

ÖZET**DÜŞÜK SU ALIMINA SAHİP YÜKSEK YAPILI ÇÖKELTME SİLİKASI, BUNUN
HAZIRLANMA PROSESİ VE KULLANIMLARI**

- 5 Buluş, yüksek yapılı, düşük su alımına sahip, matrisler veya katı ortamlar, elastomerler, silikonlar veya çeşitli macunlar içinde yüksek dağıtılabiliğe sahip bir çökeltme silikası, bunun yanı sıra bunun hazırlanmasına yönelik proses ile ilgilidir. Bu aynı zamanda, özellikle elastomer (ayakkabı tabanlarına yönelik berrak veya yarı berrak) bazlı matrisler içinde, silikon (özellikle elektrik kablolarının kaplamasına yönelik) matrisler
- 10 içinde, güçlendirici yük olarak, çeşitli (gıda, kozmetik, farmasötik, boya veya kağıtların imalatı, pillere yönelik ayırıcı gözenekli membranların imalatı) bileşimler içinde yük ve/veya destek ve/veya eksipiyen olarak, diğ macunları içinde koyulaştırıcı ajan olarak kullanımı ile ilgilidir.

İSTEMLER

1. Çökeltme silikası olup, özelliği aşağıdakilere sahip olmasıdır:
 - 140 ila 230 m²/g, tercih edildiği üzere 145 ila 195 m²/g, özel şekilde 145 ila 185 m²/g, özel olarak 150 ila 185 m²/g, özellikle 150 ila 180 m²/g olan bir spesifik CTAB yüzeyi
 - 300 ml/100g dan fazla, tercihen 310 ml/100g'dan fazla, daha tercih edildiği üzere 315 ila 450 ml/100g, özel olarak 320 ila 400 ml/100g, özellikle 340 ila 380 ml/100g olan bir DOP yağ alımı
 - kütlege %6'dan az ve tercih edildiği üzere kütlege %3'ten fazla, özellikle kütlege %4'ten fazla veya buna eşit ve kütlege %5,8'den az veya buna eşit bir su alımı
 - 3,5 ila 7,5, tercih edildiği üzere 4 ila 7, özel olarak 4 ila 6 olan bir pH değeri
 - kütlege %2'den az veya buna eşit, tercih edildiği üzere kütlege %1,5'ten az veya buna eşit, özel olarak kütlege %1'den az veya buna eşit ve özellikle kütlege %0,5'ten az veya buna eşit olan, sodyum sülfat bakımından ifade edilen bir kalıntı anyon oranı
 - 30 µm'den az veya 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapıdır.
2. İstem 1'e göre silika olup, özelliği bunun 30 µm'den az, tercihen 20 µm'den düşük, özel olarak 5 ile 15 µm arasında, özellikle 8 ile 13 µm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahip olması ile karakterize edilmesidir.
3. İstem 1'e göre silika olup, özelliği bunun, 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahip olması ile karakterize edilmesidir.
4. İstemler 1 ila 3'ten birine göre silika olup, özelliği bunun ultrasonda saçılma sonrasında, en fazla 35 µm, tercih edildiği üzere en fazla 30 µm, özellikle en fazla 25 µm olan bir medyan partikül çapına sahip olması ile karakterize edilmesidir.

5. İstemler 1 ila 4'ten birine göre silika olup, özelliği bunun, BET– CTAB farkının en fazla 30m²/g, tercihen en fazla 25 m²/g, özel olarak en fazla 20 m²/g, örneğin en fazla 10 m²/g olacağı bir şekilde spesifik bir BET yüzeyine sahip olması ile karakterize edilmesidir.
- 5
6. İstemler 1 ila 5'ten birine göre silika olup, özelliği bunun, en fazla 0,3 g/ml, tercih edildiği üzere 0,04 ila 0,3 g/ml olan, paketli durumda bir doldurma yoğunluğuna sahip olması ile karakterize edilmesidir.
- 10
7. İstemler 1 ila 6'dan birine göre silika olup, özelliği bunun toz formuna sahip olması ile karakterize edilmesidir.
8. İstemler 1 ila 7'den birine göre bir silikanın hazırlanmasına yönelik proses olup, aşağıdaki adımları içerir:
- 15
- (a) su ve bir silika içeren, 80 ile 100 °C arasında bulunan, tercih edildiği üzere 90 °C'den fazla veya buna eşit sıcaklıkta bir başlangıç haznesi kalıntısının gerçekleştirilmesi, SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen söz konusu başlangıç haznesi kalıntısı içindeki silika konsantrasyonu 15 g/L'den az veya buna eşittir;
- 20
- (b) 80 ile 100°C, tercih edildiği üzere 90 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta bir asitleştirme ajanının eklenmesi, ortamın pH değerinin 7 ile 8 arasında bulunan bir değere, tercihen 7,2 ile 7,8 arasında ve avantajlı bir şekilde 7,3 ile 7,7 arasında bulunan (tipik olarak büyük ölçüde 7,5'e eşit bir değere) bir değere getirilmesi;
- 25
- (c) bu şekilde gerçekleştirilen ortam içinde, 80 ile 100°C arasında, tercih edildiği üzere 90 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta, eş zamanlı bir şekilde, bir silikat ve bir asitleştirme ajanının eklenmesi, zaman içinde eklenen silikat ile asitleştirme ajanının ilgili miktarları, tüm ekleme süresi boyunca, aşağıdaki şekilde olacağı bir şekilde spesifik olarak seçilir:
- 30
- reaksiyon ortamının pH değeri, 7 ile 8 arasında, avantajlı olarak 7,2 ile 7,8 arasında bulunacak halde kalır; ve
 - SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen, ortam içindeki silisyum konsantrasyonu 35 g/L'den az veya buna eşittir;
- 35
- (d) 80 ile 100 °C arasında, tercih edildiği üzere 90 ile 100 °C arasında bulunan bir sıcaklıkta, bir asitleştirme ajanının, ortamı 3 ile 6,5 arasında

- bulunan bir pH değerine taşıyacak şekilde adım (c) sonucunda elde edilen ortama eklenmesi;
- (e) elde edilen aköz silika dispersiyonunun filtrelmesi;
 - (f) filtrasyon sonucunda gerçekleştirilen filtrasyon kekinin, tercih edildiği üzere bunu yıkayarak önceden kurutulması;
 - (g) isteğe bağlı olarak, adım (f) sonucunda elde edilen silikanın öğütülmesi veya mikronize hale getirilmesi,
- özellği söz konusu prosesin, adımda (f) yıkanmasından önce filtrasyon kekinin, 1000 °C'de kütlece %82'den fazla, tercih edildiği üzere kütlece en az %84, özel olarak kütlece %84 ila 88 arasında bir ısı kaybına sahip olması ile karakterize edilmesidir.
9. İstemler 1 ila 7'den birine göre veya istem 8'e göre proses yoluyla elde edilen bir silikanın kullanımı olup, özelliği ayakkabı tabanlarına yönelik, özellikle berrak(lar) veya yarı berrak(lar) elastomer(ler) bazlı bir matris içinde güçlendirici yük olarak olmasıdır.
10. İstemler 1 ila 7'den birine göre veya istem 8'e göre proses yoluyla elde edilen bir silikanın kullanımı olup, özelliği silikon(lar) bazlı bir matris içinde güçlendirici yük olarak olmasıdır.
11. İstemler 1 ila 7'den birine göre veya istem 8'e göre proses yoluyla elde edilen bir silikanın kullanımı olup özelliği likit destek olarak olmasıdır.
12. İstemler 1 ila 7'den birine göre veya istem 8'e göre proses yoluyla elde edilen bir silikanın kullanımı olup, özelliği macun, jel, katı veya likit bir organik veya aköz matris içinde koyulaştırıcı yük, destek ve/veya eksipyan olarak olmasıdır.
13. İstem 12'ye göre kullanım olup, özelliği macun veya jel formda bir diş macunu bileşimi içinde, koyulaştırıcı yük olarak olmasıdır.
14. İstemler 1 ila 7'den birine göre veya istem 8'e göre proses yoluyla elde edilen bir silikanın kullanımı olup özelliği pile yönelik ayırıcıların hazırlanmasına yönelik olmasıdır.

TARİFNAME
DÜŞÜK SU ALIMINA SAHİP YÜKSEK YAPILI ÇÖKELTME SİLİKASI, BUNUN
HAZIRLANMA PROSESİ VE KULLANIMLARI

5 Mevcut buluş, düşük su alımına sahip, yüksek yapılı yeni bir çökeltme silikası ve söz konusu silikanın hazırlanmasına yönelik bir proses ile ilgilidir.

10 Bu aynı zamanda, ayakkabı tabanlarına yönelik, özellikle berrak veya yarı berrak, elastomer bazlı matrislerde, örneğin elektrik kablolarının kaplanmasına yönelik amaçlanan, silikon matrislerde güçlendirici yük olarak kullanımı ile ilgilidir.

