

339383



339383

MEMORIA DESCRIPTIVA
DE UNA PATENTE DE INVENCION, POR VEINTE AÑOS EN ESPAÑA,
A FAVOR DE MONSANTO CHEMICALS LIMITED, DE NACIONALIDAD
INGLESA, RESIDENTE EN 10-18 VICTORIA STREET - LONDRES
S.W. 1 - INGLATERRA,

s o b r e

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE SOLES DE SILICE"

- 2 339383⁵



La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de soles de sílice, y a nuevas dispersiones coloidales de sílice que pueden obtenerse por el procedimiento.

- 5.- Hasta ahora, se han propuesto varios procedimientos para la producción de soles de sílice en que se dispersa óxido coloidal en un medio acuoso o no acuoso, y es conocida una variedad de aplicaciones para los soles así obtenidos, por ejemplo, como agentes aglutinantes en la producción de
- 10.- moldes refractarios para la fundición de metales. Los soles que se obtienen mediante el nuevo procedimiento de la presente invención son, en realidad, particularmente apropiados para este último uso. Los gelas son útiles como fillers o espesadores en una variedad de composiciones.
- 15.- El procedimiento de la invención está destinado a la producción de un sol de sílice, por el que se hace pasar una corriente eléctrica, a través de un medio líquido que comprende agua y un alcohol monohídrico, que tiene de uno a tres átomos de carbono en la molécula y que contiene ácido
- 20.- sulfúrico o ácido hidroclicórico como electrolito sustentador., utilizando un ánodo que comprende silicio en contacto con el medio líquido. Preferentemente, la cantidad de agua presente en el medio líquido no sobrepasa de un 5% por peso del alcohol.
- 25.- La reacción mediante la cual se forma el sílice se cree que es, esencialmente, una oxidación anódica del silicio, siendo tales las condiciones de formación que las partículas coloidales del sílice se dispersan en el medio líquido. Los gelas de la invención están formados por gelación de
- 30.- los soles.



- Las nuevas dispersiones coloidales de sílice proporcionadas por la presente invención contienen de 1% a un 30% por peso de la composición total del sílice en un medio de dispersión que contiene un alcohol monohídrico que tiene
- 5.- de 1 a 3 átomos de carbono por molécula, hasta un 10% por peso del alcohol del agua y de 0'1% al 10% por peso de la composición total de ácido hidroc্লórico (expresado como 100% HCl) o de un 0'1% a un 15% por peso de la composición total de ácido sulfúrico (expresado como 100% de H₂SO₄).
- 10.- Los alcoholes útiles en el procedimiento comprenden el metanol, etanol, propanol e isopropanol y mezclas de estos alcoholes. La electrolisis procede más fácilmente cuando el alcohol es metanol, pero los soles producidos tienden a ser algo menos estables que los obtenidos utilizando etanol.
- 15.- La formación de soles se produce menos fácilmente en el propanol y el isopropanol que en el etanol, de forma que el etanol es el alcohol generalmente más satisfactorio.
- Según se ha indicado anteriormente, el límite superior preferido para la cantidad de agua presente en el medio
- 20.- líquido es del 5% del peso del alcohol, pero, en algunos casos, es mayor, por ejemplo: hasta el 10% por peso del alcohol puede estar presente. Con respecto a un límite más bajo, pueden hallarse algunas dificultades si la cantidad de agua es menor del 0'1% por peso del alcohol. La gama preferida de
- 25.- concentraciones va del 0'25 al 5%, con un 0'5 a un 2'5% y más especialmente, del 0'5 al 1% del peso del alcohol, como subgamas más preferidas. Al determinar la proporción óptima en cualquier caso, debe tenerse en cuenta que el agua se consume durante la oxidación anódica y para mantener su
- 30.- concentración dentro de una gama dada quizá sea necesario



añadir agua durante el curso de le electrolisis.

