, como un agente de filtración en la estabilización de cervezas, como un agente antiapelmazante).

- Estas y otras características y ventajas de la presente invención serán aparentes después del análisis de la siguiente descripción detallada de las realizaciones divulgadas y las reivindicaciones anexas.

Breve descripción de las figuras

La FIG. 1 representa un diagrama de bloques de un ejemplo del proceso para la formación de partículas de sílice de la presente invención; y

- La FIG. 2 representa un diagrama esquemático de un ejemplo de aparato para formar partículas porosas de sílice de la presente invención.

Descripción detallada de la invención

- Para facilitar la comprensión de los principios de la presente invención, siguen a continuación descripciones de las realizaciones específicas de la invención, y se utiliza un lenguaje específico para describir las realizaciones específicas. Se ha de entender, no obstante, que no se pretende limitar en forma alguna el alcance de la invención con el uso del lenguaje específico. Se contemplan alteraciones, modificaciones adicionales, y dichas aplicaciones adicionales de los principios de la presente invención discutidas, tal como ocurriría de forma habitual para una persona experta en la técnica a la que pertenece la invención.

- Debe señalarse que tal como se utiliza en la presente patente y en las reivindicaciones adjuntas, las formas en singular “uno/a”, “y”, y “el/la” incluyen los referentes en plural, a menos que el contexto indique claramente lo contrario. Por tanto, por ejemplo, una referencia a “un óxido” incluye una pluralidad de tales óxidos, y una referencia a “óxido” incluye una referencia a uno o más óxidos y equivalentes del mismo conocidos por los expertos en el arte, y así sucesivamente.

- Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “alta cizalladura” significa una tensión que se aplica paralela o tangencial a una cara de un material, opuesta a una tensión normal que se aplica perpendicularmente. Una mezcladora de alta cizalladura utiliza un rodete giratorio o un rotor de alta velocidad, o una serie de dichos rodetes o rotores en línea, habitualmente alimentados por un motor eléctrico, para “trabajar” el fluido, crear flujo y cizalladura. La velocidad, o velocidad periférica del fluido en el diámetro exterior del rotor será mayor que la velocidad en el

centro del rotor, y es esto lo que crea cizalladura. Las velocidades periféricas por encima de 20 m/s proporcionan habitualmente condiciones de alta cizalladura, pero las viscosidades del líquido y el diseño de la mezcladora afectarán también las condiciones de cizalladura.

5 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “óxido inorgánico” se define como compuestos binarios de oxígeno en los que el metal es el catión y el óxido es el anión. El óxido inorgánico de la presente invención es sílice.

10 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “partícula” o “particulado” hace referencia a partículas porosas o no porosas formada mediante cualquier proceso conocido, incluyendo, pero sin limitarse a, un proceso de polimerización de una solución, tal como para formar partículas coloidales, una técnica de hidrólisis de llama continua tal como por ejemplo para formar partículas fusionadas, una técnica de gel tal como para formar partículas gelificadas, y una técnica de precipitación tal como para formar partículas precipitadas, o combinaciones de las mismas. Las partículas pueden ser una variedad de diferentes formas simétricas, asimétricas o irregulares, incluyendo la forma de cadena, barra o enrejado. Las partículas pueden tener diferentes estructuras incluyendo amorfa o cristalina, etc.

15 Las partículas pueden incluir mezclas de partículas que comprenden diferentes composiciones, tamaños, formas o estructuras físicas, o que pueden ser las mismas excepto por diferentes tratamientos de superficie, los cuales las vuelven hidrófobas. Preferiblemente, las partículas de sílice son amorfas.

Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “estabilidad de partículas” significa la medición de la desaglomeración de partículas bajo fuerza de cizalladura, de acuerdo con el ensayo de Estabilidad de Partículas referenciado en la presente memoria.

20 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “tamaño de poro” significa el diámetro de los poros.

25 Tal como se utiliza en la presente memoria el término “partículas porosas” significa partículas que tienen una porosidad interna significativa según se mide por porosimetría de nitrógeno, es decir, una porosidad de más de 0,05 cm<sup>3</sup>/g, y el término “no porosas” significa partículas con poca o ninguna porosidad interna, es decir, una porosidad interna de menos de 0,05 cm<sup>3</sup>/g. Ejemplos de partículas porosas incluyen gel de sílice, sílice precipitada, sílice pirógena, y ejemplos de partículas no porosas incluyen sílice coloidal.

Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “sustancialmente” significa dentro de una cantidad razonable, pero incluye cantidades que varían de 0% a 50% del valor absoluto, de 0% a 40%, de 0% a 30%, de 0% a 20% o de 0% a 10%.

30 Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “secado rápido” significa el secado acelerado de las partículas de sílice recién formadas que puede ser realizado mediante un equipo con capacidades de evaporación de 200 a 800 kg/(m<sup>2</sup>/h). El secado rápido se realiza habitualmente en menos de dos minutos, de tal manera que las partículas poseen un nivel de humedad de menos del 10% en peso de la partícula, e incluso menos del 5% en peso de la partícula.

35 La presente invención está dirigida a partículas porosas de sílice. La presente invención divulga además métodos de elaboración de partículas porosas de sílice, además de métodos de uso de partículas porosas de sílice. A continuación se proporcionan ejemplos de partículas porosas de sílice, ejemplos de métodos de elaboración de partículas porosas de sílice, y ejemplos de métodos de uso de partículas porosas de sílice.