15 Bu aynı zamanda, özellikle ayrı bileşimlerde yük ve/veya destek ve/veya eksipiyen olarak, gıda, kozmetik, farmasötik bileşimler, boya veya kağıtların imalatına yönelik bileşimler, pillere yönelik ayırıcı (« battery separators ») gözenekli membranların imalatına yönelik amaçlanan bileşimler olarak, diğ macunu formülasyonlarında 15 koyulaştırıcı ajan olarak kullanılması ile ilgilidir.

20 « Çökeltme » olarak adlandırılan silikalar genellikle, özellikle suya doymayan Si-OH gruplamalarının yüzeylerindeki varlığı nedeniyle suya yönelik güçlü bir afiniteye sahiptir. En yaygın çökeltme silikaları genel olarak %7'den fazla, en sık olduğu üzere %8 ila 10 düzeyinde su alımına (aşağıda tanımlanan teste göre) sahiptir.

25 Düşük (%4 ila 6 düzeyinde) su alımına sahip bir çökeltme silikasının hazırlanmasına yönelik bir proses, WO 03/055801 başvurusunun konusudur; böylelikle elde edilen silika genel olarak 100 ila 200 m²/g olan bir spesifik CTAB yüzey (dış yüzey) ve 150 ila 300 ml/100g olan bir DOP yağ alımına sahiptir; bu silikanın silikon bazlı elastomer matrislerin, özellikle soğukta veya sıcakta vulkanize edilebilen silikon matrislerin, ayakkabı tabanlarına yönelik şeffaf veya yarı şeffaf elastomer matrislerin 25 güçlendirilmesine yönelik kullanılabildiği belirtilir; ayrıca bu silikanın aynı zamanda 30 özellikle diğ macunlarında organik veya aköz ortamlar içinde koyulaştırıcı ajan olarak kullanılabildiği belirtilir.

35 250 ml/g'dan fazla, özellikle 300 ila 320 ml/100g düzeyinde bir DOP yağ alımına ve 70 ila 250 m²/g olan bir spesifik CTAB yüzeye (dış yüzey) sahip yüksek yapılı çökeltme silikaları, halihazırda diğ macunu bileşimlerinde koyulaştırıcı veya tekstüre ajan olarak

sunulmuştur (WO 01/93803 başvurusu); bu tür silikalar, %7'den fazla, diğer bir deyişle klasik çökeltme silikalarının bir su alımına sahiptir.

Başvuru sahibi bu noktada formülasyonda iyi dispersiyon performansına sahip, avantajlı olarak özellikle elastomer (berrak, yarı berrak, silikon) veya çeşitli macun kıvamında, matris veya katı ortamlar içinde yüksek bir dağılılırlığa, yüksek bir ışık iletimine dahi sahip çökeltmiş yeni bir silika bulmuştur. Bu, özellikle iyi bir güçlendirici ve/veya koyulaştırıcı güç ile çevrilir. Bu silika özellikle, ayakkabı tabanlarına yönelik, örneğin berrak veya yarı berrak, elastomer bazlı matrislerde, örneğin soğukta veya sıcakta vulkanize edilebilen silikon matrislerde güçlendirici yük olarak kullanılabilir. Bu silikanın özellikle ilgi çekici bir uygulaması, diğerlerinin arasında, diş macunu formülasyonlarında koyulaştırıcı ajan olarak kullanımından oluşur.

Buluşun bir birinci amacı, aşağıdaki unsurlara sahip bir çökeltme silikasından oluşur:

- 15 • 140 ila 230 m²/g, tercih edildiği üzere 145 ila 195 m²/g, daha tercih edildiği şekilde 145 ila 185 m²/g, özel olarak 150 ila 185 m²/g, özellikle 150 ila 180 m²/g, örneğin 155 ila 175 m²/g veya 160 ila 180 m²/g olan bir spesifik CTAB yüzeyi
- 300 ml/g'dan fazla, tercihen 310 ml/100g'dan fazla, daha tercih edildiği üzere 315 ila 450 ml/100g, özel olarak 320 ila 400 ml/100g, özellikle 340 ila 380 ml/100g olan bir DOP yağ alımı
- 20 • kütlece %6'dan az ve tercih edildiği üzere kütlece %3'ten fazla, özellikle kütlece %4'ten fazla veya buna eşit ve kütlece %5,8'den az veya buna eşit bir su alımı
- 3,5 ila 7,5, tercih edildiği üzere 4 ila 7, özel olarak 4 ila 6 olan bir pH değeri
- kütlece %2'den az veya buna eşit, tercih edildiği üzere kütlece %1,5'ten az veya buna eşit, özel olarak kütlece %1'den az veya buna eşit ve özellikle kütlece %0,5'ten az veya buna eşit olan, sodyum sülfat bakımından ifade edilen bir kalıntı anyon oranı
- 25 • 30 µm'den az veya 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapıdır.

30

Buluşun bir birinci varyasyonuna göre, silika 30 µm'den az, tercihen 20 µm'den düşük, özel olarak 5 ile 15 µm arasında, özellikle 8 ile 13 µm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahiptir.

Buluşun bir ikinci varyasyonuna göre çöktürülmüş silika, 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahiptir.

5 Buluşun bu ikinci varyasyonuna göre silika, oldukça tercih edilen bir şekilde, 145 ila 185 m²/g, özellikle 150 ila 180 m²/g, özel olarak 155 ila 175 m²/g olan bir spesifik CTAB yüzeyine sahiptir.

Spesifik CTAB yüzeyi, NFT 45-007 (kasım 1987) normuna göre belirlenen dış yüzeydir.

10 DOP yağ alımı, dioktilftalat uygulanarak ISO 787/5 normuna göre belirlenir.

“Su alımı” olarak karakteristiği ile çevrilen suya karşı bir silikanın afinitesi, silikanın yüzeyi üzerinde absorbe edilecek su moleküllerinin sahip olduğundan daha fazla veya daha az dikkat çekici eğilim yansıtır.

15

Bu karakteristiğin ölçüm testinin prensibi, önceden kurutulan silika numunesinin, verilen nispi nem koşullarına ve önceden tanımlanan bir süre boyunca yerleştirilmesinden oluşur; silika hidratlanır, bu durum, numunenin kütlesini, bir başlangıç değerinden (kuru haldedir) bir nihai değere (m+dm) geçirir. Spesifik olarak bir silikanın “su alımı” ile test sırasında aşağıdaki koşullara maruz bırakılan bir silika numunesine yönelik hesaplanan yüzde bakımından ifade edilen oran (dm/m) belirtilecektir:

20

- ilk kurutma: 8 saat, 105°C’de;
- hidrasyon: 24 saat, 20°C’de ve %70’lik nispi nem altında.

25 Uygulanan deney protokolü aşağıdaki adımlardan oluşur:

- test edilecek yaklaşık 2 g silikanın tartılması;
- 105°C’lik bir sıcaklığa ayarlanmış bir fırında bu şekilde tartılan silikanın 8 saat boyunca kurutulması;
- bu kurutmadan sonra elde edilen kuru silikanın kütlesinin (m) belirlenmesi;
- 30 – kapalı ortamın nispi neminin %70 olacağı şekilde, 35/65 olan bir su/gliserin kütle oranı ile bir su/gliserin karışımı içeren kapalı bir kap içinde (örneğin bir kurutma kabı içinde) elde edilen kurutulan silikanın, 24 saat boyunca 20 °C’de düzenlenmesi;
- %70 nispi nemde 24 saatlik bu işlemin akabinde elde edilen silikanın kütlesinin
- 35 (m + dm) belirlenmesi, bu kütlenin ölçülmesi, laboratuvar atmosferi ile %70’lik

nispi nemdeki ortam arasındaki higrometre değişimi etkisi altında silikanın kütlelerinin bir varyasyonunun engelleneceği bir şekilde, kurutma kabından silikanın çıkartılmasından hemen sonra gerçekleştirilir.

- 5 Silikanın pH değeri, ISO 787/9 normuna göre ölçülür (iyonlarından arındırılmış su içinde ağırlıkça %5'lik bir silika süspansiyonu pH değeri).

10 Buluşa göre silika, en fazla 20 mm olan bir ortalama boyut ve bir medyan partikül çapına sahip, bilyeler, granüller (veya diğer agregatlar) veya tercih edilen bir şekilde toz formuna sahip olabilir.

15 Buluşun birinci varyasyonuna göre, 30 µm'den az, tercihen 20 µm'den düşük, özel olarak 5 ile 15 µm arasında, özellikle 8 ile 13 µm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahip, bilyeler, granüller (veya diğer agregatlar) veya tercih edilen bir şekilde toz formuna sahip olabilir. Bu silika özel olarak, ayakkabı tabanlarında kullanılmaya yönelik özellikle berrak(lar) veya yarı berrak(lar), elastomer bazlı matrislerde güçlendirici yük olarak, silikon(lar) bazlı matrislerde güçlendirici yük olarak adapte edilir.

