



19	ES	11	NUMERO	450100	10	AI
		21				
		22	FECHA DE PRESENTACION			

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31	NUMERO	25.7.1975		Estados Unidos
		599.232			

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	/		COB; B01J		

64	TITULO DE LA INVENCION
	<b>PROCESO PERFECCIONADO PARA LA SINTETIZACION DE LOS MATERIALES DE INTERCAMBIO CON BASE CRISTALINA INORGANICA DE ALTA CAPACIDAD.</b>

71	SOLICITANTE (S)
	<b>J.M. Huber Corporation</b>

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	<b>Navasink and River Road - Locust, New Jersey USA</b>

72	INVENTOR (ES)
	<b>Lloyd Eugene Williams, Robert Kenneth Mays, Joseph E. Wagner III.</b>

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	<b>D. Juan Botella Pradille</b>

EXTRACTO DE LA DESCRIPCION

Se describe un método para la producción de materiales de intercambio con base cristalina inorgánica que tienen altas capacidades totales de intercambio y unas tasas iniciales específicas de intercambio que producen concentraciones residuales bien definidas para los elementos del Grupo II - de la Tabla Periódica. El método de la invención incluye el concepto de controlar la velocidad de adición de los reactivos y otras variantes de la reacción con el fin de impedir la formación de estructura de gel y para proveer un precipitado de partículas discretas que una disposición preorientada de elementos que se predispone a la estructura cristalina final. Se describe, además, el reciclado del agua de cristalización con el fin de obtener un sistema totalmente cerrado. Al evitar la formación de la estructura de gel es posible eliminar unas fases y equipos de proceso voluminosos y costosos. Al variar la precipitación y las condiciones de cristalización, es posible controlar el tamaño final de los cristales. El reciclado permite la recuperación de los valores químicos del agua de cristalización y reduce el coste de fabricación. Igualmente, se aumenta de forma importante el rendimiento. Las fases de proceso específicas e importantes incluyen lo siguiente: formación de los reactantes, purga de purificación de los reactantes, precipitación cristalización, decantado y recocado, separación de los sólidos y reciclado del agua de cristalización para obtener un sistema cerrado. El reciclado incluye la concentración y la desalinización. El método de la invención incluye, además, unas fases de proceso particularmente exclusivas que comprenden la separación de los sólidos y el lavado contra -

corriente.

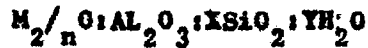
ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la Invención

La presente invención se refiere a los materiales de in-  
tercambio de base cristalina inorgánica sintéticos. Más par-  
ticularmente, la invención se refiere a un proceso para la  
sintetización de los materiales de intercambio de base cris-  
talina con tamaños específicos de cristales y que tienen u-  
nas capacidades de intercambio total altas y unas velocida-  
des iniciales específicas de intercambio, que arrojan unas -  
concentraciones residuales bien definidas para los ele-  
mentos del grupo II de la Tabla Periódica. Es importante ha-  
cer constar que la cinética del intercambio de los produc-  
tos producidos de acuerdo con la presente invención se pro-  
duce con efectividad a bajas concentraciones del material -  
de intercambio de base.

El arte anterior. - Los materiales de intercambio de ca-  
tiones, y su utilización en muchas áreas. Aun cuando se co-  
nocen muchos productos que poseen propiedades de intercambio  
los silicatos aluminicos del tipo ceolítico se sabe que ex-  
hiben preferencias por tipos o tamaños particulares de mole-  
culas, de forma que son altamente apropiados para los fines  
de separación y de intercambio. Por ejemplo, la totalidad o  
una porción del sodio normalmente contenido en una estructu-  
ra de ceolita típica puede someterse a intercambio con un -  
determinado número de diversos otros cationes.

En el momento presente hay un cierto número de materia-  
les de intercambio de base cristalina de aluminosilicato -  
comercialmente obtenibles y conocidos, que se pueden repre-  
sentar por la fórmula general de



en la que M representa un catión; n representa la valencia del catión; X los moles de  $SiO_2$ ; e Y los moles del  $H_2O$ . Los ejemplos específicos de los silicatos de aluminio sintéticos se describen en las patentes de los Estados Unidos n<sup>os</sup>. 2.882.243; 2.962.355; 3.010.789; 3.012.853; 2.882.244 y 3.130.007.

A pesar del hecho de que hay tales productos cristalinos conocidos y que se encuentran en el comercio, en gran medida los procesos para la producción de los productos de intercambio sintéticos son del tipo de lotes y se limitan por las desventajas inherentes que los mismos llevan anexas. Los esfuerzos por desarrollar unos sistemas continuos comercialmente factibles o los sistemas del tipo de lotes económicos han sido seriamente estorbados por la formación de una estructura de gel durante el ciclo de reacción. A causa de la formación del gel se precisa disponer de aparatos y realizar fases de proceso que con muy voluminosos y muy costosos. Igualmente, en tales procesos puede haber un arrastre de gel al producto cristalino final. El gel es un diluyente inerte y una impureza que reduce gravemente la capacidad específica o de volumen unitario del producto. No hay ningún método conocido para la separación de este contaminante de gel. La presente invención supera las citadas desventajas del arte anterior.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

En resumen, la presente invención se refiere a la producción de silicatos aluminicos de intercambio de base cristalina inorgánica sintéticos dotados de tamaños específicos de cristales y que tienen altas capacidades totales de inter

cambio. Los productos de la invención no solo tienen altas capacidades de intercambio total, sino que tienen unas velocidades de intercambio iniciales específicas y arrojan unas concentraciones residuales bien definidas para los elementos del Grupo II de la Tabla Periódica. Es importante hacer constar que la cinética del intercambio de los productos obtenidos de acuerdo con la presente invención se producen con efectividad a bajas concentraciones del material de intercambio de base. La presente invención se dirige, además, a un proceso mejorado para la producción de materiales de intercambio de base cristalina inorgánicos, al tiempo - que se obtienen reducciones de importancia en los costes de la operación.

En sus aspectos más amplios, el método de la invención incorpora el concepto de prevención de la formación de una estructura de gel, con el fin de ofrecer un precipitado de partículas discretas que tenga una disposición preorientada de los elementos que se predisponen a la estructura cristalina final. El método de la invención implica además, unas fases de proceso únicas, incluyendo el reciclado del agua y de cristalización con el fin de obtener un sistema totalmente cerrado. El reciclado permite la recuperación de los valores químicos del agua de cristalización y sirve para reducir los costes de fabricación. El reciclado elimina igualmente los problemas que en cuanto a la ecología se relacionan con los efluentes de estos procesos.

Las fases del proceso específico de la presente invención incluye los siguientes: (a) la formación de los reactivos; (b) la purificación del reactivo que suministra la fuente de alumina antes de su utilización en la reacción,

(c) la precipitación de un material intermedio amorfo en condiciones controladas con el fin de evitar la formación del gel, (d) cristalización estática y/o dinámica, (e) el decantado y el recodido, (f) la separación de los sólidos, y (g) el reciclado del agua de cristalización. El reciclado incluye la concentración y la desalinización. De acuerdo con una realización particularmente ventajosa del método, el producto es recuperado y el agua de cristalización se recicla por medio de una efectiva separación de los sólidos, de particular efectividad, y la fase de lavado contra corriente.

