



329636

P A T E N T E
D E
I N V E N C I Ó N

a favor de NALCO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, domiciliada en Chicago (Illinois, E. U. A.), 6216 West 66th Place, por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SOLES ACIDOS DE SÍLICE".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a la producción de soles de sílice ácidos, a partir de soluciones de silicatos de metal alcalino, por cambio de iones, y a los productos obtenidos. Más particularmente, el invento se refiere a mejoras en la producción de soles ácidos de sílice con gran contenido de sílice, mejoras que reducen la gelación y las pérdidas de sílice ocasionadas por ella, aumentan el rendimiento de producción y proporcionan nuevos soles que tienen contenidos en sílice no alcanzados hasta ahora para los productos no concentrados o iniciales del cambio de iones

5.

10.



- Los soles ácidos de sílice producidos directamente en concentraciones de sílice relativamente altas por cambio de iones son útiles por lo menos de dos maneras importantes. Un uso importante es como material de partida en
5. la producción de soles alcalinos de sílice muy concentrados, de diversos tamaños de partículas, para diversos usos, por métodos tales como los descritos en las patentes norteamericanas nº 2,574.902 y nº 2,929.790. Los productos finales se usan, por ejemplo, como deslustradores textiles,
 10. agentes antideslizantes y modificadores para los elásticos y los plásticos. En este uso de los soles ácidos, es más ventajoso emplear soles ácidos de concentración relativamente alta, por cuanto se alcanzan aumentos importantes en la capacidad del evaporador, ahorros en el coste de evaporación y mayor producción. Otro uso importante para
 15. los soles ácidos de sílice de gran contenido de sílice es como aglomerante para los materiales cerámicos, tal como se describe en la patente canadiense nº 623.562, a favor de Raymond Reuter. En esta aplicación, es más deseable
 20. que los soles ácidos se empleen en forma no concentrada, tal como se producen inicialmente, por cuanto las propiedades del sol cambian y los soles se vuelven bastante inferiores cuando se los concentra por evaporación.

25. La patente norteamericana nº 2,244.325, a favor de Paul G. Bird, revela un método para producir un sol de sílice coloidal por paso de una solución alimentadora de silicato de metal alcalino, solución que tiene un contenido de SiO_2 o sílice de 3% aproximadamente, por un lecho de



material inter-cambiador de cationes, en forma hidrogenada, con un caudal de 40,7 litros aproximadamente por minuto y por metro cuadrado de sección transversal del lecho. El producto es un sol de ácido de sílice que tiene más o menos el mismo contenido de sílice que la solución alimentadora. Utilizando este método, se ha descubierto que cuando se intenta emplear soluciones alimentadoras más concentradas, con el fin de producir soles ácidos más concentrados, se tropieza con la gelación y con otros problemas.

5. La citada patente canadiense Reuter nº 623.562 expone la producción de soles ácidos de sílice de concentración relativamente alta, útiles como aglomerantes para los materiales cerámicos. Soluciones alimentadoras de silicato de metal alcalino que contienen 7 a 15% de sílice se hacen pasar un lecho de resina inter-cambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, para producir soles ácidos que tienen un contenido de sílice de 6 a 8%. Las soluciones alimentadoras se pasan por la resina inter-cambiadora al ritmo de 124 a 285 litros por minuto y por metro cuadrado de superficie de resina, y pueden emplearse caudales de paso más elevados. El método se lleva a cabo a temperaturas iniciales de 19 a 52°C, y preferentemente de 24 a 27°C. Los soles producidos se alcalinizan a pH 10,5 o más alto, para usar como aglomerantes cerámicos. El método tiene la desventaja de que las pérdidas de sílice son altas, a causa de la gelación. Otra desventaja del método es que el lecho de resina está recubierto y se va atascando con el silicato, lo que exige un lava-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



do cáustico después de la operación de intercambio.

