

386754



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B.01</u>
SUBCLASE <u>J</u>

MEMORIA DESCRIPTIVA

PATENTE DE INVENCION

DURACION : 20 AÑOS

OBJETO : " UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS"

-----

A favor de : STAUPFER CHEMICAL COMPANY

Domicilio : 299 Park Avenue, NUEVA YORK (U.S.A.)

Nacionalidad : NORTEAMERICANA

-----

Inventor : D. WALTER EARLE KINNE

==...==

386764



5 El presente registro de patente de invención se refiere, tal como enunciado indica, a un procedimiento para producir partículas de metasilicato de sodio anhidroso, uniformes y esféricas, de acuerdo con la descripción que del mismo se realice, que ha de entenderse en su más amplio sentido y no restrictivamente.

10 Este invento aporta un procedimiento para producir partículas de metasilicato de sodio anhidroso, uniformes y esféricas. El procedimiento comprende la aportación de una pluralidad de partículas de metasilicato de sodio anhidroso en una zona de fluidificación poniendo en contacto a las partículas de la zona con una corriente flu-  
yente de aire calentado, para mantener las partículas en un lecho fluidificado denso, y poner en contacto a las  
15 partículas del lecho fluidificado con un licor de metasilicato de sodio acuoso para producir metasilicato de sodio anhidroso cristalizado.

20 Este invento se refiere a la producción de metasilicato de sodio anhidroso y de manera más concreta se refiere a la producción en un lecho fluidificado denso de metasilicato de sodio anhidroso con propiedades físicas mejoradas.

25 Por anhidroso se entiende que el producto o material en cuestión contiene hasta el 3 % de agua aproximadamente.

386764



230

30 El metasilicato de sodio anhidroso que existe  
comercialmente en la actualidad se fabrica manteniendo  
una pluralidad de partículas iniciadoras en un estado-  
agitado, mediante volteo en un cilindro giratorio. Las  
partículas son cubiertas rociando el licor de silica-  
tos sobre las partículas en volteo, con el fin de for-  
mar capas de metasilicato de sodio anhidroso crystaliza  
do. El calor se aplica preferentemente poniendo en con-  
tacto las partículas volteadas con vapor, para deshidra-  
35 tar el metasilicato de sodio, formando así una película  
sólida o cubierta sobre la superficie de partículas. -  
De conformidad con otro método del arte anterior, el -  
metasilicato de sodio anhidroso se fabrica fundiendo -  
juntas las materias primas necesarias, incluida sosa cal  
40 cinada y arena refinada a altas temperaturas. El produc-  
to se enfría y se deja cristalizar en una masa que por -  
lo general incluye todas las impurezas originales de los  
reactivos junto con algunos materiales refractarios de-  
las paredes del horno. La masa de producto cristalizado-  
45 debe ser entonces triturada o molida hasta el tamaño de  
partícula deseado, con el resultado de que el producto  
molido contiene una cantidad considerable de polvo.

50 Las partículas de metasilicato producidas por  
el procedimiento del arte anterior no poseen las propie-  
dades deseadas, es decir no son partículas de metaállica-

386764



to de sodio anhidrosas uniformes y esféricas. Por el contrario, las partículas del arte anterior con de bordes dentados, rugosas, blandas y se desgastan con facilidad en cualquier proceso que puedan ser utilizadas.

55 El objeto principal del presente invento, por lo tanto, es aportar un procedimiento de lecho fluidificado económico para la producción de partículas de metasilicato de sodio anhidroso esféricas y uniformes que tengan una alta resistencia al frotamiento.

60 Otro objeto del presente invento es aportar unas partículas de metasilicato de sodio anhidroso más uniformes y esféricas, con un contenido mínimo de polvo.

Estos y otros objetivos del presente invento se obtienen por lo general de la manera siguiente. Las partículas de metasilicato de sodio anhidroso se mantienen como un lecho fluidificado denso mediante contacto con una corriente de aire calentado fluyendo hacia arriba. El licor de metasilicato de sodio acuoso, en forma finamente dispersada, se pone en contacto con el material particulado y deshidratado, para producir un producto que contiene metasilicato de sodio anhidroso. En la práctica del presente invento se ha descubierto que el producto producido con el lecho fluido posee propiedades físicas sorprendentemente mejoradas, incluida una mayor resistencia al frotamiento, en comparación con los productos ante-

65

70

75

386764



23010

riores.

