

413499



Int. Cl.:	C.01 B
-----------	--------

P.- 53.775

PL/EL 2039 FH

FC 12-5-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en ESPAÑA

Por VEINTE años

A nombre de DEUTSCHE GOLD-UND SILBER SCHEIDEANSTALT
VORMALS ROESSLER

entidad alemana

establecida en Weissfrauenstrasse 9, Frankfurt (Main),
República Federal Alemana.

Por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE SILICATOS
DE METAL ALCALINO SOLUBLES"

(Clase Internacional Co1b)

413499



El invento concierne a un procedimiento para -
la preparación de silicatos de metal alcalino solubles,
especialmente vidrio soluble sódico, mediante disolución
de ácido silícico finamente dividido en soluciones con--
5 centradas de hidróxidos de metal alcalino, obteniéndose
un vidrio soluble con una proporción de $Me_2O : SiO_2 =$
 $= 1 : > 3,3$.

Los silicatos solubles son preparados usualmente
por fusión de arena u otras formas de ácido silícico
10 con álcalis o sales apropiadas de metales alcalinos o --
por disolución de ácido silícico en forma de arena fina
en soluciones concentradas de hidróxidos de metal alcalino.
Los silicatos de metal alcalino preparados de tal modo
se presentan en general con una proporción de
15 $Me_2O : SiO_2 = 1 : \leq 3,3$.

Debido a las materias primas de partida, los -
silicatos de metal alcalino tienen todavía diferentes impu
purezas. Mientras que la mayor parte de las impurezas --
que pueden estar contenidas en las materias primas son --
20 eliminadas habitualmente mediante una sedimentación, una
parte considerable del hierro puede ser detectada en gene
ral todavía en el producto terminado. Esta impurificaci
ción con hierro en silicatos solubles constituye sin emba
rgo una desventaja para muchas utilizaciones técnicas
25 de estas sustancias, especialmente para el blanqueo de --

413490



g^éneros textiles y para la preparaci^ón de agentes de limpieza y productos qu^ímicos finos as^í como para la preparaci^ón de ácidos silícicos que encuentran utilizaci^ón como materiales de carga para las diferentes finalidades -
5 de éstos. Por esta raz^ón se ha hecho generalmente usual en la preparaci^ón de silicatos indicados para tales fines utilizar s^ólo arenas u otras formas de ácido silícico con bajo contenido de hierro. No obstante, tales sustancias est^án asequibles con frecuencia con menor facilidad que las sustancias que tienen un contenido de hierro
10 relativamente elevado.

Para la preparaci^ón de silicatos de metal alcalino especialmente puros, especialmente para fines cient^íficos, ya se propuso por lo tanto utilizar como producto de partida ácido silícico amorfo qu^ímicamente puro, -
15 obtenido por v^ía pirog^énica. No obstante, esta utilizaci^ón tiene la desventaja de que, a causa del elevado gasto, el silicato de metal alcalino obtenido s^ólo puede ser empleado de manera limitada.

20 El invento parti^ó del establecimiento de la misi^ón de proporcionar un procedimiento para la preparaci^ón de silicatos de metal alcalino solubles, especialmente de vidrio soluble s^ódico, mediante disoluci^ón de ácido silícico finamente dividido en soluciones concentradas -
25 de hidróxidos de metal alcalino, en el que se obtuviesen

413499



productos que por un lado estuviesen ampliamente libres de impurezas, especialmente de hierro, y por otro lado - tuviesen un módulo lo más elevado posible, es decir una proporción de $Me_2O : SiO_2 = 1 : >3,3$.

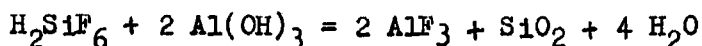
5 La característica del invento ha de ser vista en el hecho de que se calienta a ebullición un ácido silícico residual que contiene flúor, con un contenido de flúor de $< 10\%$ en la sustancia seca y una superficie según BET de $< 100 m^2/g$, especialmente $< 20 m^2/g$, y un contenido de agua libre de $< 40\%$ en peso, preferiblemente -
10 de 30 a 35% en peso, con solución concentrada de hidróxido de metal alcalino en cantidad superior a la estequiométrica a lo largo de un espacio de tiempo de 90 minutos, luego se añade a la suspensión caliente de 1 a 15% en peso
15 de hidróxido de calcio, referido al material entrante para la precipitación de fluoruros y se calienta durante 60 minutos a ebullición, a continuación, con adición de más cantidad de solución concentrada de hidróxido de metal alcalino, se calienta nuevamente a ebullición durante
20 3 horas y se filtra en caliente.