El proceso de la invención implica una precipitación cuidadosamente controlada y unas condiciones de cristalización que evitan la práctica comercial que implica la formación de un gel, el envejecimiento al ambiente y la cristalización. La estructura del gel se evita en la práctica de la presente invención. Las condiciones críticas de precipitación incluyen la composición química y la concentración de los reactivos, la temperatura de precipitación, el pH de la precipitación, la secuencia y la velocidad de la adición de los reactivos, y la intensidad de mezclado durante la precipitación. En la práctica, de la presente invención, la secuencia de la adición de los reactantes es igualmente crítica hasta el extremo de que los reactivos no se pueden mezclar simplemente, como en los conocidos procesos de gelación, sino que tienen que ser controlados de forma tal que las proporciones de las especies iónicas reactivas individuales de la zona de reacción tengan una gama de concentración determinada de antemano.

Los productos de la invención tienen altas capacidades de intercambio de iones y, en consecuencia, tendrán un amplio

espectro de áreas de utilización donde determinados cationes deban ser retirados de las corrientes del proceso o efluentes sin interferir en el equilibrio ecológico de las aguas naturales. Por ejemplo, se han hecho muchos intentos por retirar los fosfatos de los procesos de lavado o de limpiado con el fin de impedir la eutroficación de las aguas naturales, es decir, un aumento en el crecimiento de algas y en el consumo del oxígeno. El producto de esta invención se puede utilizar como un sustituto del fósforo en todos los materiales utilizados en los procesos de lavado o de limpieza. Aun cuando son insolubles en agua, los materiales de la invención suavizan el agua dura y mejoran la acción limpiadora de un sistema detergente. Gracias a su fino tamaño de los cristales, se pueden lavar o retirar con efectividad durante cualquier ciclo de aclarado. Los silicatos aluminicos cristalinos de la invención está formado por materias sintéticas de naturaleza mineral que no requieren oxígeno para su descomposición biológica y que se decantan gradualmente en las plantas de purificación o aguas naturales. En consecuencia, un amplio objetivo de esta invención es el de proveer un proceso para la sintetización de los materiales de intercambio de base - cristalina inorgánica.

Otro de los objetivos es el de proveer materiales de intercambio de base cristalina inorgánica que tengan altas capacidades totales de intercambio y velocidades iniciales específicas de intercambio que produzcan concentraciones residuales bien definidas para los elementos del Grupo II de la Tabla Periodica.

Otro objetivo más es el de ofrecer un proceso comercialmente atractivo para la producción de silicatos aluminicos -

metálicos alcalinos sintéticos para su utilización en todos los procesos de limpieza y/o lavado que precisen agotes eliminadoras de la dureza.

5 Otro de los objetivos adicionales es el de proveer un proceso que resulte comercialmente atractivo para producir silicatos aluminicos metalicos alcalinos sinteticos para la retirada de rastros de metal de los efluentes, de las fábricas o instalaciones de tratamiento de los desperdicios y de los procesos industriales.

10 Otro objetivo adicional es proveer un proceso comercialmente atractivo para la retirada de rastros de metal en los procesos de purificación del agua.

15 La forma en que se logran los bojetivos citados y otros de acuerdo con la presente invención se comprenderá mejor a la vista de la descripción detallada que sigue y de los dibujos, que forman parte de la memoria descriptiva.

#### BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

20 Con el fin de facilitar la comprensión de la presente invención se hará referencia ahora a los dibujos que se adjuntan y a las figuras en relación con las realizaciones preferidas de la presente invención.

Los dibujos y las figuras no deben considerarse como limitadores de la invención, sino que se dan unicamente a tity lo de ejemplo.

25 En los dibujos:

La figura 1 es una ilustración diagramática de una disposición apropiada del aparato para llevar a cabo la realización de un método particularmente ventajoso de la presente invención.

30 Las figuras 2, 3 y 4 son micrografias electrónicas de -

exploración que muestran los ejemplos de alguna parte de la gama de tamaños de cristal que se pueden obtener por la práctica de la presente invención.

5 La figura 5 es una micrografía electrónica de exploración de una ceolita del arte anterior que se conoce con el nombre de Ceolita A.

DESCRIPCION DE LA REALIZACION (ES) PREFERIDA(S)

10 Como ya se ha comentado arriba, la presente invención se refiere a la producción de silicatos aluminicos sintéticos que tienen unas altas características de intercambio de base o catiónico. En la práctica de la invención, el producto cristalino se produce mediante la preparación de una solución acuosa de un silicato metálico alcalino y con la introducción de esta solución en una vasija reactiva dotada de los medios apropiados para agitación y calentamiento. El silicato debe ser de tal clase que tenga una relación de mols  $\text{SiO}_2/\text{X}_2\text{O}$  de 1 a 4, en la que X es un metal alcalino como por ejemplo el sodio, el potasio o el litio. La solución de silicato debe ser de una concentración que vaya desde 3 mols o menos, y preferentemente menos de 1 mol, y se calienta precisamente a una temperatura que esté en la escala desde alrededor de los 25°C a los 83°C.

15 A continuación, se introduce una solución de un aluminato metálico alcalino, como por ejemplo el aluminato de sodio, en la solución de silicato. La concentración de la solución de aluminato debe ser del orden de aproximadamente 4 mols o menos, y preferentemente menos de 2 mols. El aluminato debe tener una relación de mols  $\text{X}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$  que vaya desde alrededor de 1 hasta 6, en la que X es un metal alcalino. El aluminato metálico alcalino se calienta igualmente, preferentem

20

25

30

mente a una temperatura que sea del orden de alrededor de -  
25°C hasta 83°C. Las concentraciones específicas de la solu-  
ción de los reactivos y la mezcla de reacción total se dan  
más abajo.

5 El pH de la masa de reacción que comprende el silicato  
y el aluminato deben mantenerse por encima de alrededor de  
10.0 durante la precipitación, y preferentemente del orden  
de desde alrededor de 10 hasta 14. El NaOH puede ser previa-  
mente mezclado con la solución de aluminato con el fin de -  
10 controlar el pH. La agitación debe ser mantenida durante to-  
do el curso de la precipitación. La temperatura de precipi-  
tación debe mantenerse en una escala que vaya desde alrede-  
dor de 25°C hasta 83°C y preferentemente será del orden de  
entre 30°C aproximadamente hasta 72,5°C. Esta última escala  
15 es uno de los parámetros más importantes del proceso para -  
controlar el tamaño fino del cristal.

Una vez que se ha completado la reacción, el precipita-  
do es cristalizado, sea dinámico o estáticamente, y se sepa-  
ra y recupera del agua de cristalización. En una realización  
20 particularmente ventajosa, esto implica únicamente la sepa-  
ración de los sólidos, combinada con el lavado contra co-  
rriente. Los licores filtrados (procedentes de la fase de se-  
paración de sólidos y lavado) se concentran, como por ejem-  
plo mediante evaporación; se procesan para retirar las impu-  
25 rezas salinas, como por ejemplo NaCl, los complejos decolo-  
rantes orgánicos, el lodo ferruginoso; a continuación, se -  
reciclan a la vasija de formación del aluminato metálico al-  
calino.