Ahora se hace referencia al plano que ilustra de forma diagramática, en alzado, una realización del procedimiento del presente invento.

80

Se prepara una solución adecuada de metasilicato de sodio disolviendo el metasilicato de sodio introducido en la línea 6 en agua introducida en la línea 8, a la zona de alimentación de solución 10. Si es necesario, se puede añadir también hidróxido de sodio para buscar la razón molar  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$  del silicato. Con preferencia, la razón molar  $\text{Na}_2\text{O}:\text{SiO}_2$  del silicato se mantiene entre 0,95 y 1,1, aunque para la mayoría de los usos se prefiere la razón de 1,04 a 1,06. Con preferencia, la solución acuosa contiene entre el 40 y el 60 % de metasilicato de sodio en agua. Esta solución pasa a través de la línea 12 a un régimen controlado por medio de una válvula 14 hasta un medio distribuidor adecuado por 16, para su introducción en un lecho de fluido 20. Aunque se puede emplear cualquier medio de distribución adecuado, la preferida es una tobera de doble fluido que utiliza el aire de dispersión introducido a través de la línea 18.

85

90

95

100

El licor de metasilicato de sodio acuoso que se introduce en el lecho de fluido se puede preparar también dirigiendo arena con caústico. La arena es digerida con  $\text{NaOH}$ , a una temperatura elevada entre  $190^\circ$  y  $240^\circ\text{C}$ ,

386764



y bajo una presión de entre 140 y 325 lbs./pulg<sup>2</sup>. En este preparado, se prefiere mantener la temperatura entre 200 y 225°C, y la presión entre 200 y 250 lbs./pulg<sup>2</sup>.

105 Es de advertir que preparando el licor de metasilicato de sodio con este método, es decir dirigiendo arena con NaOH, el licor de metasilicato de sodio acuoso resultante tienen un contenido de carbonato muy bajo, debido a la ausencia de cantidades apreciables de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> en el NaOH, mientras que en el caso de la arena fundida con  
110 sosa calcinada (es decir Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), permanece en el material un residuo de carbonato.

La zona de fluidificación 20 contiene partículas de metasilicato de sodio anhidroso que se mantienen en un estado fluidificado denso por la acción del aire que  
115 fluye hacia arriba a través de la zona. La temperatura de las partículas en la zona de fluidificación densa se mantienen con preferencia a una temperatura entre unos 125° y 350°C, y con mayor preferencia a una temperatura entre 175° y 225°C. La velocidad superficial de los gases fluyentes en la zona de fluidificación se mantiene con preferencia  
120 entre 75 y 200 pies por minuto, a una velocidad superficial suficiente para producir la fluidificación sin transportar el material fuera del lecho de fluido 20. El aire fluidificante calentado es aportado por medio de una  
125 zona de calentamiento de aire 30 que eleva la temperatura

386764

23D



130 del aire con preferencia entre 250° y 1.000°C, y de forma más preferente entre 300° y 600°C, antes de su introducción en la zona de fluidificación 20 a través de la línea 32, la caja de viento 22 y el medio de distribución de aire 24.

135 El nº 21 señala el menisco que separa a la fase diluida 23 de la zona de fluidificación densa 20. El aire de fluidificación y el material particulado arrastrado son retirados en la parte superior en la línea 36 a través del ciclón 38, donde el material particular fino es separado y devuelto a la fase diluida a través de la línea 40. El material gaseoso es pasado a través de la línea 42 a una zona de depuración de aire adecuada 46.

140 En una realización preferida del presente invento, el aire de fluidificación es depurado con un agente adecuado que elimina en esencia todas las partículas finas de silicato del aire, Desde el punto de vista económico se prefiere el agua como agente depurador del aire, aunque se puede emplear cualquier material alcalino adecuado tal como la solución de metasilicato de sodio. El agente depurador se descarga desde la zona 46 en la línea 48. Se ha hallado en la práctica del presente invento que la reutilización del aire a través de la línea 50 a través del compresor 54 es altamente ventajosa desde el punto de vista de mantener concentraciones de dióxido de

150



386764

23 DEC 1949

155 carbono extraordinariamente bajas en el sistema. De esta forma, se ha hallado que las concentraciones de dióxido de carbono en el aire en circulación se pueden mantener a menos de 50 ppm (volumen). Esta concentración de CO<sub>2</sub> ha sido hallada satisfactoria para producir metasilicato de sodio anhidroso con propiedades de solución aceptables tales como la turbidez.

