

256614



256614

P A T E N T E
D E
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN SOL SILICEO ACUC-
SO", a favor de la firma española HOUGHTON HISPANIA S.A., do-
miciliada en Barcelona, Calle Ali Bey nº 4.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención realizada con éxito en el ex-
tranjero se refiere a un procedimiento para la preparación
de un sol silíceo acuoso.

5. Mas concretamente este invento se refiere a procedi-
mientos cambiadores de iones y más particularmente a procedi-
mientos para producir soles silíceos acuosos por la separación
de iones metálicos de soluciones acuosas de silicato metálico
en las cuales la solución de silicato metálico se hace fluir
ascendentemente en contacto con un material cambiador de iones
10. en partículas, a velocidad tal que el material cambiador de

256614 17 M



iones en partículas, a velocidad tal que el material cambiador de iones esté suspendido en la solución.

Los procedimientos de cambio de iones se han empleado hasta ahora principalmente con soluciones diluídas para separar

5. proporciones relativamente pequeñas de iones no deseados. En el caso de los ablandadores de agua de zeolita, por ejemplo, el problema consiste en separar dichos iones indeseados en forma de calcio y magnesio, hallándose estos iones presentes por lo general solamente en unos pocos centenares de partes por millón de agua. A tales diluciones, las soluciones fluyen libremente a través de los materiales cambiadores de iones y prácticamente el único problema consiste en regenerar la zeolita una vez que se ha saturado.

15. Más recientemente se han propuesto procedimientos de cambio de iones como medio para producir soluciones químicas, pudiéndose hacer soles silíceos mediante el paso de solución de silicato sódico a través de material cambiador de iones, y pudiendo usarse mayores concentraciones de lo que era costumbre en los procedimientos cambiadores de iones, las soluciones resultaban sin embargo relativamente diluídas, conteniendo aproximadamente del 3 al 3,5% de SiO_2 y la cantidad equivalente de Na_2O como derivada de un silicato sódico que tenía una relación ponderal $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ de 3,25. Las soluciones así diluídas son de utilidad limitada y revelan que las

20. soluciones podrían concentrarse, de preferencia por evaporación en vacío, hasta el 6% de SiO_2 . Para economía en el manejo y en el uso, los soles de sílice deberían contener aún más del 6% de SiO_2 , y resulta evidente que la concentración desde, por ejemplo, 3,5% hasta una concentración práctica de, por

25. ejemplo, 15 o 20% o más implica un gasto indebido por evapo-

- 30.

3- 256614



ración.

La experiencia ha demostrado, sin embargo, que un sol silíceo del 3,5% de SiO_2 es lo más alto que puede hacerse por los métodos habituales de cambio de iones. Tales métodos emplean de ordinario un lecho de resina cambiadora de iones en forma de partículas de 0,02 a 0,2 pulgadas de diámetro medio y hacen pasar la solución hacia abajo por este lecho de resina. Se ha descubierto que con soluciones que contengan más del 3,5% aproximadamente de SiO_2 los canales del lecho, o sea, después de ciclos repetidos, la resina, se conglomerada y queda recubierta con ácido silícico, pasando la circulación por unos pocos canales en lugar de pasar uniformemente sobre todo el lecho. Por consiguiente, la concentración de sílice en el efluente ha quedado limitada hasta ahora y el gasto de evaporación de soluciones muy diluidas ha resultado inevitable.

Ahora bien, en conformidad con el invento que aquí se expone, se ha descubierto que el uso de concentraciones mayores de silicatos metálicos en soluciones para hacer soles silíceos por cambio de iones se vuelve práctico y factible mediante procesos que comprenden el hacer que la solución de silicato metálico fluya ascendentemente en contacto con un material cambiador de iones en partículas, a ritmo tal que el material cambiador de iones esté suspendido en la solución. El sol efluente puede así contener substancialmente más del 3,5% de SiO_2 y los costes de evaporación disminuyen proporcionalmente.

Por un procedimiento de este invento, puede emplearse una solución de silicato metálico, tal como el silicato sódico, que contenga hasta el 6% de SiO_2 y el sol efluente puede así contener hasta el 6% de SiO_2 , sin que exista dificultad alguna por causa de formarse capa en la resina cambiadora de



256614

iones o acanalamiento del lecho.

5. En la práctica del invento, la solución de silicato alcalino empleada puede hacerse disolviendo cualquier silicato metálico soluble, tal como el silicato sódico o el potásico. La solución puede contener otras sales metálicas, tales como aluminato sódico, zincato sódico, estannato sódico o columbato sódico, con lo cual el sol efluente contendrá óxidos coloidales del aluminio, el zinc, el estaño o el columbio, respectivamente. Los procedimientos tiene utilidad particular en las combinaciones en que resultan en sobremedida molestos los problemas de evitar la precipitación y la consiguiente canalización.
- 10.