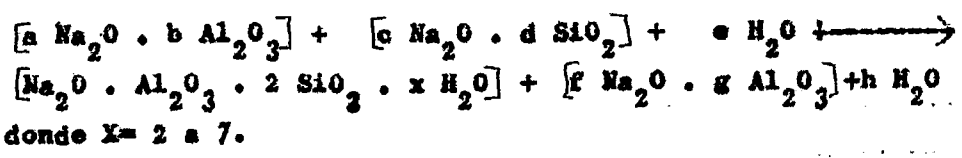
Como se ha visto, en la práctica de la invención se evi-  
30 ta la formación de una estructura de gel. Esto se logra me-

dante el control de las variantes de reacción o de precipitación. Es importante hacer constar, llegados a este punto, que en un precipitado las partículas individuales se agregan a los grupos supercoloidales que aparecen en la solución como agregados o precipitados visibles. Con los gels, las partículas se agregan de forma que llenan la solución total y el volumen del líquido queda totalmente ocupado e inmobilizado dentro de la estructura de gel.

El producto recuperado de la separación de los sólidos se puede lavar para retirar las impurezas solubles en agua, después de lo cual se seca, preferentemente mediante el secado por pulverización. El producto secado comprende una masa friable que puede ser reducida fácilmente hasta formar un polvo fino.

Volviendo ahora a otros detalles más de la invención, los reactivos incluyen: una fuente de sílice, como por ejemplo el silicato metálico alcalino (preferentemente el silicato de sodio), y una fuente de alumina que se suministra como aluminato metálico alcalino. Se puede emplear el hidróxido de sodio en la regulación del pH. El silicato metálico alcalino se emplea como solución diluyente del mismo, estando la composición de la solución de silicato dentro de la escala que va desde aproximadamente 1 hasta el 7% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y del 6 al 12% de  $\text{SiO}_2$ . El aluminato se emplea, además preferentemente como solución diluida del mismo, teniendo la solución una composición que va desde alrededor del 8 hasta el 14% de  $\text{Na}_2\text{O}$ , y del 9 al 15% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Las escalas preferidas comprenden desde el 10 hasta el 14% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y del 9 al 13% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La reacción implícita en la práctica de la presente invención puede ilustrarse con las siguientes ecuaciones

ciones típicas:



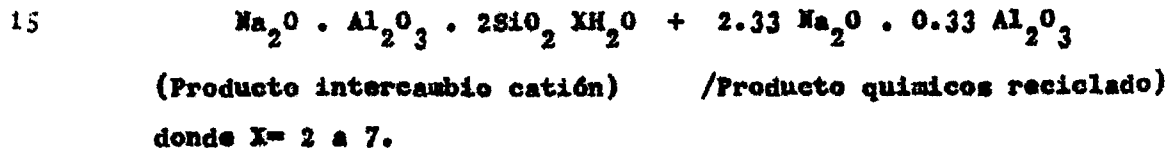
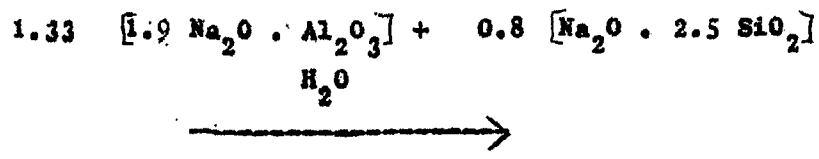
5

$$\left. \begin{array}{l} \frac{a+c}{d} = 1.0 \text{ a } 3.0 \\ \frac{e}{a+c} = 35 \text{ a } 200 \end{array} \right\} \text{ cuando } \frac{d}{b} = 0.5 \text{ a } 1.3$$

10

$$\left. \begin{array}{l} \frac{a+c}{d} = 0.8 \text{ a } 3.0 \\ \frac{e}{a+c} = 35 \text{ a } 200 \end{array} \right\} \text{ cuando } \frac{d}{b} = 1.3 \text{ a } 2.5$$

por ejemplo, una reacción preferente es como sigue:



Haciendo ahora referencia a la figura 1, la solución de silicato de sodio se forma en una vasija como se indica en general con el numero 1, teniendo dicha vasija una camisa de vapor 2 y un medio apropiado para agitar 3. La solución de silicato se puede preparar mediante la simple introducción del silicato y el agua en la vasija hasta que se llega a la concentración que se ha comentado más arriba. El silicato - puede ser añadido como sólido o se puede suministrar a la vasija 1 como solución concentrada del mismo. El oxido metalico alcalino adicional se puede añadir a la vasija 1 para obtener y/o ajustar la relación de SiO<sub>2</sub>/Na<sub>2</sub>O hasa que se encuentre dentro de una escala operable. La solución acuosa de silicato se puede calentar, antes de su introducción en la ya

20

25

30

vasija de precipitación a través del conducto 4, hasta una temperatura del orden de desde alrededor de 25°C hasta 83°C. La solución de silicato se puede calentar igualmente después de su introducción en la vasija de precipitación-digestión 15 que está dotada de una camisa de vapor 17.

El aluminato metálico alcalino se forma en una vasija apropiada que se indica en general con el número 5. Esta vasija incluye, además, los medios para calefacción y agitación que se indican en general con los números 6 a 7, respectivamente. Por lo que se refiere a la formación del aluminato, los licores reciclados, el hidróxido de sodio y el trihidrato de alumina se introducen a través de los conductos 3, 8 y 9, respectivamente, a la vasija de formación 5 mientras que se mantiene un mezclado o agitación íntimos. Como se comentará con mayor detalle más adelante, los licores reciclados sirven para proveer una fuente de  $Al_2O_3$  y  $Na_2O$ . La mezcla del lote de aluminato será sometida a esta agitación continua durante un período del orden de alrededor de 20 minutos, mientras que la solución se mantiene a una temperatura que esté en la escala de entre alrededor de los 94°C hasta los 120°C.

En la práctica de la invención, y nuevamente con referencia a la figura 1, la solución de silicato metálico alcalino o solución acuosa se introduce en primer lugar en la vasija de formación 1 a través del conducto 4 hasta la vasija de precipitación-digestión 15. Como ya se ha indicado más arriba, el silicato tiene que estar a una temperatura que esté en la escala de entre aproximadamente 25°C hasta 83°C y se puede precalentar en la vasija 1 o calentar en la vasija 15. La solución del aluminato metálico alcalino se hace en-

tonces pasar desde la vasija de formación 5 a través del -  
conducto 11, de un mecanismo de purificación 12 y luego al  
interior de la vasija 15. Esta fase de purificación es muy  
importante en razón a que retira el hierro y los complejos  
5 orgánicos vegetativos que interfieren con el desarrollo y -  
la formación de las especies de cristal apropiadas. Las es-  
pecies de cristal y la pureza son parámetros críticos de la  
funcionalidad y rendimiento del producto. Durante la adición  
de la solución de aluminato purificada, la temperatura de  
10 precipitación tiene que mantenerse en la escala que va den-  
de entre 25°C y 83°C.