160 La tobera o toberas de distribución 16 se pueden disponer en cualquier forma adecuada para rociar el líquido de alimentación en la zona de fluidificación densa 20. En operaciones a pequeña escala, es conveniente rociar hacia arriba en el lecho denso con el fin de evitar la formación de una costra de material en los lados de la zona de fluidificación 20. Sin embargo, en lechos que tienen un diámetro mayor de 5 ó 6 pies se puede situar una tobera o pluralidad de toberas dispuestas periféricamente de tal manera que rocien en sentido horizontal en general en el lecho fluidificado.

170 El material en partículas es descargado a través de la línea 58 a la zona de tamizado 60 para el fraccionamiento en cortes de la gama de tamaño deseada. El material particulado retirado de la zona de fluidificación contiene partículas con tamaños variables de -10 a + 100 (Tamaños de malla tamizadora normalizados de Estados Unidos). El producto cortado retirado de la línea 67 tiene preferible-

175

386764

230



mente la siguiente distribución de tamaño.

	<u>Nº de tamiz normalizados de Estados Unidos</u>	<u>Porcentaje de distribución</u>
	+ 20	0
	+ 30	32
	+ 40	65
180	+ 60	3
	+ 80	0
	- 80	0.2

El material es enfriado en un enfriador de producto 70 y pasado a través de las operaciones adecuadas de ensacado o envasado, a través de la línea 74. Las partículas finas son separadas en la línea 62. Las partículas finas tienen una gama de tamaño de malla -40 a malla + 100. El material de tamaño excesivo es retirado en la línea 63 y reducido en la zona de trituración 64 a material con una gama de tamaño preferible de malla -40 a malla + 80. El material de la línea 63 y 62 se combina en 66 para ser redistribuido a la zona de fluidificación densa 20 a través de la línea 68. El material de la línea 68 tiene aproximadamente la siguiente distribución de tamaño

	<u>Números de tamiz normalizados en Estados Unidos</u>	<u>Porcentaje de distribución</u>
	+ 40	14
	+ 60	23
	+ 80	13
	+ 170	47
200	- 170	3

386764



205 En la realización preferida de este invento, se desea mantener el contenido de  $\text{CO}_2$  en las soluciones de alimentación a un nivel bajo, es decir inferior al 1,0 % por peso sobre una base seca, y con preferencia entre el 0,3 y el 0,8 %.

210 Ahora se hace referencia a los ejemplos específicos de operaciones que ilustran la práctica del procedimiento del presente invento a una escala de planta piloto. Los ejemplos (1 a 9) que se ilustran en la Tabla 1 que sigue, fueron llevados a la práctica en un aparato similar al ilustrado en el plano y descrito más adelante.

215 En el ejemplo 1, la fuente de calor para calentar el lecho fluidificado fue una corriente de aire calentado directamente, mientras que en los otros ejemplos, es decir el 2 al 9, el lecho fluidificado fue calentado con un calentador de aire eléctrico.

El porcentaje de sólidos y de  $\text{CO}_2$  en la alimentación y producto son por peso y sobre una base seca.

386764

TABLA 1



23 Dic

Ejemplos

Temperaturas(°C)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Alimentación	100	100	100	100	100	50	50	50	50
Aire de admisión	400	340	340	347	330	330	340	350	350
Lecho de fluido	200	200	200	178	180	180	180	200	170
Peso del lecho fluidificado (lbs.)	68	85	80	80	85	85	85	111	85
Régimen de aire fluidificado (pies <sup>3</sup> /minutó)	80	110	120	120	120	120	112	120	120
Régimen de alimentación (lbs)	23,0	23,0	39,0	27,0	24,0*	19,4	18,7	18,8	18,3
Razón de alimentación Na <sub>2</sub> O/SiO <sub>2</sub>	1,0	1,0	1,02	1,16	1,04	1,04	1,04	1,04	1,04
Sólidos de alimentación (%)	45	45	45	45	45	35,0	35,0	52,0	37,8
CO <sub>2</sub> de alimentación (%) (base seca)	0,90	0,90	0,90	0,90	0,90	0,35	0,35	0,35	0,35
HO <sub>2</sub> de producto (%)	1,25	1,88	1,90	2,08	2,31*	2,25	2,20*	2,35	2,44
CO <sub>2</sub> de producto (%)	9,4	2,0	1,9	1,8	1,1	0,51	0,57	0,47	0,52
Turbidez de la solución del producto (10 %) % transmisión de la luz	bajo	bajo	bajo	66,0	67,0	85,0	86,0	86,0	85,0
Densidad del producto (lbs./pie <sup>3</sup> )	61	71	71,2	72,1	70,6*	76,8*	77,3*	77,4*	77,5
Régimen de reutilización. Partículas finas (lbs/h)	6	4,9	11,7	14,2	13,4*	3,1	5,8	4,6	5,0
Régimen de reutilización. Tamaño excesivo (lb/h)	5	3,0	1,5	0,5	0,4*	0,4	0,5	0,6	5,0