20 Buluşun ikinci varyasyonuna göre silika, 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut ve bir medyan partikül çapına sahip, bilyeler, granüller (veya diğer agregatlar) veya tercih edilen bir şekilde, toz formuna sahip olabilir. Özellikle, en az 30 µm, tercih edildiği üzere 50 µm olan ve 350 µm'den az, tercih edildiği üzere 180 µm'den az bir medyan çapa sahip toz söz konusudur; bu silika, özellikle diş macunu
25 bileşimleri içinde koyulaştırıcı veya tekstüre ajan olarak, silikon(lar) bazlı matrisler içinde güçlendirici yük olarak kullanılmaya yönelik adapte edilir.

Aynı zamanda 2 ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama partikül boyutuna sahip granüller (veya diğer agregatlar) söz konusu olabilir.

30

Silika partiküllerinin ortalama boyutu, kuru elekten geçirilerek ve %50'de giderek artan bir geri çevirmeye karşılık gelen çap belirlenerek NF X 11507 (aralık 1970) normuna göre belirlenebilir.

Silika partiküllerinin medyan çapı, NF X 11-666 normuna göre lazer kırınımı ile belirlenebilir. Kullanılan granülometre, MALVERN MASTERSIZER tipidir.

Ölçüm kriterleri

5

- * optik konsantrasyon: % 12 ± 2
- * ölçme sıvısı: gazdan mineralden arındırılmış su
- * ultrason yokluğu
- * dağıtıcı madde yokluğu

10

- * ölçme süresi: 10 saniye

Buluşa göre çökeltme silikası, ultrasonda saçılma sonrasında, en fazla 35 μm 'lik, tercihen en fazla 30 μm 'lik, özellikle en fazla 25 μm 'lik, özellikle en fazla 15 μm 'lik, örneğin en fazla 10 μm 'lik bir medyan partikül çapına (d50) sahiptir.

15

Ultrasonda saçılma sonrasında silikanın medyan çapı (d50), aşağıdaki teste göre MALVERN MASTERSIZER granülometresinde ölçülür:

MALVERN MASTERSIZER granülometresinde ultrasonların gücünün maksimum 20'lik ölçekleme üzerinde ayarlanması ile birlikte, % 12 ± 2 'lik bir optik konsantrasyonun elde edileceği bir şekilde bir silika miktarı uygulanır.

20

60 saniye boyunca hazne içinde ultrasonlar muhafaza edildikten sonra 51 μm 'den yüksek çaptan silika partiküllerinin yüzdesi ve medyan çapı (d50) ölçülür, hazne bir santrifüj pompası aracılığıyla süspansiyonun dolaşımı ile homojen hale getirilir. Ölçüm, ultrasonların durdurulmasından 10 saniye sonra kaydedilir.

25

Buluşa göre silikanın dağıtılma veya saçılma kapasitesi ayrıca, ultra-sonifikasyon ile önceden dağıtılan bir silika süspansiyonu üzerinde gerçekleştirilen, granülometrik bir ölçüm ile (lazer kırınımı ile) değerlendirilebilir (0,1 ila birkaç düzine mikronluk nesnelerin kırılması). Ultrason altında saçılma, 19 mm çaptan bir sonda ile donatılan bir VIBRACELL BIOBLOCK ultrason işlemcisi (600 W) yardımıyla gerçekleştirilir. Granülometrik ölçüm, bir SYMPATEC granülometresi üzerinde lazer kırınımı ile gerçekleştirilir.

30

Bir ilaç kabı (yükseklik: 6 cm ve çap : 4 cm) içinde 2 gram silika tartılır ve deiyonize su eklenerek 50 grama tamamlanır: bu şekilde manyetik karıştırma ile 2 dakika boyunca homojen hale getirilen %4'lük bir aköz silika süspansiyonu oluşturulur. Akabinde

35

aşağıdaki şekilde ultrason altında saçılmaya devam edilir: sondanın 4 cm'lik bir uzunluk üzerinde daldırılması ile birlikte,%20'yi belirten bir güç kadranına yönelik iğnenin bir sapmasının elde edileceği bir şekilde çıkış gücü ayarlanır. Saçılma, 420 saniye boyunca gerçekleştirilir. Akabinde, 20 civarındaki bir optik yoğunluğun elde edilmesine yönelik olarak gerekli homojen hale getirilmiş süspansiyonun bir hacmi (V) (ml bakımından ifade edilir), granülometre kabında uygulanarak granülometrik ölçüm gerçekleştirilir.

Bir saçılma faktörü (F_D) böylelikle aşağıdaki denklem ile verilir:

$$F_D = 10 \times V / \text{granulometre yoluyla ölçülen suspansiyonun optik yoğunluğu (bu optik yoğunluk 20 düzeyindedir)}$$

- 10 Bu saçılma faktörü (F_D), granülometre ile tespit edilmeyen 0,1 μm 'den az boyutlu partiküllerin oranının göstergesidir. Bu faktör, silikanın yüksek bir saçılma kapasitesine sahip olduğundan çok daha yüksektir.

Bu teste göre elde edilen medyan çapın değeri (ϕ_{50}), silikanın yüksek bir saçılma kapasitesine sahip olduğundan oldukça daha düşüktür.

- 15 Tercih edildiği üzere prosese göre silika, ultrasonda saçılma sonrasında, 6 μm 'den az, özel olarak 5 μm 'den az, örneğin 3,5 μm 'den az bir medyan çapa (ϕ_{50}) sahiptir. Buluşa göre silika, genel olarak, 5,5 ml'den fazla, özel olarak 7,5 ml'den fazla, örneğin 11,5 ml'den fazla bir ultrasonda saçılma faktörüne (F_D) sahiptir.

- 20 Buluşa göre silikalar tercih edildiği üzere, BET- CTAB farkının en fazla 30 m^2/g , tercihen en fazla 25 m^2/g , özel olarak en fazla 20 m^2/g , örneğin en fazla 10 m^2/g olacağı bir şekilde spesifik bir BET yüzeyine sahiptir.

- 25 Spesifik BET yüzeyi, "The journal of the American Chemical Society", Vol. 60, sayfa 309, şubat 1938'de açıklanan ve NFT 45007 normuna (kasım 1987) karşılık gelen BRUNAUER - EMET - TELLER yöntemine göre belirlenir.

- 30 Ayrıca buluşa göre silikalar genel olarak, ISO 787/11 normuna göre ölçülen, en fazla 0,3 g/ml'lik, tercihen 0,04 ila 0,3 g/ml'lik, daha tercih edildiği üzere 0,05 ila 0,3 g/ml'lik, özellikle 0,05 ila 0,2 g/ml'lik bir paketli durumda doldurma yoğunluğuna sahip olabilir; bu paketli durumda doldurma yoğunluğu aynı zamanda 0,1 ila 0,3 g/ml arasında, özellikle 0,1 ile 0,27 g/ml arasında, özel olarak 0,15 ile 0,25 g/ml arasında bulunabilir.

1000°C'de işleme tabi tutulmadan sonra ISO 3262/11 normuna göre ölçülen, buluşun

silikasının ısı kaybı (PAF) genel olarak, PAF – nem farkının %3,2'den az, tercihen %3'ten az, özellikle %2,7'den az olacağı şekildedir.

5 Nem, 2 saat boyunca 105°C'de termal işleminden sonra, ISO 787/2 normuna göre ölçülen kalıntı su içeriğidir.

Özellikle silikon matrislerde yük olarak kullanılmasına yönelik tasarlandığında buluşa göre silikanın nemi genel olarak, numunenin toplam kütlesinin %5'inden azdır, tercihen %4'ünden azdır, özellikle en fazla %3'üdür.

10 Buluşa göre silika ilave olarak, 1,450 ile 1,467 arasında bulunan gliserol içindeki bir kırınım indeksinde en az %70'lik bir iletim oranına sahip olabilir. Göz önünde bulundurulan kırınım indeksi, bir spektrofotometre ile 589 nm'de iletim ile belirlenen şeffaf olan, su-gliserol çeşitli solüsyonlarda bu silikanın en şeffaf (maksimum iletim) süspansiyonuna karşılık gelendir. Her süspansiyon, 18 g su-gliserol
15 solüsyonunda 2 g silikanın dağıtılarak, akabinde bir kırınım ölçer üzerinde kırınım indeksi ve spektrofotometre üzerinde iletimin okunmasından (referans ürün olarak, silika olmaksızın su-gliserol solüsyonu ile yapılan okuma) önce hafif vakum altında havadan arındırılarak elde edilir.