Esto puede exigir el calentamiento o el enfriamiento -  
del aluminato. La agitación continua se provee en la vasija  
15 durante la adición del silicato y la posterior adición -  
del aluminato. Como se ha indicado más arriba, un aspecto -  
crítico de la invención es la secuencia de la adición de los  
reactivos. Así pues, los reactivos, (es decir, el silicato  
y el aluminato) no pueden ser mezclados simplemente, sino -  
que deben ser entremezclados de forma tal que las proporci-  
20 nes de las especies iónicas reactivas individuales de la zo-  
na de reacción tengan una gama de concentración determinada  
de antemano. La secuencia de la adición implica, como se ha  
dicho más arriba, la introducción del aluminato al interior  
de la solución de silicato.

25 El aluminato se añade a la solución del silicato a un  
ritmo controlado de forma tal que el tiempo de adición no  
sea inferior a 10 minutos ni superior a 60 minutos. La vasi-  
ja de precipitación-digestión 15 está dotada de un medio de  
agitación 16 para someter a la masa de reacción acuosa a un  
30 mezclado continuo. El tamaño final del cristal es controla-

do, en una medida considerable, por el grado de mezclado - durante la fase de precipitación.

La composición de la mezcla de reacción, expresada en terminos de la relación del mol de óxido con los materiales de reacción acuosos de los que se producen los materiales de intercambio de base cristalina sintética de la presente invención, es como sigue:

Una relación  $H_2O/SiO_2$  desde 1.0 hasta 3.0 y una relación de  $H_2O/X_2O$  desde 35 hasta 200 cuando la relación de  $-SiO_2/Al_2O_3$  es de 0.5 a 1.3; la relación de  $X_2O/SiO_2$  de 0.8 a 3.0 y una relación de  $H_2O/X_2O$  desde 35 hasta 200, cuando la relación de  $-SiO_2/Al_2O_3$  es desde 1.3 a 2.5, en las que X es un catión metálico alcalino seleccionado de un grupo que consiste en sodio, potasio y litio.

Una vez que se ha completado la precipitación, la fase de cristalización se inicia en la vasija 15 mediante el calentamiento de la masa de reacción a una temperatura del orden de desde alrededor de 78°C hasta 109,5°C. Esta fase se prosigue, sea en condiciones estáticas o dinámicas, durante un periodo de tiempo del orden de desde alrededor de 1 hasta 8 horas. Debe entenderse que las variaciones inherentes dentro de estas condiciones controlan las especies, el tamaño y la pureza de los cristales.

La masa acuosa que contiene el producto cristalizado se somete a continuación a decantación y recocido. A este respecto, la decantación puede comprender la retirada del agua de cristalización (A) que sobrenada en la vasija 15, a través del conducto 18. La parte flotante se hace pasar la parte flotante se hace pasar a través del cambiador de calor 19 donde se enfría y es devuelta a la vasija 15 a -

través del conducto 20. Antes de la decantación, la masa que contiene el producto cristalizado puede dejarse asentarse para que forme la fase flotante. El recocido es importante con el fin de evitar las fases cristalinas espurias (como, por ejemplo, la sodalita hidroxilada) y para controlar el crecimiento de los cristales. A continuación del recocido, la masa acuosa se hace pasar a través del conducto 21 hasta una zona de separación de sólidos que consiste en una correa porosa continua 25. El vacío controlado se aplica a las diversas secciones de la correa por medio de una fuente apropiada de vacío (que no se muestra). La mezcla acuosa se alimenta al interior de la correa a una velocidad controlada, a través del dispositivo de distribución 22. Después de la formación de una torta del material cristalino de aluminio-silicato en la correa 25 y la recogida del agua de cristalización, la torta se pone en contacto con el agua de lavado de reciclado que sale de los conductos de alimentación que se indican en el número 26. Esto da lugar a que se produzca un filtrado de licor débil que se combina con los licores del filtrado que producen el agua de cristalización que pasa a través del conducto 29, una unidad para la retirada de lodos 27 y, a continuación, a un concentrador 30. El agua potable de lavado es distribuida a la torta justamente antes de llegar al extremo de descarga de la correa. Como se muestra en los dibujos, el agua potable de lavado se convierte en el lavado de reciclado a través de los conductos 24 y 28 y los distribuidores alimentadores 26. La unidad de concentración puede comprender los evaporadores de fase sencilla o múltiple que se indican en 30. En esta unidad,

los licores filtrados se concentran hasta el extremo de -  
que las cantidades controladas de agua se retiran para man-  
tener todo el sistema en equilibrio sobre la base de volu-  
men. De esta forma, todos los valores quimicos de los licor-  
5 res pueden ser reciclados, con lo que se reduce el coste  
de la materia prima y se evita la contaminación al elimi-  
nar los efluentes de licor residual y otros problemas si-  
milares de disposición de los mismos.

La torta húmeda, que se recupera de la correa conti-  
10 nua 25, se recoge y bombea (o se traslada por otros medios)  
hasta un aparato de secado apropiado, como por ejemplo un  
secador pulverizador. El producto se puede moler y envasar  
a continuación. El equipo particular que se precise para  
secar y moler el producto puede ser de diseño convencio-  
15 nal, del tipo que es bien conocido en esta técnica.

Como ya se ha dicho más arriba, la presente invención  
incorpora el concepto de un sistema cerrado total que im-  
plica el reciclado de los licores de proceso. Así, a con-  
tinuación de la concentración de los licores filtrados (en  
20 el evaporador 30), los licores concentrados que comprenden  
los valores quimicos recuperados son reciclados a través  
del conducto 31 hasta el depósito 5 de formación del alumi-  
nato metálico alcalino. A este respecto, sin embargo, la -  
masa concentrada se hace pasar en primer lugar a través de  
25 un aparato de purga 32 en el que el cloruro de sodio (si  
el metal alcalino es el sodio) es retirado. La unidad de  
purga puede utilizar las células del tipo de membrana, la  
cristalización fraccional, o aparatos similares, etc., co-  
mo es bien sabido en esta técnica.

30 La necesidad de la purga arriba citada surge del he-

cho de que las materias primas de clase comercial de la presente invención se producen típicamente en los procesos que dan lugar a la contaminación por haluros (generalmente el cloruro) de las materias primas. El reciclado sin efectos adversos del proceso es posible solamente si las impurezas de haluros (cloruro) son retirada.

En la forma en que se usa en el presente, el término "alta(s) capacidad(es) de intercambio total" se refiere a los materiales que tienen una capacidad total de intercambio de por lo menos 250 mg de  $\text{CaCO}_3$  por gramo de material de intercambio de base inorgánica cristalina.

Los materiales de la presente invención tienen una tasa de intercambio inicial de dureza de por lo menos 2 gramos por gramo por minuto, y son capaces de reducir un agua de dureza normal a un nivel de menos de 0.3 gramos por 4,546 litros.

Los materiales de la presente invención tienen un tamaño medio de cristal que está en la escala que va desde 0.25 hasta 8.0 micrometros, una alta afinidad de intercambio de los elementos de rastros de metal, y son capaces de producir concentraciones residuales de dichas trazas de metal del orden de partes por billón.