\* Aproximado.

386764

23D



220 Segun se muestra en la Tabla 1, las soluciones de producto de los Ejemplos 1 a 5, tienen una alta turbidez, es decir un bajo porcentaje de transmisión de luz, - que se debe directamente a la gran cantidad de  $\text{CO}_2$  y al - insoluble contenido. Con el fin de que sean aceptables, - las soluciones del producto deben tener una transmisión -  
225 de luz de aproximadamente el 85 %.

La turbidez de la solución del producto de los ejemplos 6 a 9 se ha mejorado a causa de la cantidad disminuída o inferior de  $\text{CO}_2$  y de los insolubles contenidos de  $\text{CO}_2$  mayor del 1,0 % no son aceptables puesto que sus -  
230 soluciones son excesivamente turbias. En el ejemplo 4, - la cantidad de  $\text{CO}_2$  de la alimentación se contraatacó mediante la adición de un exceso de hidróxido de sodio. Con una razón molar de 1,10 de sodio a silicato, la turbidez de la solución del producto del ejemplo 4 se mejoró con -  
235 respecto a la de los ejemplos 1 a 3, pero los insolubles en los productos excedían todavía los límites comerciales. Los ejemplos 6 a 9 fueron realizados con el fin de eliminar el  $\text{CO}_2$  lo más posible de la alimentación y del procedimiento. El contenido de  $\text{CO}_2$  fue reducido al 0,35 % en -  
240 la alimentación, es decir el licor de metasilicato de sodio de los ejemplos 6 a 9, a causa de que el metasilicato de sodio fue preparado dirigiendo arena con NaOH, según -

386764



23 DIC 1954

245 se describe arriba y se ilustra en el ejemplo 10 más adelante. También, la razón de sodio a silicato fue ajustada aproximadamente 1,04, según se prefiere de conformidad con el presente invento. Así, según se muestra en los ejemplos 6 a 9, la turbidez fue mejorada mucho y las partículas del producto resultaron aceptables.

250 En el ejemplo 5, se determinó si podía convertirse en contenido más alto de  $CO_2$  en la alimentación en un producto aceptable cuando el aire de fluidificación era puesto de nuevo en circulación en el sistema de lecho del fluido. Dicho procedimiento no mejoró los resultados favorables, como se muestra en la Tabla I.

255 Fueron probadas las partículas de metasilicato de sodio anhidroso producidas de conformidad con el presente invento, en cuanto a la resistencia a la frotación. Los resultados de dicha prueba se recogen con los resultados de pruebas de partículas de metasilicato comercial en la Tabla II.

260 La prueba de frotación se realizó en una unidad similar a un colector de polvo de ciclón con un filtro de plvo de tela y una sección de recogida de bandeja inferior. El efecto del paso de las partículas anhidrosas a través de la unidad es el mismo que el de una máquina transportadora neumática o una máquina mezcladora. Dicho aparato de prueba está previsto más con respecto a la re-

265

386764



sistencia de las partículas anhidrosas a la frotación de superficie que a la dureza real de las partículas.

270 Después de haber sido pasadas a través de la -  
unidad de prueba de frotación, las partículas fueron -  
transferidas a tabiques normalizados para una prueba Ro-  
Tap Tyler de 10 minutos. Esta prueba, los tamaños de ma-  
lla de tamiz son 20, 30, 40, 60, 80 y 100. De conformidad  
con ello, la prueba de tamiz sobre la muestra de la prue-  
ba de frotación se compara con la prueba de tamiz "antes"  
275 de la frotación del material de partícula original.