#### I. Partículas porosas de sílice

40 Las partículas porosas de sílice de la presente invención tienen una estructura y propiedades físicas que permiten que dichas partículas porosas de sílice proporcionen una o más ventajas en comparación con partículas porosas de sílice precipitadas conocidas.

45 Las partículas porosas de sílice de la presente invención pueden caracterizarse como partículas “semi-acabadas” o “acabadas”. Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “partículas semi-acabadas” hace referencia a partículas no trituradas, principalmente, partículas que no se procesan adicionalmente a continuación de su formación (se discute más adelante). Tal como se utiliza en la presente memoria, el término “partículas acabadas”, principalmente hace referencia a partículas clasificadas, principalmente, partículas que se clasifican a continuación de la etapa de secado. Tal como se discute en más detalle a continuación, los métodos divulgados de elaboración de partículas porosas de sílice proporcionan un conjunto de propiedades únicas tanto para partículas “semi-acabadas” como “acabadas” de la presente invención, lo que permite que dichas partículas “semi-acabadas” y  
50 “acabadas” sean adecuadas para su uso en una variedad de aplicaciones (tal como se discute en mayor detalle a continuación).

Las partículas porosas de sílice de la presente invención pueden tener cualquier forma, lo cual depende del método de formación de partículas. Por ejemplo, si las partículas se forman mediante secado por pulverización, pueden ser esféricas, y cuando se forman mediante otros medios pueden ser irregulares. En un ejemplo de realización, las partículas de la presente invención tienen una forma de partícula irregular con la mayor dimensión de partícula media (es decir, la mayor dimensión de longitud, ancho o diámetro). En un ejemplo de realización, las partículas porosas de sílice semi-acabadas de la presente invención tienen la mayor dimensión de partícula media de menos de 50 micras ( $\mu\text{m}$ ), de forma más habitual, menos de 30  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo de realización de la presente invención, las partículas porosas de sílice semi-acabadas tienen la mayor dimensión de partícula media de 15  $\mu\text{m}$  a 30  $\mu\text{m}$ , e incluso de 18  $\mu\text{m}$  a 25  $\mu\text{m}$ . En algunas realizaciones la distribución del tamaño de partícula de las partículas semi-acabadas puede estar en un rango de 1 a 300 micras, e incluso de 1 a 200 micras.

Las partículas semi-acabadas de la presente invención pueden clasificarse para formar partículas "acabadas" que tienen un tamaño medio de partícula y una distribución del tamaño de partícula deseados. En un ejemplo de realización, las partículas porosas de sílice acabadas de la presente invención tienen la mayor dimensión media de partícula de menos de 30 micras ( $\mu\text{m}$ ), de forma más habitual, menos de 20  $\mu\text{m}$ . En otro ejemplo de realización de la presente invención, las partículas porosas de sílice acabadas tienen la mayor dimensión media de partícula de 1  $\mu\text{m}$  a 20  $\mu\text{m}$ , e incluso de 3  $\mu\text{m}$  a 15  $\mu\text{m}$ . En algunas realizaciones la distribución del tamaño de partícula de las partículas acabadas puede estar en un rango de 0,1 a 100 micras, e incluso de 0,1 a 50 micras.

Las partículas porosas de sílice de la presente invención tienen habitualmente una relación de aspecto de menos de 1,4 según se mide, por ejemplo, utilizando técnicas de microscopía electrónica por transmisión (MET). Tal como se utiliza en la presente memoria, el término "relación de aspecto" se utiliza para describir la relación entre (i) la mayor dimensión media de partícula de las partículas porosas de sílice y (ii) la mayor dimensión transversal media de partícula de las partículas porosas de sílice, en donde la dimensión transversal de partícula es sustancialmente perpendicular a la mayor dimensión de partícula de una partícula porosa de sílice determinada. En algunas realizaciones de la presente invención, las partículas porosas de sílice tienen una relación de aspecto de menos de 1,3 (o menos de 1,2, o menos de 1,1, o menos de 1,05). En otra realización, la sílice porosa inorgánica tiene una relación de aspecto de 1,0 a 12.

Las partículas semi-acabadas de la presente invención tienen una estabilidad de partícula de al menos 55% (o al menos 60%, o al menos 65%, o al menos 70%, o al menos 72%) según se mide mediante el método de ensayo de estabilidad de partículas.

En algunas realizaciones, las partículas acabadas de la presente invención tienen una estabilidad de partícula de al menos 90% según se mide mediante el método de ensayo de estabilidad de partículas descrito más adelante. En otras realizaciones, las partículas acabadas de la presente invención tienen una estabilidad de partícula de al menos 95% (o al menos 96%, o al menos 97%, o al menos 98%, o al menos 99%) según se mide mediante el método de ensayo de estabilidad de partículas.

En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención (p. ej., las partículas acabadas) pueden tener un área de superficie específica, según se mide mediante el método de adsorción de nitrógeno en un único punto, de al menos 650  $\text{m}^2/\text{g}$ . En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice tienen un área de superficie específica de 650 a 1000  $\text{m}^2/\text{g}$ . En otros ejemplos de realizaciones, las partículas porosas de sílice tienen un área de superficie específica de 660 a 900  $\text{m}^2/\text{g}$ , o incluso de 670 a 890  $\text{m}^2/\text{g}$ .