En la forma en que se utiliza en esta memoria, el término "cristalización" se pretende que se entienda como sinonimo de "cristalización". Debe entenderse, además que los terminos "recocer", "recocido" y similares incluyen el proceso continuo rápido, el proceso inmediato para retirar los licores de equilibrio, enfriamiento y/o el proceso de decantado rápido del agua de cristalización flotante y procedimientos equivalentes similares para detener -

el crecimiento cristalino e impedir la formación de fases cristalinas espureas.

5 Como sera comprendido facilmente por todos aquellos que sean expertos en esta técnica, la presente invención ofrece un proceso que es facilmente adaptable a una operación económica; ofrece el reciclado total de los licores de proceso para recuperar los calores químicos de los mismos; y puesto que no se forma gel alguno, es directo e implica unas fases de proceso directas aun cuando altamente efectivas y practicas (desde el punto de vista comercial).

10 Aun cuando se ha descrito una realización específica preferida de la presente invención en la descripción detallada que antecede, esta descripción no se pretende que limite la invención a las formas y realizaciones particulares que se han descrito en la presente. Esta descripción debe ser reconocida como ilustrativa antes que como restrictiva, y resultará evidente para aquellos que sean expertos en esta técnica que la invención no queda limitada de este modo, en consecuencia, la invención se declara -

15 a todos los cambios y modificaciones de los ejemplos y realizaciones específicos de la invención que se han descrito en el presente a efectos de ilustración, que no constituyen apartamiento alguno del espíritu y del alcance de la invención que se define en las reivindicaciones que se unen a la presente.

25 Las realizaciones de la invención para la que se reivindica una propiedad o privilegio exclusivo, se definen en la forma que sigue:

R E I V I N D I C A C I O N E S

1.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga-  
nica de alta capacidad, para producir materiales de sili-  
5 cato aluminico de intercambio de base cristalina que ten-  
gan unas capacidades totales de intercambio de iones y ve-  
locidades especificas de intercambio inicial, comprendien-  
do dicho método las fases de preparación de una solución  
acuosa de un silicato metalico alcalino, teniendo dicho -  
10 silicato una relación de mols de  $SiO_2/X_2O$  que va desde a-  
proximadamente 1 hasta 4, en donde X es un metal alcalino;  
someter dicha solución a una agitación vigorosa y poner en  
contacto dicha solución con una solución acuosa de alumi-  
nato metalico alcalino, continuando la agitación de la ma-  
15 sa de reacción formada por la adición de dicho aluminato  
metalico alcalino a dicha solución de silicato metalico al-  
calino mientras se mantiene la temperatura de dicha masa  
de reacción en la escala de entre 25°C y 83°C, y el pH de  
dicha masa de reacción a un nivel de por lo menos 10.0 con  
20 el fin de precipitar de esta forma d un intermedio de si-  
licato aluminico metalico alcalino amorfo y pigmentario -  
finamente dividido; se recuece la masa de reacción que -  
comprende el producto cristalino con el fin de evitar la  
posterior cristalización de la misma y proveer un material  
25 que tenga una estructura cristalina predeterminada; recue-  
peración del material de intercambio solido de base cris-  
talina de la masa acuosa; y reciclar los liquidos de pro-  
ceso acuosos de dicho material de intercambio de base cris-  
talino, de los que ha sido recuperado, con el fin de pro-  
30 veer una fuente de aluminato metalico alcalino empleado en

la precipitación de dicho silicato aluminico.

5           2.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga-  
nica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha des-  
crito en la anterior reivindicación 1, en el que dicha -  
agitación de la masa de reacción durante la producción -  
del intermedio de silicato aluminico metalico alcalino a-  
morfo se altera con el fin de controlar el tamaño medio -  
del cristal del producto desde 0.25 hasta 8.0 micrometros.

10           3.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga-  
nica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha des-  
crito en la reivindicación 1 en el que la cristalización  
15           del intermedio precipitado se lleva a cabo bajo variadas  
condiciones dinamicas con el fin de controlar el tamaño -  
medio del cristal del producto de 0.25 a 8 micrometros.

20           4.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga-  
nica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha des-  
crito en la reivindicación 1, en el que dicho intermedio  
de silicato aluminico se precipita a una temperatura que  
está entre los 25°C y los 83°C.

25           5.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga-  
nica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha desc-  
rito en la reivindicación 1, en el que la separación de  
los solidos por la cual se recupera el producto cristali-  
sado de la masa de reacción acuosa comprende el hacer pa-  
sar dicha masa de reacción que contiene el producto cris-  
30           talino al extremo delantero de una correa continua, poro-

sa y rotativa, y poner en contacto el producto cristalino recogido en dicha correa con un liquido de lavado, comprendiendo por lo menos una porción de dicho liquido de lavado los licores reciclados recogidos del liquido filtrado recuperado cerca de la parte intermedia y del segundo extremo de la citada correa continua.

5  
10  
15  
20  
25  
30

6.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha descrito en la reivindicación 1, en el que dicho intermedio de silicato aluminico se precipita a una temperatura de entre 25°C y 83°C, en combinación con unos grados variables de agitación durante la precipitación y cristalización.

15  
20  
25  
30

7.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se ha descrito en la reivindicación 1, comprendiendo dicho metodo, además, el paso de la solución de aluminato a través de un mecanismo de purificación, con anterioridad a su introducción en la solución de silicato, con el fin de retirar los lodos ferruginosos y los complejos organicos vegetativos del mismo.

25  
30

8.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se describe en la reivindicación 1, teniendo dicho material cristalino altas capacidades de intercambio total y velocidades especificas de intercambio inicial que dan como resultado unas concentraciones residuales bien definidas para

los elementos del Grupo II de la Tabla Periodica, y un tamaño medio de cristal en la gama que va desde 0.25 a 8.0 micrometros.

5 9.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se describe en la reivindicación 1, teniendo dicho material cristalino altas capacidades de intercambio total y velocidades específicas iniciales de intercambio que arrojan unas concentraciones residuales bien definidas de elementos metalicos  
10 en trazas y que tiene un tamaño medio de cristal en la escala que va desde 0.25 hasta 8.0 micrometros.

15 10.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se describe en la reivindicación 1 que tiene un tamaño medio de cristal en la gama desde 0.25 hasta 8.0 micrones, una alta afinidad de intercambio para los elementos metalicos en trazas, y que es capaz de producir concentraciones residuales de dichas trazas de metal en el orden de partes por  
20 billón.

25 11.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, de acuerdo con lo que se describe en la reivindicación 1, que tiene un tamaño medio de cristal en la gama que va desde 0.25 hasta 8.0 micrómetros, una capacidad de intercambio total de por lo menos 250 mg de  $\text{CaCO}_3$  por gramo de material de intercambio de base inorganica cristalina, una tasa inicial de intercambio de por  
30 lo menos 2 gramos por gramo por minuto, y que sea capaz de

reducir una dureza normal del agua a un nivel de menos de 0.3 gramos/4,546 litros.