15. El material cambiador de iones, puede ser cualquier material que sea capaz de abstraer los iones de sodio de las soluciones de silicato sódico. Debe tener forma de partícula, o sed que debe hallarse en tal estado de subdivisión que pueda mantenerse fácilmente suspendido por el flujo ascendente de la solución.

20. En los procedimientos de este invento puede emplearse cualquier cambiador de cationes insoluble, en su forma hidrógena, y puede emplearse por ejemplo la forma hidrógena de los cambiadores carbonáceos sulfonados o de las resinas de fenol-formaldehído insolubles, sulfonadas o sulfitadas, o material húmico tratado por ácidos, u otros cambiadores similares. Pueden emplearse carbón sulfonado, lignina, turba u otro material orgánico húmico sulfonado e insoluble. Todavía más preferible son las resinas insolubles hechas a base de fenoles, tales como las hechas a base del fenol mismo, difenilolsulfona, catecol o fenoles que se presentan naturalmente, como los hallados, por ejemplo, en el quebracho, y un aldehído, particularmente formaldehído, las cuales se modifica por la introducción de
- 25.
- 30.

5- 256614



grupos sulfónicos ya sea en el anillo o en los grupos metilénicos. Cambiadores de cationes que son estables en sus formas hidrógenas son los que se hallan en el comercio bajo los nombres comerciales de "Amberlite", "Ionex", "ZeoKarb", "Walcite", "Ionac", etc.

5.

El cambiador se prepara generalmente en forma granular que se lixivia fácilmente liberándola de ácidos o sales solubles. Si los cambiadores se hallan, totalmente o en parte, en forma de sal, pueden convertirse a sus formas ácidas lavándolos con una solución de un ácido tal como el clorhídrico, el sulfúrico, el fórmico, el sulfámico o similares. Luego puede llevarse arrastrando del producto el exceso de ácido. Una de las resinas cambiadoras de cationes preferidas para emplear en conformidad con el invento que aquí se presenta es un polímero hidrocarburo aromático que se tiene grupos nucleares de ácido sulfónico y se designa con el nombre de "Dowex 50"; pertenece al tipo general descrito en el Journal of the American Chemical Society de Noviembre 1947, volumen 69, número 11, empezando en la página 2850.

10.

15.

20.

En la práctica de este invento, el material cambiador de iones se coloca en un recipiente adecuado y se hace que la solución fluya ascendentemente en contacto con él. De ordinario el recipiente tiene la forma de una columna vertical, de modo que el material cambiador de iones se halle en forma de un lecho de profundidad substancial. Esto asegura la máxima oportunidad de contacto. La altura de la columna debe ser suficiente para permitir la dilatación del lecho cuando está suspendido por el flujo ascendente de la solución. La extensión de suspensión no debe ser grande, sin embargo, y es suficiente que el lecho se halle solo extendido lo necesario para permitir que

25.

30.

256614



las partículas se muevan en torno libremente.

5. El ritmo de flujo o circulación necesario para extender el lecho depende de factores tales como la viscosidad de la solución, el tamaño de las partículas del cambiador de iones y la densidad de la solución. Si se desea, la columna puede estar provista de un cristal de mirilla para poder observar visualmente la extensión de suspensión del material cambiador de iones.

10. Con la práctica de este invento se obtienen ventajas en la fase de cambio de iones tal como se ha descrito antes. Otras ventajas se obtienen en las operaciones cíclicas, tales como las que deben emplearse para la aplicación más económica de los procedimientos de cambio de iones. Así, el paso de la solución de silicato metálico por el cambiador puede ir seguida de un lavado con agua, también en circulación ascendente a un ritmo suficiente para mantener suspendidas las partículas del material cambiador de iones. Esto simplifica la operación de lavado, la hace más eficaz y reduce la cantidad de agua necesaria para el lavado. La práctica preferida es efectuar la fase de cambio de iones e inmediatamente desplazar con agua la solución residual, antes de permitir que las partículas del material cambiador de iones se depositen al contactar unas con otras.

25. La naturaleza de este invento y el modo de su aplicación se entenderán mejor basándose en el ejemplo ilustrativo que sigue.

EJEMPLO.

