

350245

P.- 37.580

B 2110 FA 101-A RB (SDG)

Memoria descriptiva

6 APR 1968



6 APR

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de GREFCO, INC.

entidad / ~~nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 1520 Locust Street, Filadelfia, Pensilvania,
Estados Unidos de América.

por: " UN PROCEDIMIENTO PARA MEJORAR LAS CARACTERISTICAS DE
RELACION DE FLUJO DE AUXILIARES DE FILTRACION DE PERLITA "



El presente invento se refiere a auxiliares de filtración preparados a partir de perlita, y más particularmente, se refiere a un procedimiento para mejorar las características de caudal de los mismos.

5 Para preparar auxiliares de filtración de perlita, es deseable producir un amplio margen de productos que tengan propiedades de caudal desde lentas hasta rápidas, dependiendo del tipo del líquido que ha de ser filtrado. El procedimiento de este invento ha aumentado el margen de productos
10 auxiliares de filtración de perlita que se pueden hacer disponibles comercialmente para proporcionar propiedades de alto caudal, que filtrarán una gran variedad de líquidos.

15 Los auxiliares de filtración se preparan comercialmente a partir de perlita expandida, la cual a su vez se prepara expandiendo perlita, que es un vidrio volcánico que consiste esencialmente en silicato de aluminio con un contenido de 2 a 5% de agua combinada, en un horno bajo temperaturas controladas dentro del margen de 871°C a 1092°C. Métodos
20 para expandir perlita con una densidad aparente apropiada, por ejemplo, de 32 a 96 g por litro, se describen en las patentes USA núms. 2.601.962 y 2.621.160. Una variedad de auxiliares de filtración de perlita está descrita en la Patente USA 2.665.813, siendo estos materiales de clasificación
25 de tamaños bastante basta con un alto porcentaje de partículas que flotan en agua, pero estos productos no son generalmente apropiados para filtrar líquidos que contienen partículas suspendidas muy finas. Para la filtración de estos últimos, se preparan los auxiliares de filtración de perlita
30 de acuerdo con las enseñanzas de la patente británica



791.993 publicada el 19 de marzo de 1958. De acuerdo con este procedimiento, una perlita expandida que tiene una densidad aparente de aproximadamente 16 a 96 g/litro es molida hasta que el producto está sustancialmente exento de partículas que flotarán en el agua, y después es clasificada con aire en dispositivos bien conocidos en el ramo para producir un margen de productos auxiliares de filtración, caracterizados por tener caudales altos, medios y bajos, útiles para la filtración de líquidos industriales, tales como soluciones de azúcares crudos. Cuando se desea obtener un producto de alto caudal por el procedimiento descrito en la patente británica antes mencionada, se debe hacer mínima la cantidad de partículas que tienen un diámetro medio de partículas menor de 4 micras, y aumentar la fracción de 10 a 40 micras. Esto solo se puede efectuar usualmente eliminando las fracciones menores de 6 micras, o incluso las menores de 10 micras, en la mayor extensión posible, dando como resultado de esta manera una pérdida sustancial de producto, a menos que se puedan encontrar otros usos para los productos finos rechazados.

Un procedimiento para revalorizar los productos auxiliares de filtración de perlita expandida ha sido descrito en la patente USA 3.235.655 de fecha 15 de febrero de 1966. De acuerdo con este procedimiento, un producto auxiliar de filtración de perlita finamente dividido es mezclado con un líquido, con o sin un agente fundente, con el fin de hacer coalescer las partículas, y el producto humectado es calcinado entonces para realizar una sinterización de las partículas de perlita durante la calcinación, aumentando de esta manera las propiedades de caudal del producto. Sin em-



26 ABR 1968

5 bargo, es evidente que el último procedimiento requiere una temperatura de calcinación suficientemente alta con el fin de sinterizar las partículas, afectando de esta manera sus características superficiales y disminuyendo el poder clarificador de los productos.