- Se ha expuesto un método mejorado para producir soles ácidos de sílice de concentración relativamente alta por paso de soluciones alimentadoras de silicato de metal alcalino, que contienen de 5 a 8 % de sílice, por un lecho de resina intercambiadora de cationes, en forma hidrogenada, con caudales de unos 163 a 570 litros por minuto y por metro cuadrado de superficie de resina. El sol ácido de sílice efluente se recoge hasta que se ha agotado la capacidad de la resina para intercambiar iones, lo cual se indica por una primera caída en la conductividad del sol efluente. El flujo de solución de silicato queda terminado y la resina se lava con agua en contra-corriente. La resina se regenera con ácido mineral hasta una capacidad de intercambio de cationes de 60% por lo menos, respecto a su rendimiento primitivo. A continuación se enjuaga la resina con agua blanda. Las etapas del método pueden repetirse de manera continua en una serie de ciclos.
- 5.
- 10.
- 15.

- En el uso comercial, el método anterior se ha practicado con soluciones de silicato alimentadores que tenían contenidos de sílice del 6% aproximadamente y con caudales de unos 367 litros por minutos y por metro cuadrado de superficie de resina, para producir soles ácidos de sílice con el mismo contenido de sílice aproximadamente que las soluciones alimentadoras. El lecho de resina se enjuaga normalmente con solución de hidróxido sódico después de cada 200 ciclos de operación. Aunque el procedimiento ha resultado apto para la práctica comercial, se ha tropezado, no
- 20.
- 25.

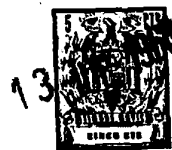


obstante, con dificultades a causa de la gelación en el lecho de resina, que conduce al atascamiento y a problemas de lavado. Tales problemas dificultan la producción y aumentan los costes de mano de obra y de materiales. En vista de estas dificultades, la concentración de la solución de silicato alimentadora se ha mantenido a un máximo de un 6 % de sílice.

5. El invento que aquí se expone resuelve los problemas previamente encontrados en la producción de soles ácidos de sílice con gran contenido de sílice, a partir de soluciones de silicato de metal alcalino, por intercambio de iones, y proporciona un método mejorado para producir soles ácidos de sílice con contenidos de SiO_2 de un 6% a 12% en peso. El invento proporciona también nuevos productos de soles ácidos con gran contenido de sílice, de mayor utilidad y con contenidos de SiO_2 de un 9% a 12% en peso. La producción se mejora evidentemente, y se reduce el coste de obtención de productos comparables. Cuando se emplean los nuevos soles de ácido que contienen de 9 a 12% de SiO_2 se emplean como materiales de partida para la producción de soles alcalinos más concentrados, tal como se ha expuesto antes, se ahorran costes de evaporación proporcionalmente al mayor contenido de sílice y se reducen las necesidades de equipo.

10. Cuando los nuevos soles ácidos se emplean como aglomerantes para materiales cerámicos, producen aglomerantes más duros y más resistentes.

15. De acuerdo con el invento, se produce un sol de



- ácido de sílice con un contenido de un 6% a un 12% en peso de SiO_2 , al que aquí se hace también referencia como "el contenido de sílice", al paso que se reduce al mínimo la gelación de la sílice y los problemas ocasionados por ella, pasando una solución acuosa de un silicato de metal alcalino, solución que tiene un contenido de SiO_2 de un 6% a 12% en peso, correspondiente al contenido deseado del sol ácido, por un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, en condiciones de refrigeración y/o con gran caudal de paso. De preferencia, las condiciones se eligen tales que limiten la gelación de la sílice a un máximo de 2% del contenido de sílice de la solución de silicato alimentadora y, cuando sea deseable, que impidan prácticamente la gelación.
5. Se ha descubierto que la gelación de la sílice puede limitarse en concentraciones de sílice relativamente altas manteniendo una temperatura apropiadamente baja en la zona de intercambio del lecho de resina, zona que de ordinario aumenta de temperatura durante el intercambio y que es la de más alta temperatura. Las temperaturas requeridas exigen la refrigeración, por lo menos durante los meses más cálidos del año, cuando el suministro de agua es proporcionalmente más caliente. Durante los meses más fríos, el agua disponible puede ser suficientemente fría para que el procedimiento se desarrolle a una temperatura baja deseada sin necesidad de refrigeración. Se ha descubierto que por cada grado centigrado en que se reduce la temperatura máxima del lecho de intercambio, la concentración de sílice
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.