20 Buluşun bir ikinci amacı, aşağıdaki birbirini izleyen adımları içeren, yüksek yapılı ve yukarıda açıklanan düşük su alımına sahip silikanın hazırlanmasına yönelik bir procesten oluşur:

- (a) su ve bir silika içeren, 80 ile 100 °C arasında bulunan, tercih edildiği üzere 90 °C'den fazla veya buna eşit sıcaklıkta bir başlangıç haznesi kalıntısının
25 gerçekleştirilmesi, SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen söz konusu başlangıç haznesi kalıntısı içindeki silika konsantrasyonu 15 g/L'den az veya buna eşittir;
- (b) 80 ile 100°C, tercih edildiği üzere 90 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta bir asitleştirme ajanının eklenmesi, ortamın pH değerinin 7 ile 8 arasında bulunan bir değere, tercihen 7,2 ile 7,8 arasında ve avantajlı bir
30 şekilde 7,3 ile 7,7 arasında bulunan (tipik olarak büyük ölçüde 7,5'e eşit bir değere) bir değere getirilmesi;
- (c) bu şekilde gerçekleştirilen ortam içinde, 80 ile 100°C arasında, tercih edildiği üzere 90 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta, eş zamanlı bir şekilde, bir silikat ve bir asitleştirme ajanının eklenmesi, zaman içinde eklenen silikat ile

asitleştirme ajanının ilgili miktarları, tüm ekleme süresi boyunca, aşağıdaki şekilde olacağı bir şekilde spesifik olarak seçilir:

- reaksiyon ortamının pH değeri, 7 ile 8 arasında, avantajlı olarak 7,2 ile 7,8 arasında bulunacak halde kalır; ve
- 5 – SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen, ortam içindeki silisyum konsantrasyonu 35 g/L'den az veya buna eşittir;
- (d) 80 ile 100 °C arasında, tercih edildiği üzere 90 ile 100 °C arasında bulunan bir sıcaklıkta, bir asitleştirme ajanının, ortamı 3 ile 6,5 arasında bulunan bir pH değerine taşıyacak şekilde adım (c) sonucunda elde edilen ortama eklenmesi;
- 10 • (e) elde edilen aköz silika dispersiyonunun filtrelenmesi;
- (f) filtrasyon sonucunda gerçekleştirilen filtrasyon kekinin, tercih edildiği üzere bunu yıkayarak önceden kurutulması;
- (g) isteğe bağlı olarak, adım (f) sonucunda elde edilen silikanın öğütülmesi veya mikronize hale getirilmesi,
- 15 söz konusu proses, adımda (f) yıkanmasından önce filtrasyon kekinin, 1000 °C'de kütlece %82'den fazla, tercih edildiği üzere kütlece en az %84, özel olarak kütlece %84 ila 88 arasında bir ısı kaybına sahip olması ile karakterize edilir.

Prosesin adımlarında ((a) ve (c)) uygulanan silikatlar, silikatların tüm yaygın formları 20 arasından seçilebilir. Avantajlı bir şekilde buluşa göre kullanılan silikatlar, örneğin sodyum veya potasyum silikatlar gibi alkali silikatlardır.

Özellikle tercih edilen bir şekilde adımın (a) silikatı, adım (c) esnasında eklenen ile aynı şekilde bir sodyum silikattır. Uygulanan sodyum silikat böylelikle genel olarak, 2 ile 4 25 arasında, avantajlı bir şekilde 3 ile 3,6 arasında bulunan bir SiO₂/Na₂O ağırlık oranı ile karakterize edilir, bu SiO₂/Na₂O ağırlık oranı tercihen 3,3 ile 3,5 arasında bulunur (tipik olarak bu oran, büyük ölçüde 3,4'e eşittir):

Adımda (a) oluşturulan hazne kalıntısı en sık olarak, silikat konsantrasyonunun 30 karakteristik bir şekilde 15 g/L'den az veya buna eşit olduğu aköz bir silikat solüsyonu formuna sahiptir. Tipik olarak SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen, adımın (a) hazne kalıntısındaki silikat konsantrasyonu 1 ile 15 g/L arasında bulunur. SiO₂ eşdeğeri bakımından ifade edilen, adımın (a) hazne kalıntısı içindeki bu silikat konsantrasyonu avantajlı bir şekilde 10 g/L'den az veya buna eşit ve tercih edildiği üzere 9 g/L'den az 35 veya buna eşittir.

Adımın (a) hazne kalıntısı genel olarak 9 ila 13 düzeyinde olan bir pH değerine sahiptir.

Buluşun prosesinin adımı (b) spesifik olarak, silikanın çöktürme reaksiyonun optimum bir şekilde gerçekleştirildiğinin kanıtlandığı, ortam pH değerinin 7 ila 8 aralığına getirileceği bir şekilde, bir asitleştirme ajanının eklenmesi ile bu pH değerinin azaltılmasından oluşur. "Asitleştirme ajanı" ile hazne kalıntısının pH değerinin azalmasına yol açabilen organik veya mineral bütün asit bileşiği anlaşılmaktadır. Böylelikle, asitleştirme ajanı olarak, avantajlı bir şekilde sülfürik asit, klorhidrik asit veya nitrik asit gibi bir mineral asidi veya asetik asit, formik asit veya karbonik asit gibi bir organik asidi uygulanabilir.

Avantajlı bir şekilde hiçbir elektrolit, proses esnasında, özellikle adımda (a) eklenmez. Elektrolit terimi burada bunun normal kabulünde anlaşılmaktadır, diğer bir deyişle bu, solüsyon halinde olduğunda yüklü partiküllerin veya iyonların oluşturulmasına yönelik olarak bileşenlerine ayrılan veya ayrışan moleküler veya iyonik herhangi bir maddeyi belirtir (yaygın elektrolitler alkali ve toprak alkali metallerin tuzları, özellikle klorhidrik asit ile bir sodyum silikatın reaksiyonu durumunda sodyum klorür veya sülfürik asit ile bir sodyum silikatın reaksiyonu durumunda sodyum sülfat gibi asitleştirme ajanının ve başlangıç silikat metal tuzudur).

Prosesin adımı (b) uygulanan asitleştirme ajanı tercihen, özellikle başlangıç haznesi kalıntısında mevcut silikat bir alkali silikat olduğunda, sülfürik asittir. Genel bir şekilde adımın (b) asitleştirme ajanı en sıklıkla, genellikle 0,25 ile 8 N arasında bulunan normaliteden, tercihen seyreltilmiş, aköz bir solüsyon formunda uygulanır. Böylelikle adımda (b), ortamın pH değerinin azaltılması avantajlı bir şekilde, 10 ile 350 g/L arasında ve tercihen 50 ile 250 g/L arasında bulunan konsantrasyondan aköz bir sülfürik asit solüsyonunun eklenmesi ile gerçekleştirilebilir.

Adımın (b) asitleştirme ajanının gerçek yapısına bakılmaksızın bu asitleştirme ajanı, bunun eklenmesinin 7 ile 8 arasında bulunan bir değere kadar ortamın pH'ının azalmasına yol açacağı bir şekilde uygulanmalıdır. Bu kapsamda uygulanacak asitleştirme ajanının miktarı genel olarak, ekleme esnasında pH değerinin gelişimi ölçülerek uygulamada belirlenir, adımın (b) asitleştirme ajanının eklenmesi, pH aranan değere ulaşana kadar devam ettirilir.

Ayrıca adımın (b) eklemesi tercihen artan bir şekilde, diğer bir deyişle avantajlı bir şekilde, genel kural olarak, 3 ile 60 dakika arasında bulunan, en sıklıkla en az 5 dakikaya eşit ve tercihen en az 10 dakikaya eşit bir süre ile gerçekleştirilir. Bu ekleme süresi bununla birlikte avantajlı olarak 30 dakikadan az olabilir.

5

Adıma (b) yönelik olarak tasarlanabilen özel bir düzenlemeye göre bu adım, gerekli olması halinde, tercihen 90 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta, genel olarak 5 ile 30 dakika arasında bulunan bir süre boyunca ortam gelişmeye bırakılarak gerçekleştirilen bir olgunlaşma prosesini içerebilir, bu olgunlaşmanın akabinde reaksiyon ortamının pH değerinin, gerekli olması halinde, adımdan (b) sonra ortamın pH değerinin 7 ile 8 arasında bulunan ve avantajlı bir şekilde daha önce belirtilen tercih edilen aralıklardaki pH aralığında bulunacağı bir şekilde özellikle bir asitleştirme ajanının eklenmesi ile adapte edildiği göz önünde bulundurulur.

10

15

Bu ile reaksiyonel ortamın pH değerinin, 7 ile 8 olan ve tercih edildiği üzere 7,5 civarına sahip tercih edilen bölge içine getirildiği adımdan (b) sonra, prosesin adımı (c) ilave silikatın uygulanması ile ve spesifik olarak ortamın pH değerinin 7 ile 8 arasında bulunan bölge içinde, tercih edildiği üzere büyük ölçüde sabit bir değerde muhafaza edilmesi ile silikanın çökeltmesine yönelik prosese devam edilmesinden oluşur, bu sabit değer böylelikle tercih edildiği üzere 7,5'e yakın, diğer bir deyişle genel olarak 7,3 ile 7,7 arasında bulunur.

20

Bunu yapmaya yönelik, adımın (c) silikatı sadece silikatı ekleyerek gözlemlenecek pH değerinde artışa karşı gelen, bir asitleştirici ajan ortaklaşa şekilde uygulanır. Tercihen buluşun prosesinin adımı (c), adımda (b) aranan pH ortamına yönelik olarak elde edilmesinden hemen sonra yürütülür.