10 De acuerdo con el presente invento, se crea un procedimiento para mejorar las características de relación de flujo de auxiliares de filtración de perlita, caracterizado por tratar uniformemente a dichos auxiliares de filtración con una solución de un silicato de metal alcalino (M) que tiene una proporción en peso de SiO_2/M_2O mayor de 1,5:1 en una cantidad entre aproximadamente 0,5 y 5,5 en peso de dicho auxiliar de filtración, siendo suficiente la cantidad de dicha solución para humectar uniformemente las partículas de auxiliar de filtración, y calentar el producto auxiliar de filtración tratado resultante a una temperatura suficientemente alta para eliminar sustancialmente todo el disolvente desde el mismo, pero inferior al punto de fusión del producto auxiliar de filtración tratado.

20 Con el procedimiento de este invento, se revalorizan auxiliares de filtración de perlita de la técnica anterior, preparados tal como se describe anteriormente, particularmente en lo que respecta a las características de relación de flujo, sin necesidad de calcinar los productos hasta una temperatura tan alta que las partículas se sintericen. Por el término "auxiliares de filtración de perlita" se entiende un margen de productos preparados de acuerdo con los métodos descritos en las patentes USA 2.665.813 y británica 791.993, anteriormente citadas en esta memoria.

30 Tal como se describirá subsiguientemente con más detalle en



esta memoria, el procedimiento de este invento puede ser utilizado tratando una serie de productos de caudal bajo, medio y alto, tal como están definidos estos términos en la Patente británica 791.993. Un tipo particularmente útil de solución de silicato de metal alcalino es el producto pre-

5 preparado por la Philadelphia Quartz Company y vendido bajo el nombre comercial "N", en que la proporción de SiO_2/Na_2O es de 3,2 a 1. Tal como aparecerá subsiguientemente en la Ta-

10 ble III, se ha encontrado que un margen de soluciones de silicato de sodio que tienen diversos nombres comerciales, y en los que la proporción de SiO_2/Na_2O está entre 2,0 y 3,75:1, es particularmente útil para tratar una variedad de productos auxiliares de filtración de perlita con el fin de producir auxiliares de filtración de perlita recubiertos,

15 que subsiguientemente son calentados bajo condiciones que se describirán en esta memoria. Se ha encontrado que el metasilicato de sodio, $Na_2SiO_3 \cdot 5H_2O$, en el que la proporción de SiO_2/Na_2O es de 1:1 y otros metasilicatos de metal alcalino, no son apropiados para el procedimiento de este inven-

20 to, y la sustitución por estos tipos de silicatos de los descritos y reivindicados aquí, tiene poco efecto, si lo tiene, sobre las partículas del auxiliar de filtración de perlita.

Usualmente, se ha encontrado que partes iguales en peso del auxiliar de filtración de perlita y de la solu-

25 ción de silicato darán resultados satisfactorios. Las partículas y la solución de tratamiento son mezcladas a fondo en una variedad de dispositivos que pueden incluir mezcladores de paletas, mezcladores rotatorios, o recipientes en

30 los que las partículas de auxiliar de filtración de perlita



son fluidificadas o transportadas por aire de otra manera, y la solución es inyectada en el lecho fluidificado o en la corriente de partículas. Después de que las partículas han sido tratadas a fondo y de manera uniforme con la solución estas son secadas para eliminar sustancialmente todo el disolvente. Es esencial que la temperatura de caldeo esté por debajo de la temperatura de fusión incipiente del producto tratado, para evitar la fusión o sinterización del producto. Este tratamiento térmico reduce la solubilidad del producto en sistemas acuosos en el caso en que el producto ha de ser utilizado en casos en que el agua es el disolvente principal. Cuando no es indeseable una ligera solubilidad en agua del producto, el producto puede ser calentado hasta aproximadamente 104°C. Sin embargo, cuando se desea una solubilidad mínima del producto en la solución que ha de ser filtrada, el tratamiento térmico deberá realizarse a temperatura dentro del margen de 260 a 538°C. Las propiedades de caudal del producto auxiliar de filtración de perlita, así tratado, han resultado considerablemente mejoras, en muchos casos en el orden de 100 a 300%, comparado con el producto no tratado.

Por razones de economía, el disolvente empleado para el silicato de sodio es usualmente agua, pero se pueden utilizar otros disolventes, tales como disolventes orgánicos, (es decir alcoholes, cetonas y otros disolventes miscibles en agua, etc) en los que son solubles los productos de silicato de sodio.