En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención (p.ej., las partículas acabadas) también pueden tener un índice de absorción de aceite con DOA de al menos 200 ml/100 g. En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice tienen un índice de absorción de aceite con DOA de 250 a 400 ml/100 g. En otros ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice tienen un índice de absorción de aceite con DOA de 260 a 380 ml/100 g.

En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice de la presente invención (p.ej., las partículas acabadas) pueden tener un área de superficie específica, según se mide por el método de adsorción de nitrógeno en un único punto, de al menos 650  $\text{m}^2/\text{g}$  y un índice de absorción de aceite con DOA de al menos 200 ml/100 g. En algunos ejemplos de realización, las partículas porosas de sílice tienen un área de superficie específica de 650 a 1000  $\text{m}^2/\text{g}$  y un índice de absorción de aceite con DOA de 250 a 400 ml/100 g. En otros ejemplos de realizaciones, las partículas porosas de sílice tienen un área de superficie específica de 660 a 900  $\text{m}^2/\text{g}$ , o incluso de 670 a 890  $\text{m}^2/\text{g}$  y un índice de absorción de aceite con DOA de 260 a 380 ml/100 g.

En ejemplos de realizaciones adicionales, las partículas acabadas de la presente invención pueden tener una porosidad tal que al menos 0,5  $\text{cm}^3/\text{g}$  de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros con un tamaño de poro de 10 nm (100 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas seguido de una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío. En algunos ejemplos de realizaciones, las partículas acabadas pueden tener una porosidad tal que al menos 0,6  $\text{cm}^3/\text{g}$  de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros

- con un tamaño de poro de 10 nm (100 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas seguido de una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío. En otros ejemplos de realizaciones, las partículas acabadas poseen una porosidad total de al menos 1,5 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, al menos 1,6 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, al menos 1,7 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, al menos 1,8 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, al menos 1,9 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, o incluso al menos 2,0 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH. En incluso ejemplos de realizaciones adicionales, las partículas acabadas poseen una porosidad total de 1,5 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros a 4,0 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, o 1,7 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros a 3,0 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH.
- En ejemplos de realizaciones adicionales, las partículas acabadas de la presente invención pueden tener una porosidad tal que al menos 0,6 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros con un tamaño de poro de 16 nm (160 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas seguido de una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío. En algunos ejemplos de realizaciones, las partículas acabadas pueden tener una porosidad tal que al menos 0,7 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poros, según se mide por porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros con un tamaño de poro de 16 nm (160 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas seguido de una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío.

## II. Métodos de elaboración de partículas porosas de sílice

- La presente invención también se dirige a métodos de elaboración de partículas porosas de sílice. Las materias primas utilizadas para formar las partículas porosas de sílice de la presente invención, además de las etapas del método para formar las partículas porosas de sílice de la presente invención, se discuten a continuación.

### A. Materias primas

- Los métodos de elaboración de partículas porosas de sílice de la presente invención pueden utilizar una cantidad de materias primas que forman partículas porosas de sílice. Las materias primas que forman partículas de sílice adecuadas incluyen, pero no se limitan a, silicato de metales alcalinos (a menudo mencionados en la literatura como vidrio soluble), y ácido sulfúrico. Cualquier vidrio soluble y ácido sulfúrico disponible comercialmente puede ser utilizado en la presente invención. En un ejemplo de realización, el vidrio soluble, disponible comercialmente bajo la denominación comercial silicato de sodio 38/40 de Woellner GmbH&Co.KG, Ludwigshafen, Alemania, se utiliza para formar partículas porosas de sílice. De forma alternativa, el silicato de metales alcalinos utilizado para elaborar las sílices puede realizarse por reacción de dióxido de silicio y carbonato de los metales alcalinos cuando se funden para formar silicato de los metales alcalinos y dióxido de carbono. El silicato de metales alcalinos resultante se encuentra habitualmente, después de ser enfriado a partir del estado fundido, en forma de grumos sólidos, pero puede convertirse a una forma en polvo, o incluso en una solución acuosa.

### B. Etapas del proceso

- Las partículas porosas de sílice de la presente invención se preparan habitualmente utilizando un proceso de precipitación de múltiples etapas, en donde las partículas porosas de sílice se precipitan bajo alta cizalladura, se filtran para eliminar las partículas porosas de sílice de la suspensión de reacción, se lavan como una torta de filtración sin refinar para retirar los residuos de la reacción, y a continuación se secan rápidamente directamente a partir de la torta de filtración sin necesidad de re-suspender las partículas. Se ha descubierto que la etapa de secado rápido es de particular importancia a la hora de controlar la estructura del poro de las partículas resultantes. Las partículas porosas de sílice pueden entonces utilizarse en su condición inicial, o dimensionadas por diversos medios a una distribución de tamaño de partícula adecuadamente reducida.

- La FIG. 1 representa un diagrama de bloques de un ejemplo de proceso para formar partículas porosas de sílice de la presente invención. Tal como se muestra en la FIG. 1, un ejemplo de proceso 100 comienza en un bloque 10 de inicio, y continúa a una etapa 12 de llenado del reactor. En esta etapa, una cuba del reactor se llena con agua (p.ej., agua de proceso o desionizada), que puede estar a una temperatura de 40°C.