de la solución alimentadora y del producto de sol ácido puede aumentarse aproximadamente en el 0,09% sin que se acrecente la gelación. Así pues, la concentración puede aumentarse en 0,9% por cada reducción de 10°C de la temperatura. Del mismo modo, cuando la gelación es mayor de lo deseable en determinadas condiciones de concentración de sílice, temperatura y caudal, se la puede reducir a límites aceptables o impedir prácticamente mediante la disminución de la temperatura en la zona de intercambio.

5.

10.

Las condiciones de refrigeración que se contemplan en este invento pueden establecerse por refrigeración artificial de la solución de silicato alimentadora o de los materiales utilizados para componer la solución, el lecho de resina de intercambio y unos y otro. Los materiales y el lecho pueden estar enfriados previamente y/o enfriarse durante la operación. Para establecer temperaturas convenientemente bajas, pueden incorporarse a la solución de silicato alimentadora, depresores del punto de congelación, incluyendo líquidos orgánicos miscibles con el agua tales como los glicoles y los alcanoles; en particular, el etilenglicol, el propilenglicol, el metanol y el etanol.

15.

20.

Se ha descubierto también que la gelación de la sílice puede limitarse, en concentraciones de sílice relativamente altas, por paso de la solución de silicato alimentadora por la zona de intercambio del lecho de resina, con un caudal apropiadamente alto, correspondiente a un tiempo de permanencia relativamente bajo a la solución en la zona de intercambio, Se ha comprobado que la concen-

25.



- tración de sílice de la solución de silicato alimentadora y del producto de sol ácido puede incrementarse en forma aproximadamente proporcional a la raíz cuadrada del caudal de paso, o aproximadamente proporcional a la recíproca del tiempo de permanencia en la zona de intercambio, sin que aumente la gelación. El aumento permisible de la concentración es del orden de magnitud de un 0,1% para un aumento en el caudal de 218 litros por minuto y por metro cuadrado de sección transversal del lecho, en los caudales de paso más bajos, y la concentración puede aumentarse en coeficientes decreciente a medida que aumenta el caudal de paso. Del mismo modo, el caudal de paso puede aumentarse y el tiempo de permanencia en la zona de intercambio disminuirse para reducir o impedir la gelación cuando es excesiva en determinadas condiciones de concentración de sílice, de temperatura del lecho y de caudal de paso.
- 5.
- 10.
- 15.

- La gelación de la sílice puede también limitarse por una combinación de condiciones de temperatura baja y gran caudal de paso. La selección del método particular que ha de emplearse para producir los soles ácidos de sílice de gran concentración de sílice se basará con frecuencia en condiciones económicas y en la asequibilidad del equipo. Con concentraciones de sílice bajas, puede ser lo más deseable actuar simplemente con alto caudal de paso, o con alto caudal de paso combinado con un pequeño grado de refrigeración. En concentraciones altas, es preferible emplear refrigeración, con caudal alto o sin él.
- 20.
- 25.

Cuando se actúa según el nuevo método, la tempera-



- tura en el lecho de intercambio puede disminuirse hasta donde se desee, en tanto que el silicato se mantenga en solución. El caudal mínimo de paso es preferentemente de unos 244 litros por minuto y por metro cuadrado de sección transversal del lecho, a lo menos, con temperaturas del lecho bajas, y preferentemente de unos 692 litros por minuto y por metro cuadrado de zona de lecho, a lo menos, cuando el lecho está a temperaturas ambientes, en especial las que reinan en los meses cálidos del año, o a temperaturas algo reducidas. El caudal de paso puede aumentarse hasta 4070 litros por minuto y metro cuadrado de superficie del lecho, de preferencia, o más, según los factores económicos y operativos.
- 5.
- 10.