5 12.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá-  
nica de alta capacidad, según reivindicaciones de 1 a 11  
caracterizado porque para la producción de materiales de  
silicato aluminoso de intercambio de base cristalina que  
tenga unas altas capacidades de intercambio total de los  
iones, unas velocidades iniciales específicas de intercam-  
10 bio que produzcan concentraciones residuales bien defini-  
das para los elementos del grupo II de la Tabla Periodi-  
ca y trazas de metal, y un tamaño de cristal en la gama  
que va desde 0.25 hasta 8.0 micrometros, comprendiendo -  
dicho método: la preparación de una solución acuosa en -  
15 un silicato metálico alcalino, teniendo dicho silicato -  
una relación en mols de  $SiO_2/X_2O$  que va desde 1 hasta 4,  
en la que X es un metal alcalino seleccionado del grupo  
que consiste en sodio, potasio y litio; la introducción  
de dicha solución de silicato metálico alcalino en una -  
20 vasija de precipitación-digestión; la preparación de una  
solución acuosa de un aluminato metálico alcalino, la se-  
paración de los complejos orgánicos vegetativos y el hie-  
rro de dicha solución de aluminato y la reintroducción o  
25 continuación de dicha solución de aluminato en la solu-  
ción de silicato metálico alcalino mientras se somete -  
la mezcla acuosa a una agitación vigorosa; estando for-  
mada dicha mezcla acuosa por la adición de dicha solución  
de aluminato a dicha solución de silicato, comprendiendo  
una mezcla de silicato aluminoso metálico alcalino/agua  
30 cuya composición expresada en terminos de oxido-relaciones

mola, es como sigue:

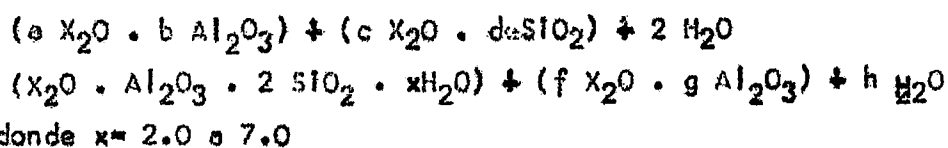
relación de  $X_2O/SiO_2$  desde 1.0 hasta 3.0 y una relación de  $H_2O/X_2O$  que va desde 35 hasta 200, cuando la relación de  $SiO_2/Al_2O_3$  va desde 0.5 hasta 1.3;

- 5 La relación de  $X_2O/SiO_2$  que va desde 0.8 hasta 3.0 y una relación  $H_2O/X_2O$  que va desde 35 hasta 200, cuando la relación de  $SiO_2/Al_2O_3$  va desde 1.3 hasta 2.5;
- 10 manteniendo el pH de dicha mezcla acuosa a un nivel de - por lo menos 10.0 para precipitar con ella un intermedio de silicato aluminoso amorfo finalmente dividido, pigmentario; de cristalización de dicho intermedio precipitado mediante el calentamiento de la mezcla acuosa que contiene dicho precipitado a una temperatura en la escala que va desde 78°C hasta 110°C, la retirada del agua de cristalización flotante formada por la porción superior de -
- 15 dicha masa acuosa, que contiene el producto cristalizado desde la vasija de precipitación-digestión; y pasando dicha flotación a través de unos medios de refrigeración y devolviendo a continuación el agua de cristalización así enfriada a la masa acuosa que contiene el producto cristalizado con el fin de con ello recocer y enfriar el mismo, con el fin de detener el posterior crecimiento del -
- 20 cristal, y para producir un material que tenga una estructura cristalina determinada de antemano; la recuperación del producto cristalizado de la masa acuosa haciendo pasar dicha masa hacia el extremo delantero de una correa continua, porosa y rotativa para formar con ella, en dicho correa rotativa, una torta húmeda del producto cristalizado; poner en contacto la torta húmeda del producto cristalizado en dicha correa con un líquido de lavado, -
- 25
- 30

comprendiendo por lo menos 1 una porción de dicho líquido de lavado los licores de reciclado recogidos de los líquidos de filtrado recuperados cerca de la parte intermedia y de la segunda porción extrema de dicha correa -  
5 continua; la recuperación y secado de la torta húmeda - que comprende el silicato aluminoso cristalino de dicha porción extrema de la citada correa continua; la recogida y combinación de los licores de proceso desde dicha - correa; la retirada de los complejos orgánicos vegetati-  
10 vos y el hierro de dichos licores de proceso; la concentración de dichos licores de proceso con el fin de retirar el agua de los mismos; hacer pasar dichos licores con- centrados al interior de una zona de purificación con el fin de retirar de los mismos los cloruros metálicos alca-  
15 linos; y el reciclado de los licores de proceso concentrados a la vasija en la que se prepara la solución de - aluminato metálico alcalino, ofreciendo dichos licores - de proceso de reciclado una fuente de aluminato metálico alcalino empleado en la precipitación de dicho intermedio  
20 de silicato aluminico.

13.- Proceso perfeccionado para la sintetización de - los materiales de intercambio con base cristalina inorgá- nica de alta capacidad, según reivindicaciones 1 a 12 ca-  
25 racterizado porque para producir materiales de silicato aluminico de intercambio de base cristalina que tengan - altas capacidades de intercambio total de los iones, in- cluyendo una capacidad total de intercambio de por lo me-  
30 nos 250 mg de  $\text{CaCO}_3$  por gramo de material de intercambio de base inorganica cristalina; velocidades de intercambio inicial específicas que arrojan concentraciones residua-

les bien definidos para los elementos del Grupo II de la Tabla Periodica, y para los metales de traza, incluyendo una velocidad inicial de intercambio de por lo menos 2 -  
5 gramos por gramo por minuto, siendo capaz de recudir un agua de dureza normal a un nivel de menos de 0.3 gramos/ 4,546 litros, y siendo capaz de producir una concentrac-  
ción residual de metales de traza del orden de parte por billón; y que tenga un tamaño de cristal en la escala -  
que va desde 0.25 hasta 8.0micrones, comprendiendo dicho método; la preparación de una solución acuosa de un silicato metálico alcalino, teniendo dicho silicato una rela-  
10 ción de mols de  $SiO_2/X_2O$  que va desde 1.0 hasta 4.0, en la que X es un metal alcalino seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio y litio; la introducción de dicha solución de silicato metálico alcalino en una vasi-  
15 ja de precipitación-digestión; la preparación de una solución acuosa de un aluminato metálico alcalino, teniendo dicho aluminato una relación de mols de  $X_2O/Al_2O_3$  que va desde 1.0 hasta 6.0 en la que X es un metal alcalino  
20 seleccionado del grupo que consiste en sodio, potasio y litio; la separación de los complejos organicos vegetati-  
tivos y de hierro de dicha solución de aluminato y la posterior introducción de dicha solución de aluminato en la solución de silicato metálico alcalino mientras se some-  
25 te la mezcla acuosa a una agitación vigorosa; comprendien-  
do dicha mezcla acuosa, formada por la adición de dicha solución de aluminato a dicha solución de silicato, una mezcla de silicato aluminico metálico alcalino/agua cuya  
composición de reacción, expresada en terminos de rela-  
30 ciones oxido-mols, es como sigue:



$$\left. \begin{aligned} \frac{X_2O}{SiO_2} &= \frac{a + c}{d} = 1.0 \text{ o } 3.0 \\ \frac{H_2O}{X_2O} &= \frac{e}{a + c} = 35 \text{ o } 200 \end{aligned} \right\} \text{ cuando } \frac{SiO_2}{Al_2O_3} = \frac{d}{b} = 0.5 \text{ o } 1.3$$