- De los dos ácidos que pueden utilizarse como electrolito, de la invención, el sulfúrico es, generalmente, el más conveniente de utilizar a causa de su baja volatilidad y también es preferido porque proporciona una mayor producción corriente de sílice. El electrolito es, esencialmente, tan sólo un portador corriente y por lo tanto la cantidad utilizada es, usualmente, la mínima requerida para proporcionar una conductividad práctica. Este mínimo depende, evidentemente, de cierto número de factores pero, típicamente, puede ser de alrededor de un 0'1% por peso del medio líquido. Es preferible que la concentración del electrolito en el medio líquido no exceda de un 5% por peso.
- El ánodo utilizado puede consistir en, esencialmente, un silicio puro y pueden utilizarse con todo éxito varios grados semiconductores del material, esto es, silicio en el que, esencialmente, la única impureza es una sustancia añadida en cantidades reguladas para comunicar una conductividad de determinado tipo y magnitud. Sin embargo, no es práctico utilizar silicio que tenga una resistencia específica mayor de 10 ohmios/cm. en el presente procedimiento; por lo general los silicios que tienen resistencias específicas del orden de los 0'005 a 1'0 ohmio/cm son los más satisfactorios. En una resistencia específica dada, el silicio que tiene una conductividad del tipo n proporciona mejores resultados que el material del tipo p de la misma resistencia específica; éste es un efecto que se hace más marcado conforme se va aproximando al límite de resistencia específica práctica de 10 ohmios/cm y tiene escasas consecuencias en la gama de las resistencias específicas más bajas antes indicadas.
- 5.-
- 10.-
- 15.-
- 20.-
- 25.-
- 30.-

339383⁴⁵



- Por razones de orden económico, el ánodo utilizado en el procedimiento de la presente invención se fabrica corrientemente de una mezcla o aleación de silicio más bien que de un grado semiconductor del elemento. Se ha comprobado que los ferrosilicios son particularmente apropiados. El contenido de silicio del ferrosilicio, por ejemplo, puede encontrarse dentro de la gama del 60% al 99% por peso, y en algunos casos típicos, puede encontrarse dentro de las gamas del 70-80%, 90-95% ó 97-99% por peso.
- 5.-
- 10.- Cualquier materia de conductividad inerte puede servir de cátodo. El grafito es un material catódico útil que presenta una ventaja considerable hablando en términos de costo, por encima de los demás materiales funcionales apropiados, como son el platino o la plata.
- 15.- La corriente eléctrica utilizada en el procedimiento de la invención puede ser una simple corriente continua o corriente alterna rectificada, con filtrado o sin él. La densidad de corriente en el ánodo puede hallarse, típicamente, dentro de la gama de 10 a 20 amperios por decímetro cuadrado, aunque es posible una operación a densidades de corriente en una gama más amplia que ésta.
- 20.-
- 25.- Los voltajes de trabajo que no excedan de 70 del voltaje de descomposición son los que se prefieren a causa del hecho de que a voltajes muy altos, se observa cierta tendencia (que aumenta con el voltaje) al óxido, producida por la oxidación del ánodo para formar una capa coherente sobre la superficie del ánodo en lugar de dispersarse como partículas coloidales en el medio líquido. La formación de una capa coherente de óxido va acompañada por un aumento
- 30.- rápido de la resistencia de la pila. Por motivos de índole



económica, el exceso de voltaje sobre el voltaje de descomposición debe mantenerse, en realidad, lo más bajo posible. En la práctica, el voltaje de trabajo se determina por factores tales como el diseño de la pila y la concentración del electrolito, pudiendo ser posibles amplias variaciones. En nuestra experiencia se han obtenido buenos resultados haciendo uso de voltajes del orden de los 10 a los 50 voltios aproximadamente, de exceso del voltaje de descomposición del sistema. Cuando se haga uso de una corriente alterna rectificada sin filtrar o parcialmente filtrada, el voltaje de la raíz media cuadrada es el que hay que considerar al determinar los voltajes de trabajo preferidos según se ha mencionado anteriormente.

La electrolisis puede llevarse a cabo a determinada gama de temperaturas. La forma por lo general más conveniente de operar es equipar a la pila de electrolisis con un condensador de reflujo y llevar a efecto el procedimiento a la temperatura de ebullición del medio líquido. El procedimiento puede efectuarse a temperaturas muy bajas, sin embargo, por ejemplo desde los 10°C hasta el punto de ebullición del medio líquido, pero entonces es, por lo general, necesario proporcionar medios de enfriamiento.