- Los nuevos productos de sol ácido de sílice de este invento, dotados de un contenido de sílice de un 9% a 12% en peso, se producen, según una modalidad preferida del invento, haciendo pasar una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de sílice de un 9% a 12 % en peso por el lecho de resina intercambiadora de cationes, en un caudal de unos 244 a 4020 litros por minuto y metro cuadrado de superficie del lecho y, correspondientemente, a una temperatura máxima del lecho desde unos 82°C, en solución al 9%, hasta unos 4,5°C en solución al 12%, con 244 litros por minuto; y desde unos 49°C, en solución al 9%, hasta unos 16°C, en solución al 12%, con 4070 litros por minuto. En una modalidad específica preferida, se prepara un sol ácido de sílice que tiene un contenido de sílice de 10 % aproximadamente por paso de una
- 15.
- 20.
- 25.



solución de silicato, que tiene un contenido de sílice de 10% aproximadamente, por el lecho de resina intercambiadora de cationes, en caudal de unos 407 litros a lo menos por minuto y por metro cuadrado de superficie del lecho y con una temperatura máxima del lecho de unos 24°C.

5. El producto de sol ácido de sílice tendrá prácticamente concentración de sílice igual, pero ligeramente menor, que la solución de silicato alimentadora. Existe un ligero descenso en la concentración, de 0,1% aproximadamente, debido a la formación de agua y a la contracción de la resina intercambiadora, con desprendimiento de agua de la resina. Un descenso adicional en la concentración puede producirse a causa de un grado correspondientemente tolerable de gelación. Como se ha expuesto antes, se prefiere limitar la gelación de la sílice a un máximo de 2% aproximadamente de contenido de sílice de la solución alimentadora.

10. Aunque en lo que precede y en lo que sigue se alude al lecho de resina intercambiadora de cationes y a su zona de intercambio, resulta que la región más importante o crítica del lecho es la porción de la zona de intercambio donde el pH de la solución que pasa a través de ella es aproximadamente de 5 a 7,5. O sea que la temperatura y las condiciones de caudal o tiempo de permanencia en esta región de pH variable son importantísimas por lo que atañe a la gelación y a la prevención de la gelación. El lecho de resina intercambiadora a que se ha hecho referencia contempla la columna usual de resina compacta o no dila-



tada, por la cual se pasa una solución. También se contempla que el método pueda efectuarse en un lecho expansionado o fluidificado, en cuyo caso los caudales específicos se ajustan para tomar en cuenta las diferencias en los espacios huecos del lecho.

- 5.
- De los silicatos de metal alcalino, el silicato sódico es el de más fácil asequibilidad y el preferido aunque pueden emplearse otros silicatos. El silicato sódico es asequible en soluciones acuosas que contienen alrededor de 28% de SiO_2 . La solución de silicato tiene de preferencia una proporción de $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ muy baja, por ejemplo de 1:3 aproximadamente, o menos. Esta solución se diluye con agua blanda o desionizada hasta la concentración de SiO_2 deseada para la solución alimentadora, es decir, hasta 6 % a 12 % en peso, aproximadamente.
- 10.
- 15.

- La resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida es una resina regenerable por ácido, de preferencia del tipo del ácido sulfónico. Resinas típicas preferidas son la Dowex HCR y la Nalcite HCR, copolímeros sulfonados de estireno-divinilbenceno que se preparan tal como se describe en la patente norteamericana nº 2.366.007. Otra resina apta es la caracterizada en el comercio con la designación Amberlite IR-120.
- 20.

- El método de este invento se lleva a cabo según el procedimiento descrito en la solicitud anterior, con las mejoras en el control de la temperatura y en el caudal que se describen aquí. En particular, se prepara una solución acuosa alimentadora de silicato sódico, con un contenido
- 25.