25

Adım (c) esnasında gerçekleştirilen asitleştirme ajanının ve silikatın "eş zamanlı eklenmesi", avantajlı olarak bu esnada ortamın pH'ının ölçüldüğü ve bu esnada asitleştirme ajanının uygulanması ile bu pH'ın değerinin ayarlandığı ortamda silikatın sürekli eklenmesinden oluşur, bu asitleştirme ajanının uygulanması örneğin, ortamın pH'ı 7 ile 8 arasında bulunan bir kontrol değerinden yüksek hale geldiğinde gerçekleştirilebilir, bu kontrol değeri genel olarak 7,5 civarında sabitlenir. Böylelikle ortamda, genel olarak 7,3 ile 7,7 arasında bulunan, sabit bir değer civarında, büyük ölçüde sabit, diğer bir deyişle avantajlı bir şekilde +/- 0,2 pH birimi (tercihen +/- 0,1 pH birimi) arasında değişiklik gösteren bir pH değeri muhafaza edilir.

30

35

Alternatif olarak adımın (c) eş zamanlı eklenmesi aynı zamanda, ortam içinde asitleştirme ajanının sürekli bir eklenmesinden oluşabilir, pH böylelikle, silikatın uygulanması ile ekleme esnasında ayarlanabilir, silikatın bu uygulanması, burada yine örneğin ortamın pH'ı en sıklıkla 7,5 civarında sabitlenen, 7 ile 8 arasında bulunan bir kontrol değerinden düşük hale geldiğinde gerçekleştirilebilir. Böylelikle aynı zamanda, ortam genel olarak 7,3 ile 7,7 arasında bulunan sabit bit değer civarında, büyük ölçüde sabit, yani avantajlı bir şekilde $\pm 0,2$ pH biriminde (tercihen $\pm 0,1$ pH birimi) değişiklik gösteren bir pH'ta muhafaza edilir.

Yine tasarlanabilen bir diğer düzenlemeye göre adımın (c) eş zamanlı eklenmesi aynı zamanda, bütün ekleme süresi boyunca ortam pH'ının 7 ile 8 arasında ve tercihen 7,2 ile 7,8 arasında bulunacağı bir şekilde hesaplanan debiler ve konsantrasyonlar ile silikatın ve asitleştirme ajanının eş zamanlı bir şekilde sürekli eklenmesinden oluşabilir. Bu durumda ortamın pH'ı genel olarak, tamamen önceden belirtilen aralıkta kalarak, adım (c) esnasında gelişme eğilimine sahiptir, ancak belirli durumlarda, sabit, avantajlı bir şekilde 7,5 civarındaki bir değere büyük ölçüde eşit kalabilir. Bu bağlamda genel olarak, bütün adım (c) boyunca saniye başına uygulanan asitlerin (mol bakımından) fonksiyonlarının miktarına (d_A olarak belirtilir) ve saniye başına uygulanan silikatların (eş değer molar NaOH bakımından ifade edilir) fonksiyonlarının miktarına (d_S olarak belirtilir) karşılık gelen anlık debilerin, d_S/d_A oranının sürekli olarak 1,01 ile 1,09 arasında ve tercihen 1,02 ile 1,07 arasında kalacağı bir şekilde olması tercih edilir. Adımın (c) kesin düzenlemesine bakılmaksızın kullanılan silikat ve asitleştirme ajanı en sıklıkla, adımlarda ((a) ve (b)) uygulananlar ile aynıdır. Böylelikle adımın (c) silikatı tercihen bir alkali silikat, avantajlı bir şekilde sodyum silikattır ve asitleştirme ajanı tercihen güçlü bir mineral asidi, en sıklıkla sülfürik asittir.

Adımın (c) eş zamanlı eklenmesi esnasında ortam içindeki silikat konsantrasyonunun (SiO_2 eşdeğeri bakımından ifade edilir), karakteristik bir şekilde, 35 g/L'den düşük veya buna eşit muhafaza edilmesi gerektiği ölçüde adım (c) esnasında reaksiyon ortamında uygulanan silikat genel olarak, seyreltilmiş diğer bir deyişle avantajlı bir şekilde 10 ile 360 g/L arasında bulunan, tercihen 300 g/L'den düşük ve avantajlı bir şekilde 270 g/L'den düşük, eş değer SiO_2 bakımından ifade edilen, aköz bir solüsyon formundadır ve bu özellikle sodyum silikatlar gibi alkali silikatlar kullanıldığında. Aynı şekilde asitleştirme ajanı en sıklıkla, genel olarak 0,25 ile 8 N arasında ve tercihen 0,5 ile 4 N arasında bulunan bir normaliteye sahip olan seyreltilmiş aköz bir solüsyon formundadır. Böylelikle, adımın (c) asitleştirme ajanı olarak aköz bir sülfürik asit solüsyonunun kullanımının spesifik durumunda, örneğin, solüsyonun konsantrasyonu avantajlı bir

şekilde 25 ile 380 g/L arasında ve tercihen 50 ile 300 g/L arasında bulunur. Silikaların çökeltirme ortamında seyreltilmiş konsantrasyonlarının uygulanması göz önünde bulundurulduğunda, özellikle asitleştirme ajanı ve silikatın reaksiyonuna bağlı olarak, bu ortam içindeki tuz konsantrasyonlarının karakteristik bir şekilde son derece düşük olduğu belirtilmelidir, bu durum uygulanan çökeltirme ortamı içerisinde düşük bir iyonik kuvvet ile açıklanır.

Özel bir teoriye hiçbir şekilde bağlı olmak istenmeksizin, pH değerinin ve uygulanan konsantrasyonların kontrolünün, SiOH yüzey gruplamalarının oluşumunu minimuma indirmeye olanak sağladığı söylenebilir.

- 10 Silikanın oluşturulmasının kontrolünün geliştirileceği bir şekilde, nispeten düşük asitleştirme ajanının ve silikatın debileri ile, diğer bir deyişle en sıklıkla, tercihen 15 ile 300 dakika arasında ve tercihen 30 ile 100 dakika arasında bulunan adımın (c) bir eklenme süresi ile adımın (c) eş zamanlı eklenmesinin gerçekleştirilmesi özellikle avantajlıdır. Bu tür ekleme süreleri aslında genel olarak, yüzeyde son derece düşük Si-
- 15 OH gruplarının oranlarına sahip olan silikaların partiküllerinin elde edilmesine yol açar. Genel bir şekilde buluşun prosesinin adımı (c), 80 ile 100°C arasında bulunan bir sıcaklıkta ve genel olarak adımın (b) eklenmesi ile aynı sıcaklıkta karıştırma altında yürütülür. Böylelikle, adımın (c) uygulanan sıcaklığı avantajlı olarak 90 ile 100 °C arasında bulunabilir ve bu, tercih edildiği üzere 95 °C düzeyindedir.
- 20 Prosesin özel bir varyasyonuna göre ve özellikle gıda, diş macunu, kozmetik veya farmasötikten farklı uygulamalarda kullanılabilen silikaların hazırlanmasına yönelik, reaksiyonel ortamı içine, adım (c) esnasında, tercih edildiği üzere bu adım sonunda (diğer bir deyişle tipik olarak bu adımın son çeyreğine karşılık gelen periyot süresince, genel olarak bu adımın son 5 ila 15 dakikası süresince), alüminyum bazlı bir bileşik,
- 25 tercih edildiği üzere bir alüminyum sülfat gibi bir asit yapılı tuz veya alternatif olarak, bir sodyum alüminat gibi bir bazik yapılı bileşik uygulanabilir. Bu bağlamda uygulanan alüminyum bileşiğinin miktarı genel olarak, reaksiyon ortamının içerisinde Al/SiO₂ oranının, kütlece %0,1 ile 1 arasında bulunacağı şekildedir, bu oran tercih edildiği üzere en fazla %0,6'ya eşittir ve tercihen %0,5'ten az veya buna eşittir.
- 30 Adımın (c) kesin düzenlemesine bakılmaksızın, bu adımdan sonra reaksiyon ortamı spesifik olarak 7 ile 8 arasında ve tercih edildiği üzere 7,5 düzeyinde olan bir pH'tadır.

- 35 Silikaya yönelik olarak tasarlanan uygulamalara bağlı olarak, 3 ila 6,5'lik pH bölgesinde ortamın asitleştirilmesi adımı (d), eklenen asitleştirme ajanının miktarı ile modüle edilebilir. Tercihen adımdan (d) sonra ortamın pH'ı 3,2 ile 5,5 arasında bulunur.

Adımın (d) asitleştirme ajanı farksız şekilde, adımlarda ((b) ve (c)) uygulananlar ile aynı veya bunlardan farklı olabilir. Tercihen adımın (d) bu asitleştirme ajanı, 0,25 ile 8 N arasında bulunan normaliteden aköz bir solüsyon formunda ortam içinde uygulanır. Avantajlı bir şekilde, gerekli olması halinde, genel olarak 25 ile 380 g/L arasında bulunan bir konsantrasyonda aköz bir sülfürik asit solüsyonu bulunur. Buluşun adımlarının ((a), (b), (c) ve (d)) tümü tercih edildiği üzere, proses boyunca 90 ile 100 °C arasında bulunan bir sıcaklıkta ve avantajlı olarak 93 ile 97 °C arasında bulunan bir sıcaklıkta ve daha avantajlı olarak büyük ölçüde 95 °C'ye eşit bir sıcaklıkta yürütülür.