Se consiguen resultados muy perfeccionados cuando el procedimiento comprende un período preliminar de "activación del ánodo", durante el cual se hace pasar una corriente eléctrica a través de la pila con el electrodo que ha de servir de ánodo en el procedimiento de la invención como cátodo.

Los soles que tienen una gama de concentraciones de sílice, por ejemplo del 1 al 15% por peso del sol, pueden



producirse de primera intención gracias al procedimiento de la invención, según la cantidad de ánodo consumido en relación con la cantidad del medio líquido, y éstos pueden ser más concentrados para soles conteniendo hasta un 30% por peso o más de sílice por evaporación del solvente.

5.-

Los soles muestran cierta creciente tendencia a gelificarse mientras se conservan en el almacén, en condiciones atmosféricas normales, conforme aumentan las concentraciones de sílice y ácido. Para una concentración de ácido dada, hay una concentración mínima de sílice por bajo de la cual el sol puede permanecer estable casi indefinidamente y viceversa.

10.-

Las nuevas dispersiones coloidales de sílice que son de más valor en la práctica son aquellas que contienen de un 4 a un 30% por peso de sílice y no más de un 5% por peso de ácido hidroclicórico o ácido sulfúrico. Dentro de

15.-

estos amplios límites, son especialmente útiles en algunos casos las composiciones que contiene, por ejemplo, de un 50 a un 15% o de un 10 a un 25% por peso de sílice y de un 0'2 a 1'0 por ciento por peso de ácido hidroclicórico o de un 3

20.-

a un 5% por peso de ácido sulfúrico. De acuerdo con lo antes expresado, la forma usual de dispersión en que las concentraciones de sílice y de ácido se aproximan a los límites superiores es un gel, mientras que las composiciones en que las concentraciones son relativamente bajas son soles estables.

25.-

Claramente, es factible una amplia gama de soles con estabildades intermedias.

Con respecto al contenido de agua, las dispersiones coloidales de la invención contienen, preferentemente de un 0'25 a un 5% por peso del alcohol del agua.

30.-



La invención se representa mediante los siguientes ejemplos:

EJEMPLO I

5.- Se añadieron 8 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico a 500 cc de etanol industrial conteniendo un 0'4% por peso de agua, lo que proporcionó una disolución que contenía un 0'6% por peso de agua. Esta disolución se colocó en una redóma de cuello múltiple provista de un electrodo de grafito, un electrodo de ferrosilicio (98% Si), un condensador de reflujo enfriado por agua y un tubo de entrada de gas.

10.- Las conexiones eléctricas se establecieron de tal forma que el electrodo de grafito fué el ánodo y el electrodo de ferrosilicio fué el cátodo, y se hizo pasar una corriente de 2'0 amperios durante 10 minutos. Las polaridades de los electrodos se invirtieron luego y se prosiguió la electrolisis durante 15 horas a una corriente de 2'0 amperios y un potencial de equilibrio de 34-50 voltios. Durante este tiempo, se hizo pasar nitrógeno al espacio encima del líquido.

15.- El calor generado fué suficiente para producir el reflujo del disolvente.

20.- El producto fué un sol de sílice de color amarillo pálido claro que pesaba 404'8 gramos y contenía 16'2 gramos (4% por peso) de sílice. El consumo total de electricidad durante el procedimiento fué de 29'6 amperios-hora, correspondiendo a una producción de 0'55 gramos de sílice por amperio-hora.

25.- El voltaje de descomposición del sistema fué de 4⁺ 1 voltios en el reflujo.

30.-

EJEMPLO 2



En este ejemplo se describe la producción de un sol de sílice en metanol.