Tal como se ha indicado anteriormente, los productos auxiliares de filtración de perlita tratados con la solución de silicato de sodio deben ser calentados con el fin



de hacer mínima la solubilidad del producto auxiliar de filtración en el líquido que ha de ser filtrado. Es esencial que la temperatura de calentamiento no sea tan alta que provoque la fusión o sinterización del producto, lo cual alteraría sus características superficiales y afectaría a sus propiedades de filtración, particularmente en lo que se refiere a la claridad. El producto calentado parece haber sido acondicionado sobre su superficie por el tratamiento con silicato de sodio y forma aglomerados muy débiles de las partículas de auxiliar de filtración, que pueden ser rotos o separados con facilidad, pero que retienen un tamaño y forma característicos inherentes. Las propiedades mejoradas de caudal que se observan en los productos finales no son debidas a ninguna acción fundente que caracteriza a los productos calcinados con fundente de la técnica anterior, sino que es debida aparentemente a un fenómeno electrocinético de las partículas auxiliares de filtración originales causado por el recubrimiento del silicato de sodio que tiene un efecto sobre la carga eléctrica de las partículas de impurezas suspendidas en el líquido que ha de ser filtrado. Por lo tanto, no es necesario moler el producto calentado, sino más bien agitarlo solamente de forma suave para romper los aglomerados débiles que se han formado originalmente.

En los siguientes ejemplos, se prepararon una serie de auxiliares de filtración de perlita que tenían una variedad de caudales, de acuerdo con el procedimiento descrito en la patente británica 791.995. Entonces se introdujo un peso dado del producto de perlita en un recipiente apropiado, y se añadió un peso igual de solución de silicato de sodio, que tenía una proporción de $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ tal como se in-



dica en las Tablas I y III, a las partículas de auxiliar de
filtración de perlita, y esta mezcla fue agitada entonces
durante aproximadamente 15 minutos para humectar uniforme-
mente las partículas. Los productos fueron calentados enton-
ces hasta una temperatura de 104°C, después de lo cual fue-
ron ligeramente impulsados con una escobilla a través de un
tamiz de 50 mallas, para romper los aglomerados débiles.
La Relación de Flujo y de Permeabilidad (RFP) del producto
acabado fue utilizada como un índice de evaluación de la
mejora de las propiedades de caudal de los productos trata-
dos, comparado con los productos testigo (no tratados). Los
valores de RFP son determinados midiendo el tiempo requeri-
do para que una cantidad dada de agua se filtre a través de
un peso dado de producto auxiliar de filtración. El volumen
de filtrado obtenido es comparado entonces con el volumen
de agua filtrada a través del mismo peso de un auxiliar de
filtración de perlita patrón (del tipo 476 fabricado por
la Dicalite División of Grefco, Inc.), habiéndose asignado
a este producto patrón un valor de caudal de 100. En este
procedimiento, se introduce un peso dado del auxiliar de
filtración en un vaso, y se añade una cantidad suficiente
de agua destilada. El auxiliar de filtración es dispersado
en el agua y es vertido en un «tubo de permeabilidad». Este
es un tubo graduado que tiene un trozo de tela de filtro de
lona húmeda estirado a través de un extremo, que está colo-
cado sobre un tapón perforado introducido en un matraz de
filtración de manera que el tubo de permeabilidad esté ali-
neado verticalmente. Al mismo tiempo que se mantiene un va-
cío constante en el matraz de filtración por medio de un re-
gulator de vacío, la suspensión de auxiliar de filtración



es vertida gradualmente en el tubo de permeabilidad. Cuando la torta de filtración está casi completamente formada, se añade una cantidad adicional de agua destilada para llenar el tubo. Se registra el tiempo para el paso de 8 ml. Se lee el volumen de torta con una aproximación de una décima de ml, y registran el vacío, la temperatura, el tiempo y el volumen de la torta. El RFP (porcentaje) se calcula de la siguiente manera:

10

$$\text{RFP (en porcentaje)} = 100 \sqrt{\frac{\text{muestra } K_1}{\text{patrón } K_2}}$$
$$K_1 = \frac{V}{O}$$

- K_2 = constante de permeabilidad
- O = tiempo de paso para 8 ml, en segundos, con vacío y temperatura constantes.
- V = volumen de la torta en ml

15

Como RFP es una relación de flujo de filtración, es una función de la raíz cuadrada de la relación de permeabilidad.