y donde

$$\left. \begin{aligned} \frac{X_2O}{SiO_2} &= \frac{a + c}{d} = 0.8 \text{ o } 3.0 \\ \frac{H_2O}{X_2O} &= \frac{e}{a + c} = 35 \text{ o } 200 \end{aligned} \right\} \text{ cuando } \frac{SiO_2}{Al_2O_3} = \frac{d}{b} = 1.3 \text{ o } 2.5$$

manteniendo el pH de dicha mezcla acuosa a un nivel de  $p$  por lo menos 10.0 con el fin de precipitar con ello un intermedio de silicato aluminoso o porfo pigmentario finamente dividido; la cristalización de dicho intermedio precipitado mediante el calentamiento de la mezcla acuosa que contiene dicho precipitado hasta una temperatura que esté en la escala que va desde 78°C hasta 110°C; la retirada del agua de cristalización flotando, formada en la porción superior de dicha masa acuosa que contiene el producto cristalizado de la vasija de precipitación-digestión; y el paso de dicho flotante a través de un medio de refrigeración para a continuación devolver el agua de cristalización así enfriada a la masa acuosa que contiene el producto cristalizado para de esta forma recocer y enfriar la misma, con el fin de detener el posterior crecimiento del cristal, y para producir un material que tenga una estructura cristalina determinada de antemano y un tamaño que esté en la escala que va desde 0.25 hasta 8.0 micrometros, la recuperación del producto cristaliza

do de la masa acuosa haciendo pasar dicha masa hacia el extremo delantero de una correa rotativa, continua y porosa para con ello formar, en dicha correa rotativa, una torta humeda del producto cristalino, poner en contacto  
5 la torta humeda del producto cristalizado en dicha correa con un liquido de lavado, comprendiendo por lo menos una porción de dicho liquido de lavado los licores reciclados recogidos de los liquidos filtrados recuperados cerca de la porción intermedia y segunda final de dicha correa continua; recuperando y secando la torta humeda que  
10 comprende el silicato aluminoso cristalino de dicha segunda porción externa de dicha correa continua; recogiendo y cambiando los licores de proceso procedentes de dicha correa; retirando los complejos organicos vegetativos y de hierro de dichos licores del proceso; concentrando dichos licores de proceso con el fin de retirar el agua de los mismos; pasando dichos licores concentrados a una zona de purificación con el fin de retirar las impurezas incluyendo los cloruros metálicos alcalinos y  
15 las sales de haluros de los mismos; y reciclar los licores concentrados de proceso a la vasija en la que se prepara la solución de aluminato alcalino, ofreciendo dichos licores 1 de proceso de reciclado una fuente de aluminio metálico alcalino que se emplea en la precipitación de dicho intermedio de silicato aluminoso.  
20  
25

14.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorganica de alta capacidad, según se describe en la reivindicación anterior 13, en el que dicha solución de silicato metálico alcalino tiene una concentración inicial de no  
30

más de 3 mols.

5 15.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga  
nica de alta capacidad, según se describe en la anterior  
reivindicación 14 en el que dicha solución de silicato -  
metálico alcalino tiene una concentración inicial de no  
más de 1 mols.

10 16.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que dicha solución de silicato metálico  
alcalino se calienta previamente a una temperatura que -  
va desde los 25°C hasta los 83°C.

15 17.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que dicho aluminato alcalino tiene una -  
concentración inicial que no es mayor de 4 mols.

20 18.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga  
nica de alta capacidad, según se describe en la anterior  
reivindicación 17 en el que dicho aluminato metálico al-  
calino tiene una concentración inicial que no es mayor de  
2 mols.

25 19.- Proceso perfeccionado para la sintetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorga  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que el aluminato metálico alcalino se ca  
lienta previamente a una temperatura que va desde los -  
30 83°C.

5 20.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que el pH de dicha mezcla acuosa se man  
tiene entre 10.0 y 14.0 durante la precipitación del in  
termedio de silicato aluminoso amorfo.

10 21.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nica de alta capacidad, según se describe en la anterior  
reivindicación 20 en el que el pH se mantiene por el NaOH  
premezclado a la solución aluminosa.

15 22.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13, en el que la temperatura de precipitación se  
mantiene entre los 25°C y los 83° C.

20 23.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nica de alta capacidad, según se describe en la anterior  
reivindicación 22 en el que la temperatura de precipita  
ción se mantiene entre 30°C y 72,5°C.

25 24.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambios con base cristalina inor  
ganica de alta capacidad, según se describe en la reivin  
dicación 13 en el que la solución silicato metálico alcali  
no tiene una composición que va desde el 1 hasta 7% de  
Na<sub>2</sub>O y del 6 al 12% de SiO<sub>2</sub>.

30 25.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nica de alta capacidad, según se describe en la reivindi

cación 13 en el que la solución de aluminato metálico alcalino tiene una composición que va desde el 8 hasta el 14% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y del 9 al 15% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

5           26.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorgánica de alta capacidad, según se describe en la reivindicación 25 en el que la solución de aluminato metálico alcalino tiene una composición que va desde el 10 hasta el 14% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y del 9 al 13% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

10           27.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorgánica de alta capacidad, según se describe en la reivindicación 13 en el que la mezcla del lote de aluminato metálico alcalino, es sometida a una mezcla continua y a fondo y a agitación por un periodo del orden de los 20 minutos, mientras que la solución se mantiene a una temperatura que va desde los 93°C hasta los 120°C.

15           28.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorgánica de alta capacidad, según se describe en la reivindicación 13 en el que dicho aluminato es añadido a dicha solución de silicato a una tasa controlada con el fin de que el tiempo de adición no sea inferior a 10 minutos ni más prolongado de 60 minutos.

25           29.- Proceso perfeccionado para la sintetización de los materiales de intercambio con base cristalina inorgánica de alta capacidad, según se describe en la reivindicación 13 en el que dicha masa de reacción acuosa es sometida a un mezclado continuo durante y a lo largo de la precipitación para controlar el tamaño final de los cris  
30

tales.

5 30.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nico de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que la cristalización de dicho interme-  
dio precipitado se lleva a cabo a una temperatura que va  
desde los 78°C hasta los 110°C, a lo largo de un período  
de tiempo que se extiende desde 1 hasta 8 horas.

10 31.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nico de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que el lavado de dicha torta húmeda se -  
hace mediante una corriente contraria del citado líquido  
de lavado.