- 5.- Se colocó una disolución de 2'0 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico en 500 cc de metanol del grado de reactivo analítico, en el aparato descrito en el Ejemplo 1. Se aplicó una diferencia potencial de 20 voltios, con el electrodo de grafito positivo y el electrodo de ferrosilicio negativo, calentándose la disolución al punto o temperatura de ebullición.
- 10.- La corriente inicial de 0'05 amperios se subió a 2'0 amperios durante el período de 68 minutos en que se prosiguió la electrolisis de esta forma, habiéndose efectuado durante ese tiempo más adiciones de un 95% por peso de ácido sulfúrico (una de 2'0 cc al cabo de 5 minutos y otra de 0'5 cc al cabo de 61 minutos.
- 15.- Las polaridades de los electrodos se invirtieron luego y se prosiguió la electrolisis durante 15 horas a una corriente de 2'0 amperios, 1 hora a 1'6 amperios y durante los 37 minutos finales a 1'2 amperios. El voltaje de equilibrio varió de 20 a 48 voltios.
- 20.- Todo el procedimiento se llevó a efecto en una atmósfera de nitrógeno y aparte el calentamiento inicial de la disolución a su temperatura de ebullición, fué suficiente un calentamiento de resistencia por la corriente eléctrica para mantener la disolución a esta temperatura totalmente.
- 25.- El producto fué un sol de sílice de color verde pálido claro con un peso de 391 gramos y conteniendo 17'2 gramos (4'4% por peso) de sílice. El consumo total de electricidad durante el procedimiento fué de 32'8 amperios-hora,
- 30.-



correspondiendo a una producción de 0'52 gramos de sílice por amperio-hora.

EJEMPLO 3

5.- En este ejemplo se describe la producción de un sol de sílice en etanol utilizando ácido hidroclicórico como electrolito.

10.- Se colocó una disolución de 3 cc de un 32% por peso de ácido hidroclicórico acuoso en 500 cc de etanol industrial, en el aparato descrito en el ejemplo 1. Siendo el electrodo de grafito el positivo y el electrodo de ferrosilicio el negativo, se hizo pasar una corriente inicial de 0'4 amperios a un potencial de 50 voltios. Al cabo de 4 minutos, se añadieron 5 cc más de ácido hidroclicórico al 32%. El calentamiento por resistencia produjo la ebullición al 15.- cabo de los 20 minutos y, después de entonces, mantuvo el reflujo.

20.- Entonces se invirtieron las polaridades de los electrodos y se hizo pasar una corriente que varió entre 1'18 y 1'75 amperios a un potencial de 49-78 voltios durante 14'5 horas. A intervalos de una hora, se fueron añadiendo adiciones de 0'5 cc de ácido hidroclicórico y todo el procedimiento se llevó a efecto en una atmósfera de nitrógeno. El producto fué un sol de color verde claró pálido que pesaba 25.- 395'2 gramos y que contenía 4'74 gramos (1'2% por peso) de sílice. El consumo total de electricidad fué de 20'3 amperios-hora correspondiendo a una producción de 0'24 gramos de sílice por amperio-hora.

EJEMPLO 4

30.- En este ejemplo se describe la producción de un sol de sílice en etanol utilizando un electrodo de



ferrosilicio conteniendo de un 70 a un 80% de silicben
contraste con el 98% de silicio en el electrodo de ferrosi-
licio empleado en los ejemplos anteriores.

- 5.- Se colocó una disolución de 8 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico en 500 cc de etanol industrial, en un aparato esencialmente igual que el indicado en el ejemplo 1, pero con un electrodo de ferrosilicio diferente, según se explica antes. Con el electrodo de grafito positivo y el electrodo de ferrosilicio negativo, se hizo pasar una corriente eléctrica durante 10 minutos a un potencial de 30-40 voltios. Durante este tiempo, el calor de la resistencia hizo hervir la disolución y después, la mantuvo en reflujo; la corriente también aumentó de 0'90 a 1'70 amperios. La polaridad de los electrodos se invirtió y se hizo pasar una corriente de 2'0 amperios (con menores fluctuaciones) durante seis horas a un potencial de 40-82 voltios. El procedimiento se llevó a cabo bajo una corriente de nitrógeno.
- 10.- El producto fué un sol de sílice de color paja pálido claro, que pesaba 421'5 gramos y contenía 6'52 gramos (1'55% por peso) de sílice. El consumo total de electricidad en el procedimiento fué de 12'0 amperios-hora, correspondiendo a una producción de 0'54 gramos por amperio-hora.
- 15.-
- 20.-

EJEMPLO 5

- 25.- En este ejemplo, se describe la producción de un sílice en sol de metanol, utilizando ácido hidroclicórico como electrolito.