- de SiO_2 de 6 % a 12 % en peso, aproximadamente, diluyendo con agua blanda una solución comercial de silicato sódica más concentrada, tal como la que se ha descrito antes, La solución alimentadora se pasa por un lecho o columna de
5. la resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada. La solución se hace pasar por el lecho en flujo descendente, pero si se desea se la puede hacer pasar por él en corriente ascendente. De preferencia, la solución alimentadora se enfría por medio de refrigeración artificial antes de transferirla al lecho o durante
10. su traslado al lecho, cuando se emplea control por refrigeración. El lecho de resina puede haberse enfriado previamente, por ejemplo mediante un lavado frío o mediante elementos refrigerantes en el lecho, o bien el lecho y la solución que contiene pueden enfriarse durante la operación
15. por medio de elementos refrigerantes contenidos en él. Se ha comprobado que la subida de temperatura durante la operación o el agotamiento de la resina es de unos $5,5^\circ\text{C}$ a concentración de 5 % de sílice y aumenta a medida que
20. aumentan las concentraciones, siendo de unos 17°C a concentración de 10 % de sílice. Es conveniente vigilar la temperatura máxima del lecho cuando la solución se descarga del lecho de resina; pero pueden establecerse en el lecho indicadores de temperatura apropiados.
25. La solución alimentadora se hace circular por medio de bomba a través del lecho, con un caudal elegido del orden de unos 244 a 4070 litros por minuto y metro cuadrado de superficie del lecho. El primer efluente cons-



- tituye el agua de lavado previamente existente en el lecho, y se desecha. Luego se recoge el producto de sol ácido de sílice hasta que se halla agotada la capacidad de intercambio de la resina. El agotamiento se manifiesta por la primera caída en la conductividad del efluente. La operación de intercambio o el agotamiento de la resina se interrumpen cuando la conductividad alcanza un mínimo a continuación de la citada primera caída de la conductividad. El producto de sol ácido de sílice obtenido de esta manera tiene un pH de 2,5 a 4,0, preferentemente. Esta acidez se debe a impurezas salinas, que se convierten en sus ácidos en la etapa de intercambio de iones.
- 5.
- 10.

- La resina se pone en condición para el tratamiento siguiente haciendo pasar en primer término agua por el lecho, con el fin de separar el silicato sódico, que puede recogerse y volverse a utilizar. Luego se lava el lecho con agua en contracorriente, para separar prácticamente todo el silicato sódico no reaccionado que se halla en la resina y mullir el lecho. Se prosigue el lavado hasta que el afluente tiene una alcalinidad inferior a unos 0,428 gramos por litro, y de preferencia entre 0,086 y 0,171 gramos por litro, expresada como CaCO_3 .
- 15.
- 20.

- La resina se regenera con un ácido mineral hasta una capacidad de intercambio de cationes de 60% a lo menos, y preferentemente de 65% a 75%, de su capacidad primitiva. El ácido puede ser cualquier ácido mineral, y de preferencia está diluido, por ejemplo en concentración de 3% a 8%. Un ácido preferido es el ácido sulfurico.
- 25.



13

La resina se lava luego con agua blanda para eliminar el ácido. El lavado se prosigue hasta que la acidez del efluente se ha reducido a menos de unos 0,342 gramos por litro, y de preferencia a 0,086 - 0,258 gramos por litro, expresada como CaCO_3 . El lecho de resina se halla entonces en condiciones para seguir actuando y se le puede aportar solución de silicato alimentadora, para intercambio de iones a fin de producir sol ácido de sílice.

5.

Procediendo según este invento, el ciclo operativo puede repetirse muchas veces en operación continua. Así, por ejemplo, pueden efectuarse unos 200 ciclos de operación entre lavados cáusticos para eliminar el gel acumulado. Sin embargo, puede ser deseable y económico actuar hasta el máximo antedicho de gelación de 2 % de contenido de sílice de la solución alimentadora, en cuyo momento puede ser deseable un lavado cáustico después de cada 5 a 10 pasadas.

10.

15.

El ejemplo que sigue constituye una ilustración del invento que, como se comprende, no se limita al ejemplo ni a las condiciones, proporciones, materiales y modos operatorios que se exponen en él. En dicho ejemplo, las proporciones se entienden en peso si no se indica otra cosa.

20.