La prueba de frotación, seguida por la prueba  
de tamiz, ha sido realizada con partículas comerciales de  
metasilicato de sodio anhidroso, en el que las partículas  
están recubiertas con un rociamiento de licor de silicato  
280 en un cilindro giratorio para formar capas de metasilica-  
to de sodio anhidroso. En la Tabla II que sigue, se pro--  
porciona una comparación de los resultados de las prue---  
bas con estas partículas comerciales, con los resultados  
de la prueba sobre partículas producidas en el ejemplo 9.  
285 Los resultados corresponden a las partículas antes y des-  
pués de la prueba de frotación,

386764



TABLA II

NUMEROS DEL TAMIZ	PARTICULAS COMERCIALES (%)		PARTICULAS DEL EJEMPLO 9 (%)	
	ANTES	DESPUES	ANTES	DESPUES
290				
+ 20	0	0	0	0
+ 30	50	33,0	50	44,4
+ 40	50	58,2	50	51,3
295				
+ 60	0	5,7	0	2,6
+ 80	0	0,8	0	0,1
+ 100	0	0,2	0	0,1
- 100	<u>0</u>	<u>2,1</u>	<u>0</u>	<u>1,5</u>
	100,0	100,0	100,0	100,6

300 Como resultado de la prueba de frotación, más de 33 % de las partículas comerciales fueron desgastadas, en comparación con solamente 15% de las partículas del ejemplo 9.

305 Además de la prueba de frotación, pas partículas comerciales y las partículas del ejemplo 9 fueron comparadas con respecto a sus contenidos de polvo respectivos. Los resultados de la comparación mostraron un contenido de polvo de 107 ppm en las partículas comerciales en comparación con un contenido de polvo de solamente 43 ppm en las partículas del ejemplo 9.

310 Estos resultados junto con los aportados en la Tabla II - ilustran que las partículas de metasilicato de sodio del presente invento tienen una resistencia al frotamiento superior al de las partículas comerciales. También, las partículas de este invento son mas - uniformemente esféricas y no tienen bordes dentados como las partículas comerciales.

386764



23 DIC. 1970

315

Descrita suficientemente la naturaleza de la presente invención, se hace constar expresamente que - cualquier modificación de detalle que pudiera introducirse, se considerará incluida dentro de la misma, en - tanto no altere o modifique sustancialmente sus características fundamentales.

320

Por último, se declaran de novedad y propia - invención las siguientes

REIVINDICACIONES

325

1ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS, de alta resistencia a la frotación y un mínimo contenido de polvo, comprendiendo dicho procedimiento:

330

a) La aportación de una pluralidad de partículas dematasilicato de sodio anhidroso en una zona de fluidificación.

335

b) La puesta en contacto de dichas partículas en dicha zona de fluidificación con una corriente fluyendo - hacia arriba de aire calentado, para mantener a dichas partículas en un lecho fluidificado denso; y

c) La puesta en contacto de dichas partículas en el mencionado lecho fluidificado con un licor de metasilicato de sodio acuoso para producir metasilicato de sodio anhidroso cristalizado.

ME

386764



340 2ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS  
DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS  
según la reivindicación 1ª, en el que las partículas de  
dicho lecho fluidificado se mantienen a una temperatura  
entre 125 y 350°C.

345 3ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS  
DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS  
, según la reivindicación 1ª, en el que la velocidad  
superficial de dicho aire calentado que pasa a través de  
la mencionada zona de fluidificación es entre 2.286 y  
6.096 cmts. por minuto.

350 4ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS  
DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS  
según la reivindicación 1ª, en el que dicho aire antes de  
pasar a través de dicha zona de fluidificación se calien-  
ta a temperaturas de aproximadamente 250 a 1.000°C.

355 5ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS  
DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS,  
según la reivindicación 1ª, en el que dicho licor de meta-  
silicato de sodio acuoso contiene entre el 40 y el 60 %  
de metasilicato de sodio en agua.

360 6ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS  
DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS  
según la reivindicación 1ª, en el que dicho licor de meta-

*MCE*

386764



365

silicato de sodio acuoso se prepara digiriendo arena con NaOH a una temperatura elevada entre 190 y 240°C, y bajo una presión entre 140 y 325 lbs/pulg<sup>2</sup>.

370

7ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS, según la reivindicación 1ª, en el que el licor de metasilicato de sodio acuoso contiene menos del 1,0 % por peso de CO<sub>2</sub>.

375

8ª).- UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR PARTICULAS DE METASILICATO DE SODIO ANHIDROSO, UNIFORMES Y ESFERICAS.