10

Buluşun prosesinin avantajlı bir varyasyonuna göre, adımlar ((c) ve (d)) sonucunda elde edilen aköz silika dispersiyonları, genel olarak gerekli olması halinde ortamın tercih edildiği üzere karıştırma altında 90 ile 100 °C arasında bulunan bir sıcaklıkta, avantajlı olarak 15 ile 240 dakika arasında bulunabilen bir süre boyunca ve tercih edildiği üzere 30 dakikadan fazla bir süre boyunca bırakılması ile yürütülen bir olgunlaşma adımına tabi tutulabilir, olgunlaşma boyunca sıcaklık, tercih edildiği üzere büyük ölçüde sabittir (gerekli olması halinde, avantajlı olarak 95 °C'ye eşittir) veya 90 ile 100 °C arasında değişen bir sıcaklık aralığında artışıdır (genel olarak gerekli olması halinde artış(lar) yoluyla).

20

Adımın (c) sonunda uygulanabilen, özellikle alüminyum sülfat türündeki bir alüminyum bileşiğinin eklenmesinin aynı zamanda adım (d) süresince veya bu adım uygulanırken, sonraki olgunlaşma adımı süresince yürütülebileceği belirtilmelidir. Böylelikle, genel bir şekilde, ortam içine alüminyum bazlı bir bileşiğin bu eklenmesi adım (c) ile adım (e) arasında meydana gelebilir.

25

Prosesin adımları (e) ve (f), global bir şekilde, önceki adımların sonucunda elde edilen dispersiyondan katı form atlında bir silikanın geri kazanılmasından oluşur.

30

En sıklıkla bu adım (e) esnasında, adımdan (d) ve isteğe bağlı sonraki olgunlaşma adımından sonra elde edilen dispersiyon döner bir filtre, bant geçiren filtre veya yine düz bir filtre kullanılarak vakum altındaki bir filtrasyona veya presli filtre üzerinde bir filtrasyona tabi tutulur, bu filtrasyon, bir "silika kekinin" elde edilmesine yol açar. Elde edilen silika keki böylelikle en sık olduğu şekilde, tuz bakımından içeriğinin azaltılacağı bir şekilde, tercih edildiği üzere yeterli ölçüde uzun bir sürede, genel olarak su yoluyla bir yıkama adımına tabi tutulur ve bu akabinde, özellikle adapte edilen bir atomizasyon

35

yoluyla ve örneğin bir türbin, nozül, sıvı veya çift sıvı basınç püskürteç aracılığıyla bir kurutma adımına (f) tabi tutulur.

Bu kapsamda, genel olarak püskürtece kadar pompalanmasını sağlamaya yönelik yeterli ölçüde düşük viskoziteye sahip bir silika bulamacının oluşturulacağı şekilde,

5 önceden silika keki parçalanır.

Buluşa göre, bu bulamaç 1000 °C'de kütlece %82'den fazla, tercih edildiği üzere kütlece en az %84, daha özel olarak kütlece %84 ila 88 bir ısı kaybına sahiptir.

Gerekli olması halinde, parçalama işlemi kekin örneğin bir mekanik aksiyon ve isteğe bağlı olarak bir kimyasal aksiyona (bir asit veya alüminyum bazlı bir bileşiğin eklenmesi) tabi tutularak bilinen bir şekilde gerçekleştirilebilir.

10

En sık olduğu şekilde, bu tür bir parçalama sonucu çıkan düşük viskoziteye sahip bulamaç, doğrudan adıma (f) yönelik bir püskürtece doğru pompalanan bir aköz silika dispersiyonu formuna sahiptir.

15

Adımdan (f) sonra elde edilen kurutulmuş silikalar isteğe bağlı olarak, özellikle doğrudan sıkıştırma ile, nem yoluyla granülasyon (yani su gibi bir bağlayıcının kullanımı ile), ekstrüzyon ile ve tercihen kuru sıkıştırma ile bir aglomerasyon adımına tabi tutulur. Bu son teknik gerçekleştirildiğinde, sıkıştırmaya devam edilmeden önce, bunların içinde bulunan havanın ortadan kaldırılacağı ve daha düzenli bir sıkıştırmanın

20

sağlanacağı bir şekilde toz haline getirilmiş ürünlerin havasının arındırılması (aynı zamanda ön-yoğunlaştırma veya gazdan arındırma olarak adlandırılan işlem) avantajlı olabilir. Aglomerasyon adımından sonra ürünler, örneğin elekten geçirilerek istenen bir boyuta kalibre edilebilir. Elde edilebilen sıkıştırılmış çöktürülmüş silika böylelikle daha fazla granül formuna sahiptir. Gerekli olması halinde, bu granüller, en çeşitli formlara

25

sahip olabilir. Örnek olarak özellikle küre şeklindeki, silindir şeklindeki, dikdörtgen, pastil, plaket, topak, daire kesitli ekstrüde veya çok loblu formlar belirtilebilir. Bu granüllerin ortalama boyutları örneğin 2 ile 20 mm arasında bulunur.

30

Adımın (f) sonucunda elde edilen, akabinde isteğe bağlı olarak aglomere edilmiş silika, tercih edildiği üzere 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahiptir.

Adım (f) sonucunda elde edilen, akabinde isteğe bağlı olarak aglomere edilen silika akabinde mikronize hale getirilebilir veya tercihen, öğütülebilir.

Böylelikle elde edilen silika, tercih edildiği üzere 30 μm 'den az, tercih edildiği üzere 20 μm 'den az, özellikle 5 ile 15 μm arasında, özellikle 8 ile 13 μm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahiptir.

5

Mikronizasyon, bir hava jet öğütücü gibi bir mikronize etme cihazı ile gerçekleştirilebilir.

Öğütme, özel olarak mekanik, örneğin ACM, Forplex tipi bir öğütücü, özellikle çekiçli bir selektör öğütücü yardımıyla gerçekleştirilebilir.

10

Mevcut buluşa göre çökeltme silikaları, dağılıma yönelik oldukça iyi bir kabiliyete sahiptir.

Bunlar özellikle, aşağıdaki kullanımlara yönelik, 30 μm 'den az, tercih edildiği üzere 20 μm 'den az, özellikle 5 ile 15 μm arasında, örneğin 8 ile 13 μm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahip olmaları durumunda, (buluşun 15 birinci varyasyonuna yönelik silikalar) adapte edilir

- ayakkabı tabanlarına yönelik, özellikle berrak(lar) veya yarı berrak(lar) elastomer(ler) bazlı matrislerde güçlendirici yük olarak
- oldukça tatmin edici mekanik özelliklerin bunlara sağlanarak, bunların iyi reolojik 20 özellikler verdiği, silikon(lar) bazlı matrislerde, özellikle sıcakta veya soğukta vulkanize edilebilir silikon elastomer matrislerde özellikle güçlendirici yük olarak

Buluşa göre silikalar, ayakkabı tabanlarının imalatına yönelik amaçlanan, özellikle berrak veya yarı berrak elastomer bazlı matrislerin güçlendirilmesinde özellikle avantajlı 25 bir uygulama bulur; bu dağıtılabilen silikalar, ayakkabı tabanlarının kurucusu niteliğindeki şeffaf veya yarı şeffaf kauçuktan yapılan parçaların konfeksiyonuna yönelik kullanılan şeffaf veya yarı şeffaf matrislerin yüksek şekilde güçlendirilmesine olanak sağlar. Avantajlı şekilde, bunlar oldukça iyi bir şeffaflığa sahip güçlendirilmiş matrislerin elde edilmesine olanak sağlar.

30 Bu türden matriste kullanılabilen buluşa göre silika miktarı genel olarak, elastomer(ler)in ağırlığına göre %10 ile 50 arasında, özellikle %20 ile 40 arasında bulunur.