- 30.- Utilizado el aparato descrito en el ejemplo 1, se aplicó un potencial de 30 voltios entre un cátodo de ferrosilicio (98% Si) y un ánodo de grafito en una disolución de 3 cc de un 32% por peso de ácido hidroclicórico acuoso en



- 500 cc de metanol, produciendo una corriente de 0'95 amperios. Aumentando el potencial a 50 voltios, se produjo una corriente de 1'6 amperios al cabo de 2 minutos, que se aumentó a 2'0 amperios al cabo de 3 minutos más. La corriente se
- 5.- mantuvo a 2'0 amperios durante cinco minutos, durante cuyo tiempo el potencial bajó a 43 voltios. En este punto, el electrodo de grafito se hizo catódico y el electrodo de ferrosilicio, anódico. La electrolisis se prosiguió a 2'0 amperios y al cabo de 5 minutos más se produjo la ebullición
- 10.- y reflujo de la mezcla de electrolitos, debido al calor de resistencia. Se continuó la electrolisis a 2'0 amperios durante 14 horas, en cuyo tiempo el potencial varió en la gama de 37-66 voltios. De cuando en cuando, se invirtió el
- 15.- aumento de potencial conforme proseguía la electrolisis mediante la adición de pequeñas cantidades de ácido hidrocórico. Pasadas las 14 horas se añadió un total de 9 cc de ácido de esta forma. El producto fué un sol de sílice de color verde claro que pesaba 356'7 gramos y que contenía 6'77 gramos de sílice. La electricidad consumida en la reacción fué de 28
- 20.- amperios-hora, correspondiendo a una producción corriente de 0'24 gramos de silicio por amperio-hora.

EJEMPLO 6

- En este ejemplo se describe la producción de un sílice en sol de etanol mediante, esencialmente, el mismo
- 25.- procedimiento que el descrito en el ejemplo 1, pero utilizando un ánodo de ferrosilicio con un contenido de silicio más bajo.

- Se colocaron 500 cc de etanol en el aparato standard equipado en este caso con un electrodo de grafito y un
- 30.- electrodo de ferrosilicio con un contenido de silicio de



- aproximadamente 92% por peso y se mantuvo bajo una corriente de nitrógeno. Se añadieron 6 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico al etanol y se obtuvo una corriente de 0'8 amperios para un potencial aplicado de 30 voltios, siendo las conexiones eléctricas de esta forma: el electrodo de grafito fué el ánodo y el electrodo de ferrosilicio el cátodo. Se añadieron 2 cc más de un 95% por peso de ácido sulfúrico y se mantuvo el potencial a 30 voltios, mientras la corriente se elevó, gradualmente a 1'10 amperios durante 15 minutos mientras se calentó la disolución. En este punto, el electrodo de grafito fué convertido en catódico y el de ferrosilicio en anódico. A 30 voltios, se obtuvo una corriente de 1'65 amperios, con lo que el potencial se aumentó a 42 voltios, para proporcionar una corriente de 2'0 amperios. El potencial se ajustó en la gama de 42-72 voltios durante un tiempo de 6 horas 30 minutos, para dar una corriente constante de 2'0 amperios. Durante ese tiempo, se añadieron 4 cc más de ácido para reducir el potencial necesario para mantener la corriente. El producto obtenido fueron 441 gramos de sol de silicio conteniendo un 1'55% por peso de sílice. La producción de corriente fué de 0'53 gramos de sílice por amperio-hora.
- 5.-
- 10.-
- 15.-
- 20.-

EJEMPLO 7

- Se añadieron 8 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico a 500 cc de etanol industrial en una redoma de cuello múltiple con un cátodo de grafito, un ánodo de ferrosilicio al 95%, un condensador de reflujo, un agitador y un tubo de entrada de gas. Se hizo pasar una corriente de 2 amperios durante 22'5 horas a un potencial de 38-50 voltios, para proporcionar una disolución coloidal de color verde claro pálido de sílice, conteniendo 24'1 gramos de sílice a una
- 25.-
- 30.-



concentración de 5'6% por peso. La producción de corriente del proceso fué de 0'54 gramos de sílice por amperio-hora. Se concentraron muestras del sol de sílice mediante la destilación en un baño de agua, para dar soles conteniendo, respectivamente 11'2% - 15'3% y 20'4% por peso de sílice. Los soles al 15'2% y 20'4% se gelificaron después de reposar a la temperatura ambiente durante 5 días, y el sol al 11'2% se gelificó después de reposar a la temperatura ambiente durante 16 días. Los gelas eran materiales blandos, transparentes. El sol al 5'6% seguía siendo estable al cabo de cinco meses.