Son especialmente apropiados para la reacción de acuerdo con el invento ácidos silícicos residuales, - tal como se forman por ejemplo a partir de procesos de -
preparación de AlF_3 y de deposiciones de H_2SiF_6 . En la -
25 disgregación con ácido de fosfato bruto para la prepara-

413499



ción de ácido fosfórico, fosfatos y fertilizantes resulta como subproducto tetrafluoruro de silicio que se separa juntamente con los gases de escape. Precipitando en agua se forma a partir de esto el ácido hexafluorosilícico, que puede ser transformado ulteriormente para dar varios compuestos de flúor. En tales procesos para la preparación de Na_3AlF_6 , AlF_3 , NaF , NH_4 y HF resulta fundamentalmente ácido silícico como etapa previa de los procesos, por ejemplo de acuerdo con la siguiente reacción:



El ácido silícico separado tiene, dependiendo del proceso previo y de las condiciones de la separación, 0 a 70% en peso de agua libre.

En el siguiente Ejemplo se explica con más detalle el procedimiento de acuerdo con el invento.

Como material de partida se utiliza un ácido silícico residual procedente de un proceso de preparación de AlF_3 , que tiene 33% de agua libre, 67% de sustancia seca, y 4,0% de F' en la sustancia seca con una superficie según BET de 3,6 m²/g.

I.- Etapa de purificación.

(Esta etapa debe constituir un lavado lo mejor posible del material ya en el proceso de preparación de AlF_3).



413499

1,5 kg de material de partida y 1,5 litros de agua son calentados a ebullición, son filtrados, son lavados en caliente con 1,5 litros de agua y secados al aire.

5 II.- El análisis del material de partida purificado manifiesta:

alrededor de 33 % de agua libre
67 % de sustancia seca } en sustancia
91,0% de SiO₂ } seca.
2,4% de F' }
5,1% de agua combinada }
10 1,5% de producto insoluble) en álcali.

III.- Activación de fluoruro.

A 1,0 kg de material de partida purificado se añaden 0,6 kg de agua y 0,042 kg de NaOH (al 100%) (cantidad estequiométrica para la neutralización de F' + 20% de exceso) y se calienta a ebullición durante 90 minutos.

IV.- Precipitación de fluoruro.

A la suspensión caliente de III se añaden 0,031 kg de Ca(OH)₂ (al 100%) en 0,2 litros de agua y se calienta a ebullición durante 60 minutos.

20 V.- Disgregación de SiO₄.

A la suspensión caliente de IV se añaden 0,150 kg de NaOH (al 100%) en 0,15 litros de agua y se calienta a ebullición durante 3 horas. Durante este tiempo se añaden 1,0 litros de agua con disgregación progresiva.

25 VI.- Filtración.

413499



La suspensión de V es filtrada en caliente y -
la torta de filtración es elevada con 1,2 litros de agua
caliente.

VII.- Vidrio soluble.

5 4,1 g de vidrio soluble con 13,7% de SiO_2
3,29% de Na_2O
Proporción molar : 1 : 4,30 con un contenido de
0,10% de F'

VIII.- Torta de filtro-prensa.

0,2 kg con 31% de sustancia sólida.

10 La presente solicitud que corresponde a la pre
sentada en la República Federal Alemana, 21 de Abril de
1972, bajo el N° P 22 19 503.5, se acoge a los benefi---
cios del Artículo 51 del vigente Estatuto de la Propie---
dad Industrial.

41349



REIVINDICACIONES

5 Los puntos de invención propia y nueva que se
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los -
que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Procedimiento para la preparación de sili-
catos de metal alcalino solubles, especialmente vidrio -
soluble sódico, por disolución de ácido silícico finamen-
te dividido en soluciones concentradas de hidróxidos de
metal alcalino, caracterizado porque se calienta a ebu-
llición en el espacio de 90 minutos un ácido silícico re-
sidual que contiene flúor con un contenido de flúor de
15 < 10% en la sustancia seca y una superficie según BET -
de < 100 m²/g, especialmente < 20 m²/g, y con un conte-
nido de agua libre de < 40% en peso, preferiblemente de
30 a 35% en peso, con solución concentrada de hidróxido
de metal alcalino en cantidad superior a la estequiomé-
20 trica, luego se añade a la suspensión caliente de 1 a 15%
en peso de hidróxido de calcio, referido al material en-
trante para efectuar la precipitación de fluoruro, y se
calienta durante 60 minutos a ebullición, a continuación
se calienta nuevamente a ebullición durante 3 horas con
25 adición de más cantidad de solución concentrada de hidró

413499

xido de metal alcalino y se filtra en caliente.

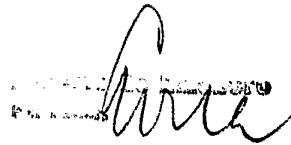
2^a.- Procedimiento para la preparación de silicatos de metal alcalino solubles.

5 tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

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

Madrid. -9 APR. 1973

P.A.



CGV

2-4-73