EJEMPLO

25.

Se preparó una solución acuosa de silicato sódico a partir de silicato sódico comercial de 1,4 de peso específico, que contenida 28 % aproximadamente de SiO_2 y presentaba una proporción $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$ de 1:3,25. La solu-



ción se diluyó con agua desionizada para formar una solución alimentadora de silicato que contenía 10% de SiO_2 y 3,1 % de Na_2O .

5. En una columna de lucita de 50,8 mm. de diámetro y 20,14 centímetros cuadrados de superficie se estableció un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida. Se llenó la columna hasta una profundidad de 549 milímetros, estableciendo un volumen de lecho de resina de 1,132 litros. La resina era una resina intercambiadora de cationes de copolímero sulfonado de estireno-divinilbenceno, preparada tal como se describe en la patente norteamericana nº 2.366.007 (Dowex HCR). La resina tenía una capacidad total de 1,83 miliequivalentes por mililitro, una capacidad de retención de agua de 53,8 % y un índice de imbibición de la forma sódica a la forma hidrogenada de 6,5%. Para cada uno de los ensayos que se describen más adelante, se usó nueva resina.

20. Se refrigeró la solución alimentadora de silicato y se enfrió preliminarmente el lecho de resina por paso de agua refrigerada, en ambos casos, a $2,2^\circ\text{C}$. La solución alimentadora se hizo pasar por el lecho de resina en sentido descendente, con un caudal de 447 litros por minuto y por metro cuadrado de sección transversal del lecho. La temperatura del efluente de sol ácido de sílice subió hasta un máximo de $22,8^\circ\text{C}$. El agua que al principio existía en el lecho se expulsó mediante la solución alimentadora y se desechó, después de lo cual se recogió el efluente de sol ácido de sílice hasta alcanzar una conductividad mínima



a continuación de la primera caída de conductividad del efluente. Luego se lavó el lecho con agua, para eliminar el silicato que quedaba en él.

5. El sol ácido de sílice producido de la manera que antecede tenía un peso específico de 1,060, correspondiente a un contenido de sílice de 9,8 %. Esto representa una caída en la concentración de 0,1% aproximadamente, a causa de la formación de agua y la contracción de la resina, con desprendimiento de agua, y una caída de 0,1 %
10. aproximadamente a causa de la formación de gel. El lecho de resina estaba limpio y era de fácil paso para la corriente, o sea apto para volver a usarlo de la misma manera en muchos ciclos.

15. Se efectuó otro ensayo de modo análogo al anterior, con la solución alimentadora y el lecho de resina enfriados preliminarmente a 7,8°C, mientras el caudal de la solución alimentadora fué de 244 litros por minuto y por metro cuadrado de superficie de resina. La temperatura del efluente de sol ácido de sílice subió hasta 23,3°C durante el ensayo.
- 20.

25. El producto de sol ácido en el ensayo a 244 litros por minutos presentó un pH de 2,7 y un peso específico de 1,055, correspondiente a un contenido de sílice de 8,9%. El lecho de resina estaba gelificado en forma suelta y se quebró durante el lavado en contracorriente. La pérdida de 10 % del contenido de sílice de la solución alimentadora fué excesiva para un proceso práctico, y la cantidad de gelación requeriría excesivo lavado cáustico para el uso



repetido de la resina. Los resultados demostraron que el caudal de paso era inadecuado a la temperatura del ensayo y que, para resultados aceptables como los obtenidos en el ensayo descrito primeramente, se necesitaba mayor caudal de paso, o menor temperatura, o una combinación de ambas condiciones.

5. Se procedió a un tercer ensayo de la misma manera, pero con la salvedad de que la solución alimentadora de silicato y el lecho de resina estaban a temperatura de 23,9°C y no se habían enfriado preliminarmente. La solución alimentadora se hizo pasar por el lecho con un caudal de 579 litros por minuto y metro cuadrado de superficie del lecho. La temperatura máxima alcanzada en el efluente durante el ensayo fué de 40,6°C.