- De la etapa 12, el ejemplo de proceso 100 continúa a una primera etapa 14 de precipitación. En la primera etapa 14 de precipitación, se introducen reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción, mientras se mezcla bajo alta cizalladura. Los reactivos de formación de partículas de sílice se alimentan de forma independiente en la cuba de reacción a velocidades de alimentación, concentraciones y temperaturas controladas durante un primer periodo de tiempo para obtener como resultado una primera mezcla de reacción. Habitualmente, el primer periodo de tiempo es menor de 20 minutos, y más habitualmente entre 10 y 15 minutos. De forma deseable, el mezclado bajo alta cizalladura (p.ej., hasta 23 m/s de velocidad periférica nominal de la mezcladora) a lo largo del ejemplo de proceso 100 comprende utilizar un desintegrador de alta cizalladura (p.ej., un reactor DISPAX de Works (Wilmington, NC)) en modo de derivación para hacer circular los reactivos de formación de partículas de sílice (y

partículas precipitadas) a través de la cuba de reacción y el desintegrador de alta cizalladura. Se cree (sin estar sujetos con ello a ninguna teoría en particular) que el uso del mezclado a alta cizalladura durante la primera etapa de precipitación permite el control del tamaño de partícula en la suspensión en este estadio de la reacción lo que conduce a, o al menos soporta, las propiedades deseables resultantes de las partículas de la presente invención.

5 De la etapa 14, el ejemplo de proceso 100 continúa a una etapa 16 de fase de cizalladura, en donde se detiene la introducción de reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción, y continúa el mezclado bajo alta cizalladura durante un segundo periodo de tiempo. Habitualmente, el segundo periodo de tiempo es menor de 120 minutos, y más habitualmente entre 75 y 100 minutos. También se cree (sin estar sujetos con ello a ninguna teoría en particular) que el uso del mezclado a alta cizalladura durante la etapa de fase de cizalladura permite el control del tamaño de partícula en la suspensión en este estadio de la reacción, lo que conduce a, o al menos soporta, las propiedades deseables resultantes de las partículas de la presente invención.

15 De la etapa 16, el ejemplo 100 continúa a una segunda etapa 18 de precipitación. Como en la primera etapa 14 de precipitación, en una segunda etapa 18 de precipitación, se alimentan nuevamente de forma independiente los reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción a velocidades de alimentación y concentraciones controladas, bajo el uso de mezclado a alta cizalladura durante un tercer periodo de tiempo para obtener como resultado una segunda mezcla de reacción. Habitualmente, el tercer periodo de tiempo es menor de 60 minutos, y más habitualmente, entre 30 y 45 minutos. Se cree además (sin estar sujetos con ello a ninguna teoría en particular) que el uso del mezclado a alta cizalladura durante la segunda etapa de precipitación permite el control del tamaño de partícula en la suspensión en este estadio de la reacción lo que conduce a, o al menos soporta, las propiedades deseables resultantes de las partículas de la presente invención.

20 De la etapa 18, el ejemplo de proceso 100 continúa a una etapa 20 de acidificación, en donde se introduce ácido en la segunda mezcla de reacción para reducir el pH de la segunda mezcla de reacción a 4,0, lo que da como resultado una tercera mezcla de reacción. A continuación de la etapa 20, el ejemplo de proceso 100 continúa a una etapa 22 de filtración, en donde las partículas de sílice precipitadas se separan físicamente del líquido de la tercera mezcla de reacción, utilizando un equipo de filtración adecuado (p.ej., un filtro de tambor, un filtro banda, un filtro prensa, un filtro de membrana).

25 De la etapa 22, el ejemplo de proceso 100 continúa a una etapa 24 de lavado, en donde las partículas de sílice precipitadas se lavan con agua (p.ej., agua de proceso o desionizada), lo que da como resultado partículas de sílice precipitadas lavadas en forma de una torta de filtración. De forma alternativa, las etapas 22 y 24 pueden realizarse en el mismo dispositivo en una etapa operativa. De la etapa 24, el ejemplo de proceso 100 continúa a una etapa 26 de secado rápido, en donde la torta de filtración de partículas de sílice precipitadas se seca rápidamente sin re-suspensión previa para formar partículas porosas de sílice secas.

30 La etapa 26 de secado rápido comprende habitualmente la siguiente secuencia de etapas de secado. En un ejemplo de etapa 26 de secado rápido, se someten partículas de sílice precipitadas (es decir, la torta de filtración) a un secado rápido, con la temperatura en un rango de 300 a 800°C, o 400 a 700°C, durante un periodo de secado rápido de menos de 5 minutos, o 4 minutos, o 3 minutos, o 2 minutos, o incluso menos de 1 minuto.

35 A diferencia de las técnicas de secado por pulverización conocidas, la etapa 26 de secado rápido es adecuada para secar las partículas de sílice precipitadas lavadas sin la necesidad de una o más etapas de re-suspensión requeridas en las técnicas de secado por pulverización, lo que hace el proceso considerablemente más económico ya que elimina costes de materia prima, tiempo de proceso, y costes de energía (debido al reducido esfuerzo de evaporación de agua que se requiere por kg de producto producido). Las partículas de sílice precipitadas (torta de filtración) continúan directamente a una secadora en la etapa 26 de secado rápido desde la etapa 24 de lavado.