EJEMPLO 8

Se colocaron 8 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico y 500 cc de etanol industrial en el aparato descrito en el ejemplo 7 y se electrolizaron a una corriente de 2 amperios y un potencial de 30-40 voltios. Durante la electrolisis el volumen líquido se mantuvo constante mediante adiciones de etanol. Al cabo de 34 horas, el voltaje necesario para mantener una corriente de dos amperios había subido a 50 voltios. Durante las trece horas siguientes, se añadieron 5 cc más de un 95% por peso de ácido sulfúrico y el voltaje se varió de 48 a 58 voltios. En este punto, se interrumpió la electrolisis, ya que se observó la formación de un precipitado blanco pálido. El precipitado pálido se sedimentó para dejar un sol de sílice claro azul-verde, conteniendo un 13'0% por peso de sílice. La producción de corriente de la reacción fué de 0'51 gramos de sílice por amperio-hora como sol. El sol formó un gel blando claro después de reposar durante dos días a la temperatura ambiente.

EJEMPLO 9



- Se añadieron 4 cc de un 95% por peso de ácido sulfúrico a 500 cc de metanol en el aparato del ejemplo 7 y se electrolizaron con una corriente de 2 amperios al potencial de 17-22 voltios durante 19 horas y 45 minutos. El sol
- 5.- casi incoloro producido contenía un 4'9% por peso de sílice. La eficiencia de la corriente fué de 0'40 gramos de sílice por amperio-hora. Se concentraron muestras del sol a un 7'4% y 10'2% por peso de sílice mediante destilación. Al cabo de seis días, ambas muestras se habían gelificado. El sol
- 10.- original al 4'9% por peso se mantuvo estable hasta dos meses después de los cuales se observó una gelación parcial.

N O T A

En resumen, la presente solicitud recaerá sobre las siguientes reivindicaciones.

- 15.- 1ª.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, caracterizado porque se hace pasar una corriente eléctrica a través de un medio líquido que comprende agua y un alcohol monohídrico que tiene de uno a tres átomos de carbono en la molécula y conteniendo ácido sulfúrico o ácido
- 20.- hidroclicórico como electrolito de sustentación, utilizando un ánodo que comprende silicio en contacto con el medio líquido.
- 25.- 2ª.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según la reivindicación primera, caracterizado porque la cantidad de agua en el medio líquido no es mayor de un 5% por peso del alcohol.
- 30.- 3ª.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según la reivindicación segunda, caracterizado porque la cantidad de agua en el medio líquido es de 0'5 a 2'5% por peso del alcohol.



- 4^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a tercera, caracterizado porque el alcohol es metanol o etanol.
- 5^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a cuarta, caracterizado porque la concentración del electrolito en el medio líquido no excede de un 5% por peso.
- 5.- 10.- 6^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a quinta, caracterizado porque el ánodo es esencialmente, silicio puro o ferrosilicio.
- 7^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a sexta, caracterizado porque se lleva a cabo bajo reflujo a la temperatura normal de ebullición del medio líquido.
- 15.- 8^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a séptima, caracterizado porque comprende un período preliminar de "activación del ánodo", durante el cual se hace pasar una corriente eléctrica a través del medio líquido con el electrodo que ha de servir como ánodo en la producción del sol de sílice como cátodo.
- 20.- 9^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a octava, caracterizado porque el medio líquido contiene de 0'5 a 1% por peso del alcohol del agua.
- 25.- 10^a.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según cualquiera de las reivindicaciones primera a novena, caracterizado porque el ánodo es un ferrosilicio que contiene de un 60 a un 99% por peso de silicio.
- 30.-



11ª.- Un procedimiento para la producción de soles de sílice, según la reivindicación décima, caracterizado porque el ánodo es un ferrosilicio conteniendo de un 70 a un 99% por peso de silicio.

5.-

12ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE SOLES DE SILICE.

Según se describe en la presente memoria que consta de diecisiete folios mecanografiados por una sola cara.

Madrid, 15 ABR. 1967