20

Se ha encontrado que los datos de RFP preciden con exactitud el rendimiento del auxiliar de filtración en una variedad de líquidos industriales que han de ser filtrados por el producto.

25

En los siguientes ejemplos, cinco auxiliares de filtración de perlita normalizados (testigos A-E), fabricados de acuerdo con los procedimientos especificados en la Patente británica 791.993, fueron tratados con un peso igual de solución de silicato de sodio marca "N" (Philadelphia Quartz Company), que tiene una proporción de SiO₂/Na₂O de 3,2:1, en las cantidades indicadas. Después de un mezclado a fondo de la solución con la muestra de auxiliar de filtración de

30



perlita, los productos fueron calentados hasta una temperatura de 104° C hasta que quedaron con peso constante, y después fueron impulsados con ayuda de una escobilla a través de un tamiz de 50 mallas para romper los aglomerados débiles. Se determinaron entonces las Relaciones de Flujo y Permeabilidad en agua, y también se obtuvieron los valores de solubilidad en agua de los productos. Los datos aparecen en la Tabla I siguiente. Los datos de RFP para las diversas muestras testigo son comparados con el auxiliar de filtración de perlita tipo 476 patrón previamente mencionado aquí, y que tiene la siguiente distribución de tamaños de partículas:

	<u>Tamaño de partículas (micras)</u>	<u>Porcentaje en volumen</u>
15	0 a 2	5,0
	2 a 6	23,5
	6 a 10	32
	10 a 20	25,0
	20 a 30	8,0
20	+ 50	6,0

Al producto anterior se le asignó un valor de Relación de Flujo y Permeabilidad (RFP) de 100, y está designado como "testigo A" en la Tabla I siguiente. Muestras adicionales de auxiliares de filtración de perlita comerciales, designados como testigos B a E, fueron seleccionadas y tratadas con una solución de silicato de sodio marca "H", en las cantidades indicadas en la Tabla I. Los productos testigo que tenían valores de RFP menores de 100 indican que estos productos contienen un porcentaje de las partículas de auxiliar de filtración muy finas, particularmente de la



6 A

fracción de 0 a 6 micras, mayor que la muestra testigo A; y las muestras testigo que tienen valores de RFP mayores que 100 indican que una menor cantidad de la fracción de 0 a 6 micras está presente en estas muestras, y está presente un mayor porcentaje de las fracciones de mas de 20 micras.

Después de que los productos fueron tratados con la solución de silicato de sodio por el procedimiento antes descrito, se determinaron también los datos de solubilidad en agua de los productos.



TABLA I

Ejemplo nº	Producto	Tratamiento (% en peso)	RFP	Solubilidad en H ₂ O (% en peso)
	Testigo A ^(*)	Ninguno	100	0,9
5	"	2,5	210	1,7
	Testigo B	Ninguno	30	0,7
	"	2,5	56	1,7
	"	5,0	68	2,6
	"	10,0	63	5,1
10	Testigo C	Ninguno	42	0,6
	"	2,5	74	1,8
	"	5,0	89	2,4
	"	10,0	118	5,1
	Testigo D	Ninguno	70	0,5
15	"	0,5	123	-
	"	1,0	156	-
	"	2,5	149	1,6
	"	5,0	156	2,1
	"	10,0	209	6,5
20	Testigo E	Ninguno	118	0,7
	"	2,5	190	1,9
	"	5,0	246	2,4
	"	10,0	236	4,1

(*) Auxiliar de filtración patrón 476.

Los datos anteriores indican que las características de Relación de Flujo y Permeabilidad de los productos auxiliares de filtración de perlita de calidad comercial pueden ser mejoradas sustancialmente, frecuentemente por encima de 100%. Los datos muestran también que si los produc-



U. S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

tos son tratados con más de 5% en peso de silicato de sodio, las propiedades de solubilidad en agua de los productos acabados resultan tal altas que hacen inaceptable al producto para la gran mayoría de las aplicaciones comerciales de filtración. La solubilidad del producto auxiliar de filtración no debería pasar de aproximadamente 2,5%.