40 De la etapa 26, el ejemplo de proceso 100 puede continuar directamente a la etapa 28, en donde las partículas de sílice secas resultantes (es decir, las partículas semi-acabadas) se utilizan en una aplicación determinada sin procesamiento adicional (p.ej., sin trituración y/o granulación).

45 El producto semi-acabado puede también ser clasificado utilizando un tamiz sin un proceso de trituración aguas arriba.

50 Las partículas pueden empaquetarse para su transporte o mezclarse con diversos componentes dependiendo de la aplicación o formulación deseada. Alternativamente, las partículas pueden procesarse adicionalmente mediante tratamiento de superficie de las partículas con un recubrimiento orgánico, tal como cera, silano, etc. Dichos tratamientos se describen en DE 1 006 100, DE 1 592 865, US 5,221,337 y US 6,294,505.

La FIG. 2 representa un diagrama esquemático de un ejemplo de proceso para formar las partículas porosas de sílice de la presente invención. Tal como se muestra en la FIG. 2, los depósitos 21, 22, y 23 alimentan materias primas, tales como agua, ácido sulfúrico y silicato de sodio, en el reactor 24. Una mezcladora 25 de alta cizalladura

proporciona cizalladura en los contenidos del reactor 24. A continuación de la reacción, las partículas de sílice que han sido formadas se envían al filtro 27 banda donde se drenan y/o se filtran y lavan, lo que forma una torta de filtración. Posteriormente, la torta de filtración se mueve a la secadora 29 rápida, donde las partículas se secan durante un corto periodo de tiempo tal que el nivel de humedad de las partículas es menor del 10% en peso en base al peso de las partículas. El flujo de gas que sale de la secadora 29 está dirigido hacia una instalación 30 de filtración en seco donde las partículas se recogen y posteriormente se envían a una tolva 32 donde se clasifican las partículas, tal como mediante el uso de un tamiz (no se muestra) y se envían a una estación 34 de empaquetamiento.

III. Métodos de uso de las partículas porosas de sílice

La presente invención se dirige adicionalmente a métodos de uso de partículas porosas de sílice. En algunos ejemplos de métodos de uso de partículas porosas de sílice, los métodos comprenden utilizar partículas porosas de sílice semi-acabadas (p.ej., partículas no trituradas; partículas "en su condición inicial" después de salir de la secadora sin procesamiento adicional), formadas mediante los métodos divulgados, en una aplicación determinada. Las aplicaciones en las que se pueden utilizar partículas porosas de sílice semi-acabadas incluyen, pero no se limitan a, utilizar partículas semi-acabadas como un agente de clarificación de cerveza, utilizar partículas semi-acabadas como un soporte de catalizadores, y utilizar partículas semi-acabadas como un desecante.

En otros ejemplos de métodos de uso de partículas porosas de sílice, el método comprende utilizar partículas porosas de sílice acabadas, formadas por los métodos divulgados, en una aplicación determinada. Las aplicaciones en las que las partículas porosas de sílice pueden ser utilizadas incluyen, pero no se limitan a, utilizar las partículas acabadas como un agente deslustrador en diversos recubrimientos, agentes separadores en películas plásticas, sustancias de relleno en polímeros, espesantes en líquidos, abrasivos o espesantes en pastas de dientes, aditivos en formulaciones cosméticas, agentes de filtración en estabilización de cervezas o purificación de aceites comestibles.

En otros ejemplos de realización, los métodos de uso de partículas porosas de sílice de la presente invención pueden comprender el uso de las partículas porosas de sílice en aplicaciones que incluyen, pero no se limitan a, como un material de relleno/refuerzo en gomas, neumáticos, suelas de zapatos; como un aditivo antiaglomerante o antiapelmazante en materiales líquidos o en polvo (p.ej., cosméticos, sales y alimentos); como material de relleno en adhesivos, pinturas y colorantes, productos sanitarios tales como pasta de dientes, otras pastas, ungüentos y productos cosméticos y farmacéuticos.

La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes ejemplos, que no han de considerarse, en forma alguna, como una forma de imponer limitaciones sobre el alcance de los mismos.

**Ejemplos**

Se utilizaron los siguientes materiales y métodos de ensayo en los ejemplos a continuación.

Materiales:

Se utilizaron los siguientes materiales en los ejemplos.

Tabla 1. Materiales

Materiales	Nombre del producto	Fuente
Ácido sulfúrico	Ácido sulfúrico	Th. Goldschmidt AG, Essen, Alemania
Líquido de vidrio soluble	Silicato de sodio 38/40	Woellner GmbH&Co.KG, Ludwigshafen, Alemania
agua	Agua de proceso	Pozo profundo

Métodos de ensayo:

Método de ensayo de tamaño de partícula

El tamaño medio de partícula de una pluralidad de partículas se determina utilizando el método de ensayo de tamaño de partícula según se describe en ISO/FSD 13320-1.

Método de ensayo de partículas de área de superficie de adsorción de nitrógeno en un único punto.



El área media de superficie de una pluralidad de partículas se determina según se describe en el estándar ISO 5794-1:2005.

Método de ensayo de absorción de aceite con DOA

5 La absorción de aceite de una pluralidad de partículas se determina utilizando el método de ensayo de absorción de aceite según se describe en el estándar ASTM D 2414 Método B, con el uso de DOA (adipato de dioctilo) como el aceite penetrante.