Buluşa göre silikalar aynı zamanda, elektrik kablolarının kaplaması gibi özellikle bir 35 izolasyon fonksiyonuna yönelik tasarlanan, sıcakta (örneğin HTV silikonlar) veya

- soğukta vulkanize edilebilen elastomer veya macun kıvamında organosilikon bileşimlerin (matrisler) güçlendirilmesinde aynı zamanda avantajlı bir uygulama bulur. Söz konusu silikon bazlı matrisler, özel olarak bir izolasyon fonksiyonuna yönelik tasarlananlar, geri çekilmeden önce ekstrüzyon ile şekillendirilebilir. Buluşun
- 5 silikalarının su alımının düşük değeri, özellikle ekstrüzyon esnasında kabarcıkların oluşumunun engellenmesine veya sınırlandırılmasına olanak sağlar. Silikon bazlı bu matrisler aynı zamanda kalıplama ile şekillendirilebilir. Buluşa göre silikalar avantajlı olarak silikon matrislere, özellikle yıpranmaya direnç, kırılmaya direnç düzeyinde, oldukça iyi elektrik ve mekanik özellikler verir.
- 10 Bu türden bileşim içinde mevcut vulkanize edilebilen organopolisiloksan(lar)ın yapısının yanı sıra vulkanizasyon ajanlarının sahip olduğu ve diğer isteğe bağlı olarak mevcut olan katkı maddelerinin sahip olduğu ile aynı şekilde vulkanizasyon koşulları teknikte uzman kişi tarafından iyi bilinmektedir; bunlar özellikle WO 03/055801başvurusunda açıklanmaktadır.
- 15 Söz konusu silikonlar bazlı matrikslerin güçlendirilmesine yönelik olarak uygulanabilen buluşa göre silika miktarı, silikon macunları söz konusu olduğunda %3 ila 20 veya elastomer yapılı bir bileşim söz konusu olduğunda %5 ila 50, tercihen %10 ila 40 aralığında değişiklik gösterebilir.
- 20 Buluşa göre silikaların olası bir uygulaması, özellikle bunların iyi adsorpsiyon kaapsiteleri ve oldukça tatmin edici bir akışkanlık nedeniyle, likit destek olarak kullanımlarıdır.
- Sıvılar olarak organik asitler gibi organik sıvılar, örneğin iyonik olmayan veya anyonik türden yüzey aktif ajanlar, kauçuk / polimerlere yönelik olarak organik katkı maddeleri,
- 25 pestisitler belirtilebilir.
- Sıvılar olarak tercihen burada özellikle, aromalar, renklendiriciler, sıvı besin takviyeleri (özellikle hayvan yemi (örneğin E vitamini, E vitamini asetatı, kolin klorhidrat)) veya koruyucu ajanları, tercihen karboksilik asitler (örneğin propiyonik asit) gibi sıvı katkı maddeleri kullanılır.
- 30 Buluşa göre bir silika ile oluşturulan bir destek üzerinde emilen en az bir sıvı içeren koşullandırılmış bileşimler tercihen, ağırlıkça en az %50, özellikle ağırlıkça en az %50 ile 75 arasında, örneğin ağırlıkça %50 ile 65 arasında bulunan bir sıvı içeriğine sahiptir.

Ayrıca, buluşun silikaları, çeşitli bileşimler içinde yük ve/veya destek ve/veya ekspiyan

olarak, gıda, kozmetik, farmasötik bileşimler, boya veya kağıt imalatına yönelik bileşimler olarak uygulanabilir.

- Aynı zamanda, örneğin buluşun silikasının ağırlıkça %60'ı civarındaki miktarda, solvent ve/veya yağ desteği olarak, pillere yönelik ayırıcı (« battery separators ») gözenekli membranların imalatına yönelik amaçlanan polimerler bazlı bileşimlerde kullanımı belirtilebilir; desteklenen solvent ve/veya yağ, ekstrüzyon/sıkıştırmadan çıkarıldığında, gözeneklerin bir ağını oluşturur.

- Buluşa göre silika, avantajlı bir şekilde 30 µm ile 20 mm arasında bulunan bir ortalama boyut veya bir medyan partikül çapına sahip olması durumunda (buluşun ikinci varyasyonuna göre silika), macun veya jel formuna sahip olabilen söz konusu bileşimlerin hazırlanması esnasında, dış macunu bileşimleri içine dahil edilebilir ve böylelikle bu bileşimlerin koyulaştırılmasına veya bunlara tekstür getirmeye olanak sağlayabilir.

- Buluşa göre söz konusu silika, ağırlıkça %0,1 ila 20, tercihen %0,5 ila 15, daha özellikle %1 ila 10 oranında dış macunu bileşimi, kıvamlaştırıcı veya tekstüre ajan olarak kullanılabilir.

- Söz konusu dış macunu bileşimi, ilaveten diğer klasik içerik maddeleri, özellikle suda çözünemeyen, mineral aşındırıcı ajanlar, isteğe bağlı olarak diğer koyulaştırıcı ajanlar, nemlendirici maddeler... içerebilir.

- Aşındırıcı ajanlar olarak, özellikle aşındırıcı silikalar, kalsiyum karbonat, hidratlanmış alümin, bentonit, alüminyum silikat, zirkonyum silikat, metafosfatlar ve sodyum, potasyum, kalsiyum ve magnezyum fosfatlar belirtilebilir. Aşındırıcı(lar) tozun(tozların) toplam miktarı, dış macunu bileşiminin ağırlıkça %5 ila 50'si oranını oluşturabilir.

- Diğer koyulaştırıcı ajanlar arasından, söz konusu bileşimin ağırlığınca %5'e kadar değişebilen miktarda, ksantan sakızı, guar sakızı, karragenanlar, selüloz türevleri, aljinatlar... belirtilebilir.

- Nemlendirici ajanlar arasından, örneğin kuru halde ifade edilen dış macunu bileşiminin ağırlığında %2 ila 85'i düzeyinde, tercih edildiği üzere %3 ila 55'i düzeyindeki miktarda, gliserol, sorbitol, polietilen glikoller, polipropilen glikoller, ksilitol belirtilebilir.

Bu bileşimler ilaveten özellikle yüksek aktif ajanlar, deterjan ajanları, renklendiriciler, antibakteriyel maddeler, florlu türevler, opaklaştırıcı maddeler, aroma verici maddeler, tatlandırıcı maddeler, anti tartar, anti plak ajanlar, beyazlatıcı ajanlar, sodyum bikarbonat, antiseptik maddeler, enzimler, doğal özütler (papatya, kekik...) içerebilir.

Aşağıdaki örnekler, bunun kapsamı sınırlandırılmaksızın buluşu açıklamaktadır.

ÖRNEKLER 1-3

10

Opak diş macunu modeli

	– sorbitol (Neosorb 70/70 (ROQUETTE FRERES şirketi))	45
	– polietilen glikol PEG 1500	5
15	– sodyum sakkarinat	0,2
	– sodyum florür	0,08
	– sodyum monoflorofosfat	0,72
	– su	24,2
	– aşındırıcı silika (RHODIA şirketi tarafından pazarlanan Tixosil 63)	10
20	– buluşun silikası	7
	– titan dioksit	1
	– yeşil nane aroması	1
	– köpürtücü ajan (%30 su içinde): Texapon Z 95 P (COGNIS şirketi)	5

25 Bir diş macunu formülasyonunun viskozitesinin ölçümü

Viskozite, 25 mm çapa sahip macun tüpü üzerinde, macunun hazırlanmasından sonra, 37 °C'de belirlenmiş periyotlarda belirlenir.

30 Kullanılan ölçüm materyali, bir helipath cihazı ile donatılı bir Brookfield RVT viskometredir. T - E ölçüm çubuğu, 5 r.p.m.'de (dakika başına tur) kullanılır. Ölçüm, 90 saniyeden sonra azaltılarak gerçekleştirilir.

ÖRNEK 1:

3 bıçaklı sarmal ile bir karıştırma sistemi ve bir pH ve sıcaklık ayarlama sistemi ile donatılan bir reaktör içinde 236 g/L SiO_2 eşdeğerinde 450 g aköz bir sodyum silikat solüsyonu ve 14000 g su uygulanmıştır, kullanılan sodyum silikatın $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ağırlık oranı (Rp) 3,46'dır.

Karıştırmanın (dakika başına 250 tur) başlatılmasından sonra bu şekilde oluşturulan hazne kalıntısı, 95°C'de ısıtılmıştır ve pH, 80 g/L'de aköz bir sülfürik asit solüsyonunun eklenmesi (dakika başına ortalama 61 g/lık debi) ile 11 dakika içinde 7,5'e getirilmiştir.

10

pH değeri 7,5'e ulaştığında, ortamın pH değerine yönelik ölçülen gelişime göre kontrol edilen bir debi ile 80 g/L'lık sülfürik asidin bir aköz solüsyonunun ortam içine eklenmesi yoluyla, ortamın pH değerini 7,5'e (hazır pH'ın 0,1 biriminde) eşit bir değerde muhafaza ederek dakika başına 35 gramlık sabit bir debide (eklenme süresi: 87 dakika), SiO_2 eşdeğerde 236 g/L'ye sodyum silikatın 3045 g'lık bir aköz solüsyonunun (Rp = 3,46) sürekli bir eklenmesine devam edilmiştir. Sonuç olarak, 3383 g'lık sülfürik asit solüsyonu, ortam içine eklenmiştir, bu, dakika başına eklenen 40 gram sülfürik asit solüsyonunun ortalama bir debisine karşılık gelir.

87 dakikalık eklemekten sonra, silikatın eklenmesi durdurulmuştur ve reaksiyonel karışımın pH değerinin 3,6'ya stabilizasyonuna kadar bir asit eklenmesine devam edilmiştir. Solüsyon 5 dakika boyunca karıştırma altında bırakılarak bir olgunlaştırma gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen bulamaç akabinde filtrelenmiştir ve düz bir filtre üzerinde yıkanmıştır, akabinde ısı kaybının %80,5 olduğu elde edilen kek, mekanik olarak 5,5'lik bir pH değerinde parçalanmıştır, akabinde türbin atomizasyon yoluyla kurutulmuştur.