30. Se compuso una solución de silicato sódico que contenía 4% en peso de SiO_2 diluyendo una solución de vidrio soluble comercial conocido como "Clase F", y que contenía SiO_2 y Na_2O en la relación ponderal de 3,25 : 1. Esta solución



- fluída se hizo pasar luego ascendentemente por una columna que contenía un lecho de una resina cambiadora de iones regenerada por ácido, conocida como "Malcite HCR". Esta resina se hallaba en forma de esferas de un diámetro medio aproximado de 1/16 a 3/16 de pulgada. El ritmo de circulación o flujo se ajustó de modo que la resina estuviera en condición de suspensión determinada por observación visual. La profundidad del lecho de resina era suficiente para separar substancialmente todos los iones de sodio de la solución de silicato sódico en una sola pasada ascendente por la columna.
- 5.
- 10.

El sol silíceo efluente contenía aproximadamente el 4% de SiO_2 y se halló que estaba en condición satisfactoria para concentración a mayor contenido silíceo.

- Por comparación, el mismo equipo y empleando el mismo lecho de resina según el procedimiento ordinario de circulación descendente, se halló que la solución de silicato sódico con 4% de SiO_2 causaba conglutinación excesiva de la resina, con el resultado de que quedaba casi totalmente destruída la eficacia del lecho para cambio de iones.
- 15.

- La invención dentro de su esencialidad, puede ser desarrollada en otras formas de realización que difieran en detalle de la indicada a título de ejemplo, a las cuales alcanzará igualmente la protección que se recaba. Podrá, pues, realizarse con los medios y aparatos más adecuados, por quedar todo ello comprendido dentro del espíritu de las reivindicaciones.
- 20.
- 25.



NOTA

256614

Hecha la descripción del presente invento, lo que se declara como no practicado ni divulgado en España, comprende las siguientes reivindicaciones:

5. 1. Procedimiento para la preparación de un sol silíceo acuoso, por separación de los iones metálicos de una solución acuosa de silicato metálico, que comprende la fase de hacer que la solución de silicato metálico fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de iones en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo tal el ritmo de circulación o flujo que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aparte de la zona de tratamiento.
- 10.
15. 2. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso por separación de los iones de sodio de una solución acuosa de silicato sódico que comprende la fase de hacer que la solución de silicato sódico fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo el ritmo de flujo o corriente tal, que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución, pero no se aparte de la zona de tratamiento.
- 20.
25. 3. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso separando los iones metálicos de una solución acuosa de silicato metálico que comprende las fases de hacer que la solución de silicato metálico fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo el ritmo del flujo o corriente tal, que el material

-9- 256614



5. cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aparte de las zonas de tratamiento, y a continuación, mientras el material cambiador de cationes permanece suspendido, el hacer que fluya ascendentemente agua en contacto con dicho material, a ritmo tal que esté suspendido en el agua, con lo cual se arrastra por lavado el sol silíceo residual.

10. 4. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso separando los iones sódicos de una solución acuosa de silicato sódico que comprende las fases de hacer que la solución de silicato sódico fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo tal el ritmo de flujo o circulación que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aparte de la zona de tratamiento, y a continuación, mientras el material cambiador de cationes permanece suspendido, el hacer que fluya ascendentemente agua en contacto con dicho material, a ritmo tal que éste se halle suspendido en el agua, con lo cual se arrastra por lavado el sol silíceo residual.

20. 5. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso por separación de los iones metálicos de una solución acuosa de silicato metálico, que comprende las fases de hacer que una solución que contiene un silicato metálico disuelto, a concentración equivalente a más de 3,5% de SiO_2 , fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo el ritmo de flujo o circulación tal, que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aparte de la zona de tratamiento.

30. 6. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso

256614



5. por separación de los iones de sodio de una solución acuosa de silicato sódico, que comprende las fases o etapas de hacer que una solución que contiene silicato sódico disuelto a concentración equivalente a más de 5,5% de SiO_2 , fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo tal el ritmo de flujo que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aleje de la zona de tratamiento.
10. 7. Procedimiento para producir un sol silíceo acuoso por separación de iones de sodio de una solución acuosa de silicato sódico, que comprende las fases o etapas de hacer que una solución que contiene silicato sódico disuelto, a concentración equivalente a más de 5,5% de SiO_2 , fluya ascendentemente por una zona de tratamiento y efectúe contacto con un material cambiador de cationes en estado de partículas en la zona de tratamiento, siendo tal el ritmo de flujo que el material cambiador de cationes esté suspendido en la solución pero no se aparte de la zona de tratamiento, y a continuación,
15. mientras el material cambiador de cationes permanece suspendido, el hacer que fluya ascendentemente agua en contacto con dicho material, a ritmo tal que éste se halle suspendido en el agua, con lo cual se arrastra por lavado el sol silíceo residual.
20. 8. Procedimiento para la preparación de un sol silíceo acuoso.

Según se describe y reivindica en la presente memoria que consta de diez páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

30. Madrid, a 17 de marzo de 1.960.

P. a.