Método de ensayo de estabilidad de partículas

10 En este ensayo, una pluralidad de partículas semi-acabadas se someten a ensayo para determinar su estabilidad después de la trituración. El índice de estabilidad de partículas es el cociente del tamaño medio de partícula de 2 mediciones de tamaño de partículas en la misma muestra, de acuerdo con el estándar ISO/FSD 13320-1. La preparación de la muestra se lleva a cabo con dos intensidades diferentes de pre-tratamiento por ultrasonidos. Aproximadamente 1 g de sílice se pone en un vaso de precipitados de 150 ml y se añade al mismo 100 a 120 ml de agua desionizada. La punta del resonador ultrasónico (Branson Sonifier W250D) se sumerge 2 cm en el fluido y en el centro del vaso de precipitados. La sonicación se lleva a cabo con un ajuste de potencia del 55% durante 10 s para la medición 1 y 60 s para la medición 2.

El índice de estabilidad de partículas se calcula de la siguiente forma:

$$\text{Índice de estabilidad [\%]} = (d_{0,5_{60s}}) / (d_{0,5_{10s}}) * 100$$

Método de ensayo de volumen de poros

20 El volumen medio de poros de una pluralidad de partículas se determina utilizando porosimetría de nitrógeno según el método BJH según se describe en el estándar DIN 66134.

Ejemplo 1 – Preparación de partículas porosas de sílice semi-acabadas

25 Una cuba de reacción se llenó con 175,5 litros de agua destilada desionizada (mediante intercambio de iones) con una temperatura de 40°C. La cuba de reacción estaba en estado fluido comunicante con un reactor DISPAX™ (es decir, un desintegrador de alta cizalladura, en línea, disponible en el comercio bajo la denominación comercial Reactor DISPAX™ DR2000 de DCA Works (Wilmington, NC)). El Reactor DISPAX™ DR2000 estaba operativo en un modo de derivación utilizando los siguientes ajustes: velocidad periférica 23 m/s, caudal = 2500 l/h.

30 En una primera etapa de precipitación, se alimentaron de forma simultánea H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (97%) y WGL38/40 en el sistema, mientras se mezcla bajo alta cizalladura. Se alimentaron 1150g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (97%) en el sistema a un caudal de 88,5 g/min. Se alimentaron 8437g de WGL38/40 en el sistema a un caudal de 649 g/min. Los reactivos se añaden a temperatura ambiente y el reactor se mantiene a presión atmosférica.

Una vez que los 1150g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (97%) y los 8437g de WGL38/40 estaban en el sistema, la mezcla de reacción se hizo circular a través del sistema, bajo alta cizalladura, a un caudal de 2500l/h durante un periodo de 90 minutos (es decir, la fase de cizalladura).

35 A continuación de la fase de cizalladura, se inició una segunda etapa de precipitación. En la segunda etapa de precipitación, se alimentaron 3805g de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (97%) en un sistema a un caudal de 88,5 g/min, mientras que 27907g de WGL38/40 se alimentaron simultáneamente en el sistema a un caudal de 649 g/min.

40 Una vez que los 3805g adicionales de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (97%) y los 27907g adicionales de WGL38/40 estuvieron en el sistema, el pH de la mezcla de reacción se redujo, bajo alta cizalladura, a un pH de 4,0. La mezcla de reacción acidificada resultante se filtró utilizando una prensa de filtro de membrana para separar las partículas de sílice precipitadas de la mezcla de reacción acidificada. Las partículas de sílice precipitadas preparadas se lavaron y a continuación se introdujeron en una secadora (Lab Scale Flash Drier), disponible en el comercio bajo la denominación comercial Anhydro de Soeborg, Dinamarca, y se secaron rápidamente a 350°C de manera que las partículas poseían menos del 10% de humedad en base al peso de las partículas. Las partículas de la muestra 1 tienen un tamaño medio de partícula de 11,7 micras. Las partículas de la muestra 2 tienen un tamaño medio de partícula de 23,7 micras. Las partículas de la muestra 3 tienen un tamaño medio de partícula de 12,9 micras. Para la muestra 4, se seleccionó sílice precipitada semi-acabada (después de triturar se encuentra disponible en el comercio de Grace GmbH & Co. KG como sílice Perkasil@KS408).

Las partículas de sílice semi-acabadas resultantes se sometieron a ensayo para determinar el tamaño medio de partícula, y la estabilidad de las partículas utilizando los métodos de ensayo descritos anteriormente. Los resultados se proporcionan en la Tabla 2 a continuación.

Tabla 2. Propiedades de partículas de sílice semi-acabadas

Muestra	Tamaño medio de partícula (µm)	Estabilidad media de partícula
1	11,7	91%
2	23,7	99%
3	12,9	81%
4	36,4	51%

5

Tal como es evidente a partir de la Tabla 2, la estabilidad media de partícula es bastante alta para las muestras 1-3, mientras que la estabilidad media de partícula para la muestra 4 es bastante baja.

Ejemplo 2 – Preparación de Partículas porosas de sílice acabadas (no de la invención)

10 Las partículas de sílice semi-acabadas en el Ejemplo 1 se sometieron a una etapa de trituración en molino de chorro tal como sigue a continuación. La sílice semi-acabada del Ejemplo 1 se alimenta en un molino de chorro disponible de Netzsch-Condux Mahltechnik GmbH, a una tasa de 250 kg/h. El molino se hace funcionar a un caudal de 400 m<sup>3</sup>/h y una temperatura por encima de 200 grados centígrados, y las partículas se Trituran hasta que el tamaño medio de partícula es menos de 10 micras. Las partículas se recogen en una instalación de filtración en seco y se miden sus propiedades. Se utiliza sílice Acematt HK400, disponible de Evonik Industries, como una muestra 8 de comparación.