Elde edilen öğütülmemiş kuru silikanın fiziko-kimyasal karakteristikleri, aşağıdaki gibidir:

- pH: 5,9
- medyan partikül çapı: 80 μm
- ultrasondan sonra medyan çap: 31,0 μm
- ultrasondan sonra 51 μm 'den fazla %: 18,6
- NaSO_4 içeriği: kütlece %1,6 (kuru durumdaki materyalin toplam kütesine göre)

- spesifik CTAB yüzeyi: 133 m²/g
- spesifik BET yüzeyi: 143 m²/g
- DOP yağ alımı: 305 ml/100g
- 1000°C'de ısı kaybı: %6,5
- 5 – 105°C'de 2 saat sonra kalıntı su içeriği: % 3,9
- su alımı: % 5,8
- iletim: 1,460 olan bir kırınım indeksinde %80
- paketlenmiş durumda doldurma yoğunluğu (DRT): 0,27 g/ml
- 4 haftadan sonra dış macunu modelinin viskozitesi: 250 mPa.s

10

ÖRNEK 2:

10 µm olan bir medyan partikül çapının elde edileceği şekilde, kurutulmuş ürünü öğütürerek, karşılaştırmalı örnek 1'de açıklanan işlemler tekrar edilir.

15

Elde edilen öğütülmüş kuru silikanın fiziko-kimyasal karakteristikleri, aşağıdaki gibidir:

- pH: 5,9
- medyan partikül çapı: 10 µm
- ultrasondan sonra medyan çap: 7 µm
- 20 – ultrasondan sonra 51 µm'den fazla %: 1,0
- NaSO₄ içeriği: kütleye %1,6 (kuru durumdaki materyalin toplam kütlesine göre)
- spesifik CTAB yüzeyi: 133 m²/g
- spesifik BET yüzeyi: 143 m²/g
- DOP yağ alımı: 315 ml/100g
- 25 – 1000°C'de ısı kaybı: % 7
- 105°C'de 2 saat sonra kalıntı su içeriği C: % 4,4
- su alımı: % 5,9
- iletim: 1,460 olan bir kırınım indeksinde %80
- paketlenmiş durumda doldurma yoğunluğu (DRT): 0,1 g/ml
- 30 – 4 haftadan sonra dış macunu modelinin viskozitesi: 325 mPa.s

ÖRNEK 3:

3 bıçaklı sarmal ile bir karıştırma sistemi ve bir pH ve sıcaklık ayarlama sistemi ile donatılan bir reaktör içinde 236 g/L SiO₂ eşdeğerinde 630 g aköz bir sodyum silikat

35

solüsyonu ve 14000 g su uygulanmıştır, kullanılan sodyum silikatın $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ ağırlık oranı (Rp) 3,46'dır.

5 Karıştırmanın (dakika başına 250 tur) başlatılmasından sonra bu şekilde oluşturulan hazne kalıntısı, 95°C 'de ısıtılmıştır ve pH, 80 g/L'de aköz bir sülfürik asit solüsyonunun eklenmesi (dakika başına ortalama 61 g'lık debi) ile 11 dakika içinde 7,5'e getirilmiştir.

10 pH değeri 7,5'e ulaştığında, ortamın pH değerine yönelik ölçülen gelişime göre kontrol edilen bir debi ile 80 g/L'lık sülfürik asidin bir aköz solüsyonunun ortam içine eklenmesi yoluyla, ortamın pH değerini 7,5'e (hazır pH'ın 0,1 biriminde) eşit bir değerde muhafaza ederek dakika başına 48 gramlık sabit bir debide (eklenme süresi: 75 dakika), SiO_2 eşdeğerde 236 g/L'ye sodyum silikatın 3600 g'lık bir aköz solüsyününün (Rp = 3,46) sürekli bir eklenmesine devam edilmiştir. Sonuç olarak, 3975 g'lık sülfürik asit solüsyonu, ortam içine eklenmiştir, bu, dakika başına eklenen 53 gram sülfürik asit
15 solüsyonunun ortalama bir debisine karşılık gelir.

90 dakikalık eklemekten sonra, silikatın eklenmesi durdurulmuştur ve reaksiyonel karışımın pH değerinin 3,4'ya stabilizasyonuna kadar bir asit eklenmesine devam edilmiştir. Solüsyon 5 dakika boyunca karıştırma altında bırakılarak bir olgunlaştırma
20 gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen bulamaç akabinde filtrelenmiştir ve düz bir filtre üzerinde yıkanmıştır, akabinde ısı kaybının %86 olduğu elde edilen kek, mekanik olarak 5'lik bir pH değerinde parçalanmıştır, akabinde türbin atomizasyon yoluyla kurutulmuştur.

25

Elde edilen öğütülmemiş kuru silikanın fiziko-kimyasal karakteristikleri, aşağıdaki gibidir:

- pH: 5,3
- medyan partikül çapı: 65 μm
- 30 – ultrasondan sonra medyan çap: 22 μm
- ultrasondan sonra 51 μm 'den fazla %: 3,3
- NaSO_4 içeriği: kütlege %1,0 (kuru durumdaki materyalin toplam kütlesine göre)
- spesifik CTAB yüzeyi: 182 m^2/g
- spesifik BET yüzeyi: 185 m^2/g
- 35 – DOP yağ alımı: 340 ml/100g

- 1000°C'de ısı kaybı: %6,5
- 105°C'de 2 saat sonra kalıntı su içeriği: % 3,9
- su alımı: % 5,7
- iletim: 1,460 olan bir kırınım indeksinde %85
- 5 – paketlenmiş durumda doldurma yoğunluğu (DRT): 0,18 g/ml
- 4 haftadan sonra dış macunu modelinin viskozitesi: 615 mPa.s

ÖRNEK 4:

10 3 bıçaklı sarmal ile bir karıştırma sistemi ve bir pH ve sıcaklık ayarlama sistemi ile donatılan bir reaktör içinde 236 g/L SiO₂ eşdeğerinde 450 g aköz bir sodyum silikat solüsyonu ve 14000 g su uygulanmıştır, kullanılan sodyum silikatın SiO₂/Na₂O ağırlık oranı (Rp) 3,46'dır.

15 Karıştırmanın (dakika başına 250 tur) başlatılmasından sonra bu şekilde oluşturulan hazne kalıntısı, 98 °C'de ısıtılmış ve pH, 80 g/L'de aköz bir sülfürik asit solüsyonunun eklenmesi (dakika başına ortalama 61 g'lık debi) ile 11 dakika içinde 7,5'e getirilmiştir.

pH değeri 7,5'e ulaştığında, ortamın pH değerine yönelik ölçülen gelişime göre kontrol edilen bir debi ile 80 g/L'lık sülfürik asidin bir aköz solüsyonunun ortam içine eklenmesi yoluyla, ortamın pH değerini 7,5'e (hazır pH'nın 0,1 biriminde) eşit bir değerde muhafaza ederek dakika başına 35 gramlık sabit bir debide (eklenme süresi: 90 dakika), SiO₂ eşdeğerde 236 g/L'ye sodyum silikatın 3150 g'lık bir aköz solüsyonunun (Rp = 3,46) sürekli bir eklenmesine devam edilmiştir. Sonuç olarak, 3510 g'lık sülfürik asit solüsyonu, ortam içine eklenmiştir, bu, dakika başına eklenen 39 gram sülfürik asit solüsyonunun ortalama bir debisine karşılık gelir.

90 dakikalık eklemekten sonra, silikatın eklenmesi durdurulmuştur ve reaksiyonel karışımın pH değerinin 3,4'ya stabilizasyonuna kadar bir asit eklenmesine devam edilmiştir. Solüsyon 5 dakika boyunca karıştırma altında bırakılarak bir olgunlaştırma gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen bulamaç akabinde filtrelenmiştir ve düz bir filtre üzerinde yıkanmıştır, akabinde ısı kaybının %86,4 olduğu elde edilen kek, mekanik olarak 4,3'lik bir pH değeri parçalanmıştır, akabinde türbin atomizasyon yoluyla kurutulmuştur.

Kurutulan silika akabinde, çekiçli bir selektör öğütücü aracılığıyla öğütülmüştür.

Elde edilen toz formundaki silikanın fiziko-kimyasal karakteristikleri aşağıdaki şekildedir:

- 5
 - pH: 4,6
 - ortalama partikül boyutu : 12 μm
 - NaSO_4 içeriği: kütlece %0,25 (kuru durumdaki materyalin toplam kütlesine göre)
 - spesifik CTAB yüzeyi: 166 m^2/g
- 10
 - spesifik BET yüzeyi: 170 m^2/g
 - DOP yağ alımı: 365 ml/100g
 - 1000°C'de ısı kaybı: % 5
 - 105°C'de 2 saat sonra kalıntı su içeriği: % 2,5
 - su alımı: % 5,8
- 15
 - paketli durumda doldurma yoğunluğu (DRT): 0,08 g/ml