10. El producto de sol ácido de sílice tuvo un pH de 2,4 y un peso específico de 1,052, correspondiente a 8,5 % de SiO₂. La resina estaba gelificada en forma suelta y se fragmentó con facilidad. La pérdida de un 15% de sílice de la solución alimentadora resultó excesiva para un proceso práctico. Los resultados demostraron que el mayor caudal, de 579 litros por minuto, era insuficiente para un proceso práctico en ausencia de enfriamiento del lecho, y que para un proceso práctico se requerían un mayor caudal y/o una temperatura más baja del lecho.

15. El invento establece así un método nuevo y mejorado para producir soles ácidos de sílice directamente, en grandes concentraciones de sílice. El nuevo método es muy ventajoso para la producción comercial y permite la operación



- prácticamente libre de gel, con reutilización muy prolongada de la resina intercambiadora de iones. Se establecen nuevos productos de sol ácido que contienen del 9 % al 12 % de sílice y que son especialmente útiles en la producción de productos de más alta concentración y mayor tamaño de partícula y como aglomerantes cerámicos.
- 5.

- Aunque se han descrito algunas modalidades preferidas de realización del invento, es evidente que caben diversos cambios y modificaciones en el método y que pueden producirse otros productos específicos de la misma manera, dentro del ámbito del invento. Se entiende que tales cambios, modificaciones y variaciones se abarcan en el ámbito de las reivindicaciones anexas.
- 10.

- . -

N O T A

- Se reivindica como objeto de la presente patente de invención:
- 15.

1. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, caracterizado por el hecho de hacer pasar una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de SiO_2 de 6% a 12 % en peso, aproximadamente, por un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, en condiciones de refrigeración y con un caudal de paso suficiente para limitar la gelación de la sílice a un máximo de 2% en peso, aproximadamente.
- 20.



ximadamente, del contenido de sílice de dicha solución.

2. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, como se define en la reivindicación 1, en el que la citada solución se hace pasar por el citado lecho de resina con un caudal de paso de unos 244 litros, por lo menos, por minuto y metro cuadrado de sección transversal del lecho.

3. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, como se define en la reivindicación 1, en el que la citada solución se hace pasar por el citado lecho de resina con un caudal de paso de unos 692 litros, a lo menos, por minuto y metro cuadrado de sección transversal del lecho.

4. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de hacer pasar una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de SiO_2 de 9 % a 12% en peso, aproximadamente, por un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, con un caudal de paso de unos 244 a unos 4070 litros por minuto y metro cuadrado de sección transversal del lecho, y correspondiente a una temperatura máxima del lecho desde unos 29°C con solución al 9 % hasta unos $-4,5^{\circ}\text{C}$ a solución al 12%, con 244 litros por minuto, y desde unos 49°C con solución al 9% hasta 16°C con solución al 12 %, con 4070 litros por minuto.

5. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, según la reivindicación 1, caracterizado por el



- hecho de hacer pasar una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de SiO_2 del 10% en peso, aproximadamente, por un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, con un caudal de paso de unos 407 litros, a lo menos, por minuto y metro cuadrado de sección transversal del lecho y con una temperatura máxima del lecho de unos 29°C.
- 5.
6. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, por paso de una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de SiO_2 de un 6% en peso, a lo menos, a través de un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de hacer pasar dicha solución por el citado lecho con un caudal de paso de unos 692 litros, a lo menos, por minuto y metro cuadrado de sección transversal del lecho.
- 10.
- 15.
7. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice, por paso de una solución acuosa de un silicato de metal alcalino que tiene un contenido de SiO_2 de un 6% en peso, a lo menos, a través de un lecho de resina intercambiadora de cationes fuertemente ácida, en forma hidrogenada, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de hacer pasar dicha solución por el citado lecho en condiciones de refrigeración.
- 20.
- 25.
8. Procedimiento para la obtención de soles ácidos de sílice.



La presente memoria consta de veintiuna hojas
foliadas escritas a máquina por una sola cara.

Barcelona, 13 de Julio de 1966.

NALCO CHEMICAL COMPANY

p.a.