Los siguientes ejemplos muestran el efecto de calentar los productos auxiliares de filtración preparados de acuerdo con este invento a diversas temperaturas. En los ejemplos 21 a 23, una muestra del auxiliar de filtración de perlita "testigo A" fue tratada con 2,5% en peso de silicato de sodio de la manera anteriormente descrita en esta memoria, siendo éste el silicato de sodio tipo "H". Los productos tratados fueron calentados a las temperaturas indicadas en la Tabla II, y se obtuvieron los datos de solubilidad en agua, y de RFP.

TABLA II

Ejemplo nº	Temperatura, °C	RFP	Solubilidad en H ₂ O (% en peso)
21	104°C	205	2,5
22	250°C	242	1,8
23	500°C	244	0,7

Los siguientes ejemplos, que aparecen en la Tabla III, muestran la necesidad de mantener la proporción apropiada de SiO₂/Na₂O de acuerdo con el procedimiento del presente invento. Se utilizaron varios tipos comerciales de silicato de sodio (designados en la columna 2 de la Tabla III) manufacturados por la Philadelphia Quartz Company, en las



b A

cantidades indicadas en la columna 4 de la Tabla III, y se obtuvieron los valores de RFP. En esta serie, se emplearon los auxiliares de filtración de perlita comerciales designados como "testigos D y B" en la Tabla I, siendo igual el procedimiento para tratar a estos productos con la solución de silicato de sodio que en el caso de preparar los productos de los ejemplos 1 a 20 de la Tabla I.

TABLA III

Ejemplo nº	Tipo de silicato de sodio	Proporción en peso de SiO_2/Na_2O	Porcentaje en peso de agente de tratamiento	RFP
Testigo D	-	-	-	70
24	S-35	3,75	2,5	200
25	K	2,90	"	182
26	N	3,22	"	171
27	RU	2,40	"	168
28	D	2,0	"	139
Testigo B	-	-	-	30
20	de sodio metasilicato ($Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$)	1,0	2,5	48
30	"	"	5,0	51
31	"	"	10,0	58

A partir de los datos precedentes, se puede observar que el tratamiento de auxiliares de filtración de perlita con metasilicato de sodio da como resultado muy poca mejora del producto en lo que concierne al caudal. Por lo tanto, es esencial que se mantenga una proporción en peso de SiO_2/Na_2O de al menos 1,5:1, con el fin de lograr los resultados beneficiosos descritos y reivindicados aquí.



Aunque las ventajas de los productos preparados de acuerdo con el nuevo procedimiento aquí descrito han sido representadas solo en término de relaciones de flujo y permeabilidad en agua (RFP), se ha encontrado también que los productos tienen igualmente un rendimiento mejorado en la filtración de soluciones brutas de azúcar y otros líquidos industriales, y se conoce que los valores de RFP están bien correlacionados con las características de filtración de la gran mayoría de líquidos industriales que aparecen en el comercio, y que requieren filtración.

Se ha de sobreentender que se pueden utilizar modificaciones de los procedimientos aquí descritos, particularmente para aplicar la solución de silicato a los productos auxiliares de filtración de perlita, y se pueden utilizar otros silicatos de metal alcalino, tales como los de potasio o de litio.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de America, el 13 de febrero de 1967, con el número 622.008, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1ª.- Un procedimiento para mejorar las características de relación de flujo de auxiliares de filtración de perlita, caracterizado por tratar a dichos auxiliares de



filtración uniformemente con una solución de un silicato de metal alcalino (M) que tiene una proporción en peso de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ mayor de 1,5:1, en una cantidad entre aproximadamente 0,5 y 5,6 en peso de dicho auxiliar de filtración, siendo suficiente la cantidad de dicha solución para humectar uniformemente las partículas de auxiliar de filtración y calentar el producto auxiliar de filtración tratado resultante a una temperatura suficientemente alta para eliminar sustancialmente todo el disolvente desde el mismo, pero inferior al punto de fusión del producto auxiliar de filtración tratado.

2^a.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que la proporción de $\text{SiO}_2/\text{M}_2\text{O}$ está entre aproximadamente 2 y 4:1.

3^a.- Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por el hecho de que la temperatura de calentamiento está dentro del margen de aproximadamente 260 a 538°C.

4^a.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el silicato de metal alcalino es silicato de sodio.

5^a.- Un procedimiento para mejorar las características de relación de flujo de auxiliares de filtración de perlita.

tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.



6

Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

6 ABR. 1931

Madrid,

P.A.:

Albino de Elzbas
[Handwritten signature]