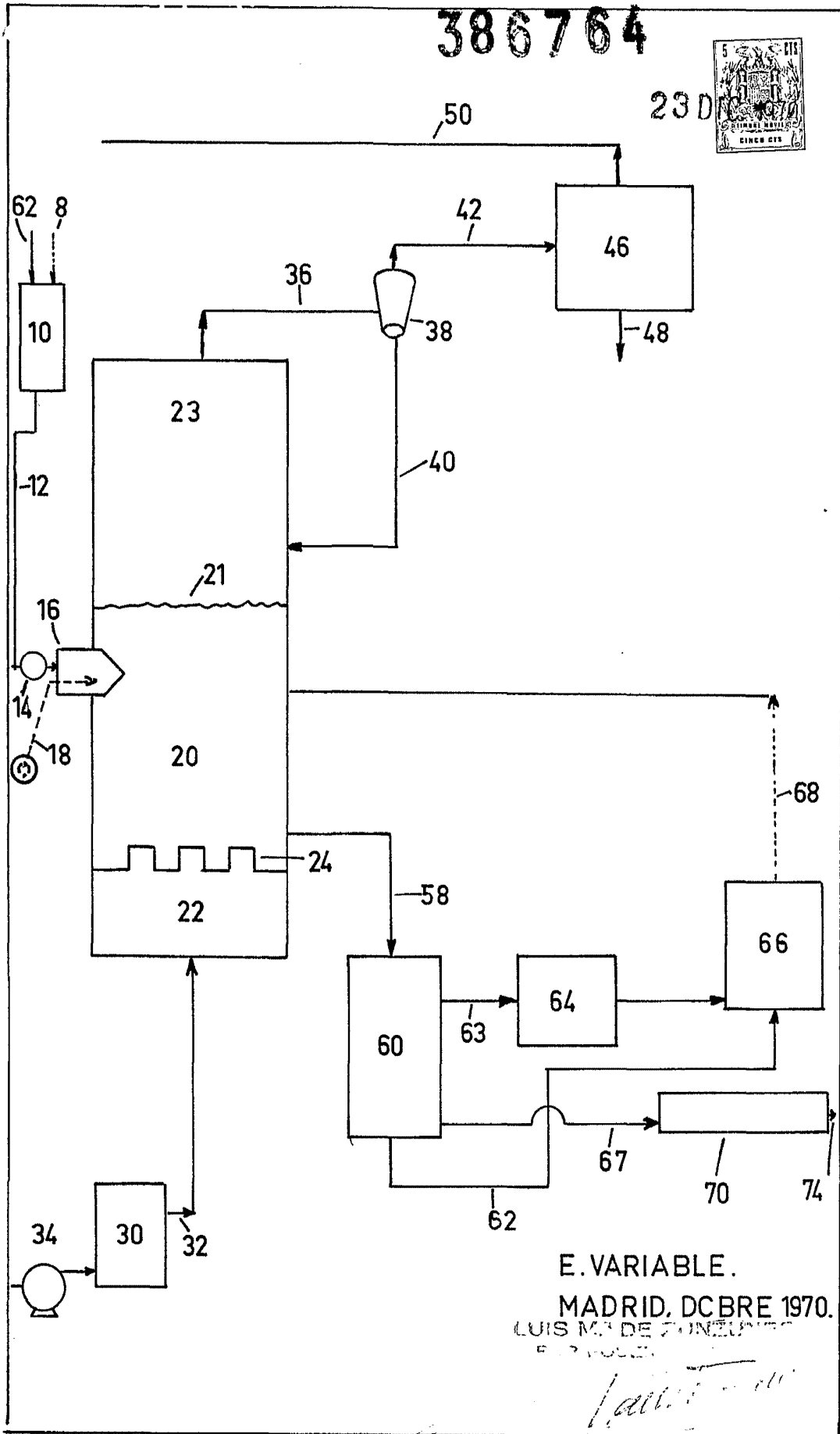
Todo ello, tal y como queda expuesto en la presente memoria descriptiva, que consta de dieciocho hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios y hoja de planos adjunta.

Madrid, 23 de Diciembre 1.970

LUIS M.ª DE ZUNZUNEGUI  
POR PODER

*ME*

386764



E. VARIABLE.

MADRID, DCBRE 1970.

LUIS M. DE ZUNIGUA  
INGENIERO

*Luigi...*