15

Las partículas de sílice acabadas resultantes se sometieron a ensayo para determinar el tamaño medio de partícula, el área de superficie de adsorción de nitrógeno en un solo punto, índice de absorción de aceite con DOA, y volumen de poro utilizando los métodos de ensayo descritos anteriormente. Los resultados se proporcionan en la Tabla 3 a continuación.

20

Tabla 3. Propiedades de las partículas de sílice acabadas

Muestra	Tamaño medio de partícula (µm)	Área de superficie (m <sup>2</sup> /g)	Absorción de aceite con DOA (ml/100g)	Volumen de poro (cc/g)
5	8,9	853	321	1,95
6	5,9	853	351	1,95
7	5,2	805	295	2,03
8	5,2	226	270	1,90

Como es evidente a partir de la Tabla 3, el área de superficie media de un único punto y adsorción de aceite con DOA son bastante elevadas para las muestras 5-7, mientras que el área de superficie de un único punto y adsorción de aceite con DOA son mucho más bajas para la muestra 8.

25 Ejemplo 3 – Preparación de partículas porosas de sílice acabadas (no de la invención)

30 Las partículas de sílice semi-acabadas formadas en el Ejemplo 1 se sometieron a una etapa de trituración en clasificador mecánico tal como sigue a continuación. La sílice semi-acabada del Ejemplo 1 se alimenta en un molino clasificador CSM disponible de Netzsch-Condux Mahltechnik GmbH a una tasa de 750kg/h. Este molino se hace funcionar a máxima velocidad circunferencial y las partículas se Trituran hasta que el tamaño medio de partícula es menor de 10 micras. Las partículas se recogen en una instalación de filtración en seco y se miden sus propiedades. Se utiliza sílice Lovel 600, disponible de PPG Industries, como una muestra 12 de comparación.

30

35 Las partículas de sílice acabadas resultantes se sometieron a prueba para determinar el tamaño medio de partícula, el área de superficie de adsorción de nitrógeno en un solo punto, índice de absorción de aceite con DOA, y volumen de poro utilizando los métodos de ensayo descritos anteriormente. Los resultados se proporcionan en la Tabla 4 a continuación.

35

Tabla 4. Propiedades de las partículas de sílice acabadas

Muestra	Tamaño medio de partícula ( $\mu\text{m}$ )	Área de superficie ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Absorción de aceite con DOA ( $\text{ml}/100\text{g}$ )	Volumen de poro ( $\text{cc}/\text{g}$ )
9	9,2	785	325	1,91
10	9,1	734	314	1,83
11	9,5	757	330	1,82
12	10,4	660 (BET)	250	1,70

5 Como es evidente a partir de la Tabla 4, el área de superficie media de un único punto y adsorción de aceite con DOA son bastante elevadas para las muestras 9-11, mientras que el área de superficie de un único punto y adsorción de aceite con DOA son mucho más bajas para la muestra 12.

10 Aunque la invención ha sido descrita con un número limitado de realizaciones, estas realizaciones específicas no pretenden limitar la invención, tal como se reivindica en la presente memoria. Todas las partes y porcentajes en los ejemplos, además de en el resto de la especificación, son en peso a menos que se especifique de otro modo. Cualquier modificación de la invención, además de aquellas que se muestran y describen en la presente memoria, resultará evidente para los expertos en el arte a partir de la anterior descripción y dibujos anexos. Dichas modificaciones caen dentro del alcance de las reivindicaciones anexas.

**REIVINDICACIONES**

1. Partículas porosas de sílice formadas mediante un método que comprende las etapas de:

formación de partículas de sílice precipitadas dentro de una mezcla de reacción mientras que se mezcla bajo condiciones de alta cizalladura;

5 separación de las partículas de sílice precipitadas del líquido dentro de la mezcla de reacción;

lavado de las partículas de sílice precipitadas para producir partículas de sílice precipitadas lavadas; y

secado rápido de las partículas de sílice precipitadas lavadas para formar partículas porosas de sílice seca,

en donde dicha etapa de formación comprende:

10 introducir reactivos de formación de partículas en una cuba de reacción, mientras se mezcla bajo condiciones de alta cizalladura, durante un primer periodo de tiempo para obtener como resultado una primera mezcla de reacción;

a continuación del primer periodo de tiempo, detener la introducción de reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción mientras se continúa con dicha mezcla bajo una fuerza de dispersión de alta cizalladura durante un segundo periodo de tiempo;

15 a continuación del segundo periodo de tiempo, introducir los reactivos de formación de partículas de sílice en la cuba de reacción, mientras se mezcla bajo alta cizalladura, durante un tercer periodo de tiempo para obtener como resultado una segunda mezcla de reacción; y

20 a continuación del tercer periodo de tiempo, acidificar la segunda mezcla de reacción bajo una fuerza de dispersión de alta cizalladura para reducir un pH de la segunda mezcla de reacción a aproximadamente 4,0, obteniendo como resultado una tercera mezcla de reacción,

en donde el primer periodo de tiempo es menor de 15 minutos, el segundo periodo de tiempo es menor de 120 minutos, y el tercer periodo de tiempo es menor de 45 minutos, y

en donde dichas partículas porosas de sílice, que no se procesan adicionalmente a continuación de la formación, tienen

25 (a) un tamaño medio de partícula de más de 1,0 micras; y

(b) una estabilidad de partícula de al menos 55% según se mide mediante el método de ensayo de estabilidad de partícula, siendo el índice de estabilidad de partícula el cociente del tamaño medio de partícula de 2 mediciones de tamaño de partícula en la misma muestra, según el estándar ISO/FSD 13320-1, y la preparación de muestras se lleva a cabo con dos intensidades diferentes de pretratamiento ultrasónico, en donde se pone 1 g de sílice en un vaso de precipitados de 150 ml, se añade al mismo 100 a 120 ml de agua desionizada, la punta del resonador ultrasónico se sumerge 2 cm en el fluido y en el centro del vaso de precipitados, la sonicación se lleva a cabo con un ajuste de potencia del 55% durante 10 s para la medición 1 y 60 s para la medición 2, y el índice de estabilidad de partículas se calcula de la siguiente forma:

35 
$$\text{Índice de estabilidad [\%]} = (d_{0,5_{60s}}) / (d_{0,5_{10s}}) * 100$$

2. Las partículas de sílice de la reivindicación 1, en donde el método además comprende clasificar dichas partículas porosas de sílice secas para formar partículas porosas de sílice que tienen un tamaño medio de partícula en un rango menor de 30 micras,

donde dichas partículas de sílice clasificadas tienen:

40 (a) un área de superficie de adsorción de nitrógeno en un único punto de al menos 650 m<sup>2</sup>/g; y

(b) un índice de absorción de aceite con DOA de al menos 260 ml/100g.

3. Las partículas de sílice de la reivindicación 2, donde dichas partículas de sílice tiene una porosidad tal que al menos 0,5 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poro, según se mide mediante porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros

- que tienen un tamaño de poro de 10 nm (100 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas, seguido por una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío.
- 5 4. Las partículas de sílice de la reivindicación 2, donde dichas partículas de sílice tienen un tamaño medio de partícula en el rango de 1 a 30 micras.
5. Las partículas de sílice de la reivindicación 4, en donde las partículas comprenden:
- (a) un área de superficie de adsorción de nitrógeno en un único punto de 675 a 1000 m<sup>2</sup>/g; y
- (b) un índice de absorción de aceite con DOA de 280 a 360 ml/100g.
6. Las partículas de sílice de la reivindicación 4, en donde las partículas comprenden:
- 10 (a) un área de superficie de adsorción de nitrógeno en un único punto de 650 a 1000 m<sup>2</sup>/g; y
- (b) un índice de absorción de aceite con DOA de 290 a 350 ml/100g.
7. Las partículas de sílice de la reivindicación 4, en donde las partículas porosas de sílice comprenden partículas precipitadas.
- 15 8. Las partículas de sílice de la reivindicación 4, en donde las partículas comprenden una porosidad tal que al menos 0,6 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poro, según se mide mediante porosimetría de nitrógeno de tipo BJH, es de poros que tienen un tamaño de poro de 16 nm (160 Å) o menor, en donde la porosidad de las partículas se mide después de secar las partículas a 200°C durante al menos 2 horas, seguido por una activación a 200°C durante dos horas bajo vacío.
- 20 9. Las partículas de sílice de la reivindicación 8, en donde las partículas comprenden una porosidad total de al menos 1,5 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poro, según se mide mediante porosimetría de nitrógeno de tipo BJH.
10. Las partículas de sílice de la reivindicación 8, en donde las partículas comprenden una porosidad total de al menos 1,7 cm<sup>3</sup>/g de volumen de poro, según se mide mediante porosimetría de nitrógeno de tipo BJH.
11. Las partículas de sílice de la reivindicación 1, en donde los reactivos de formación de partículas de sílice comprenden silicato de metales alcalinos y ácido sulfúrico.
- 25 12. Las partículas de sílice de la reivindicación 11, en donde dicho mezclado bajo alta cizalladura comprende utilizar un desintregador de alta cizalladura en un modo de derivación para hacer circular los reactivos de formación de partículas de sílice a través de la cuba de reacción y el desintregador de alta cizalladura.
13. Las partículas de sílice de la reivindicación 1, en donde el primer periodo de tiempo es de 13 minutos, el segundo periodo de tiempo es de 90 minutos, y el tercer periodo de tiempo es de 43 minutos.
- 30 14. Las partículas de sílice de la reivindicación 1, en donde las partículas de sílice precipitadas procedentes de dicha etapa de separación se alimentan directamente como una torta de filtración a una secadora rápida utilizada en dicha etapa de secado rápido, sin una re-suspensión entre las mismas.
15. Las partículas de sílice de la reivindicación 1, en donde las partículas de sílice precipitadas se someten a una temperatura de secado rápido en un rango de 300°C a 700°C durante un periodo de secado rápido de 2 segundos a 35 2 minutos durante dicha etapa de secado rápido.
16. Uso de las partículas de sílice de la reivindicación 1, como un agente de clarificación de cerveza.
17. Uso de las partículas de sílice de la reivindicación 2 como un agente de filtración en la estabilización de cervezas.

FIG. 1