15 32.- Proceso perfeccionado para la síntetización de -  
los materiales de intercambio con base cristalina inorgá  
nico de alta capacidad, según se describe en la reivindi  
cación 13 en el que la mezcla del lote de aluminato metá  
lico alcalino es sometida a un mezclado continuo y a fon  
do y a agitación por un período del orden de los 20 minu  
tos, mientras que la solución es mantenida a una tempera  
tura que va desde los 93°C hasta los 120°C, el aluminato  
de metal alcalino es llevado hasta una temperatura que -  
va desde los 25°C hasta los 93°C antes de ser añadido -  
25 a la solución de reacción de silicato metálico alcalino;  
dicha solución de aluminato metálico alcalino tiene una  
concentración inicial que no es superior a 2 mols y una  
composición que va desde el 10 hasta el 14% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y -  
desde el 9 hasta el 13% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; el citado aluminato se  
30 añade a la solución de silicato citada, teniendo dicha -

solución de silicato una concentración inicial de no más  
de 1 mol, una concentración que va desde el 1 hasta el 7  
7% de  $\text{Na}_2\text{O}$  y del 6 al 12% de  $\text{SiO}_2$ , y siendo precalentada  
hasta desde 25°C a 83°C, a una velocidad controlada de  
5 forma que el tiempo de adición no sea inferior a 10 minu-  
tos ni superior a 60 minutos; el pH de dicha mezcla acu-  
sa se mantiene de 10.0 a 14.0 durante la precipitación  
del silicato aluminoso amorfo intermedio mediante el pre-  
vio mezclado de NaOH con dicha solución de aluminato y  
10 la temperatura de precipitación se mantiene entre los 30  
C y los 72,5°C, siendo sometido dicha masa de reacción  
acuosa a un mezclado continuo durante y a todo lo largo  
del precipitado para controlar el tamaño final del crys-  
tal, dicha cristalización del citado intermedio precipi-  
15 tado se lleva a cabo a una temperatura que va desde los  
78°C hasta los 110°C a lo largo de un periodo de tiempo  
desde 1 a 8 horas; y el lavado de dicha torta húmeda se  
hace por contracorriente de dicho líquido lavador.

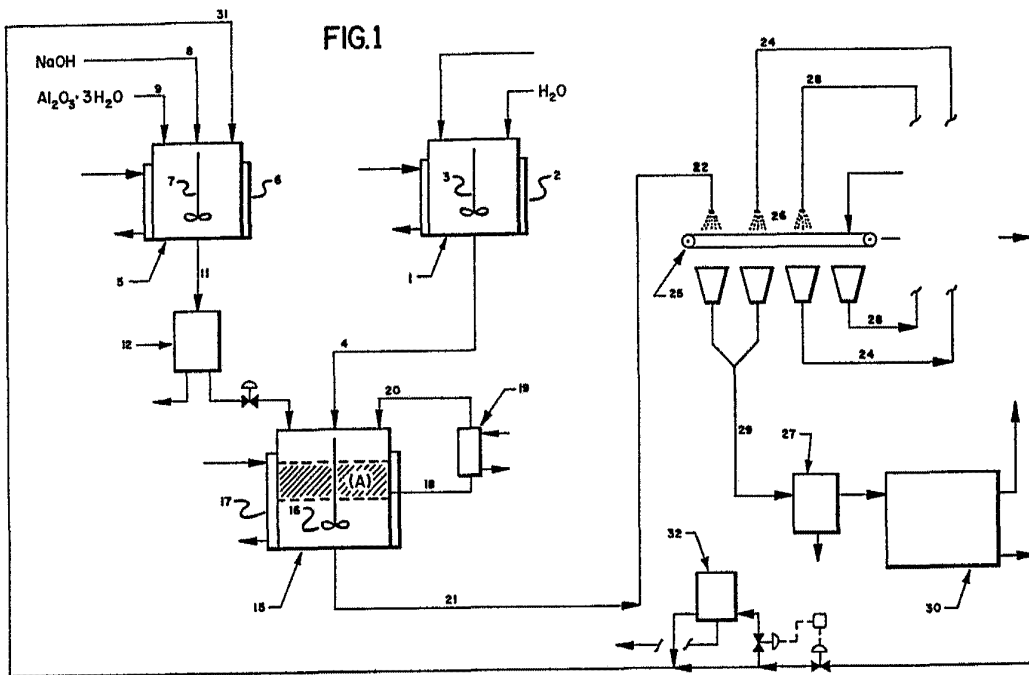
33.- PROCESO PERFECCIONADO PARA LA SINTETIZACION DE  
20 LOS MATERIALES DE INTERCAMBIO CON BASE CRISTALINA INORGA-  
NICA DE ALTA CALIDAD.

Todo conforme se describe en la Memoria que antecede,  
se ilustra como ejemplo de ejecución en los planos unidos  
a ella y se reivindica en.

25 Este Memoria consta de treinta y cuatro hojas foliadas  
escritas a Máquina por una sola cara y planos que la acom-  
pañan.

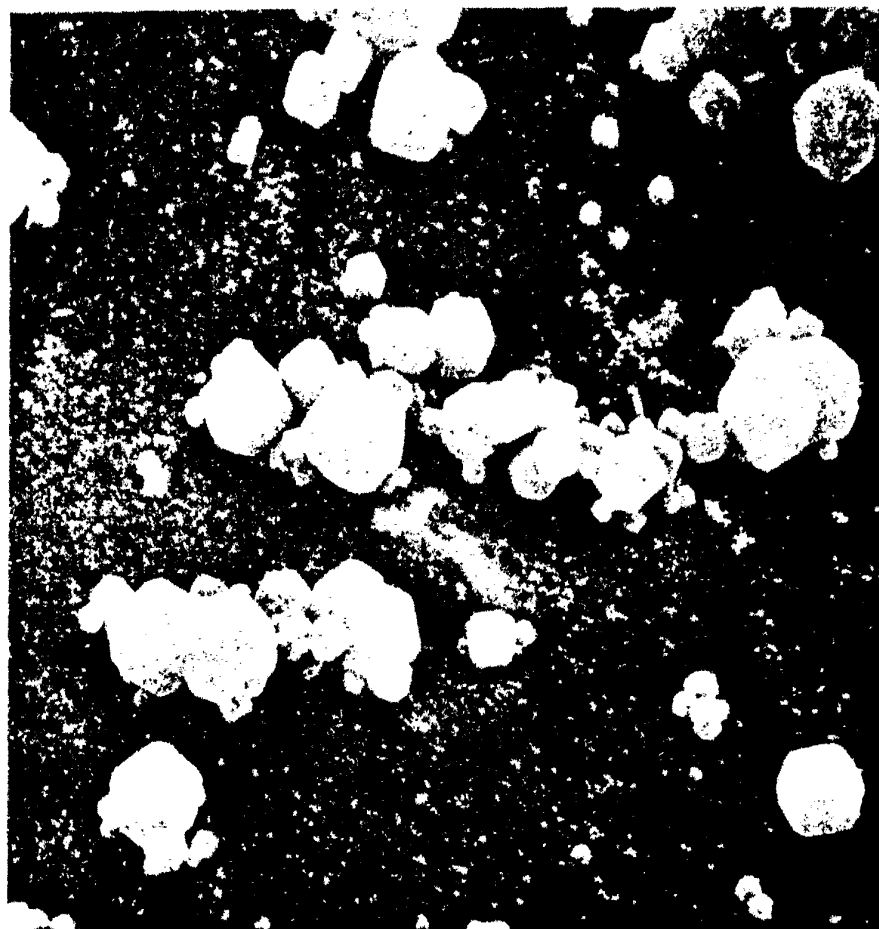
Madrid, 23 de Julio de 1976  
J.M. HUBER CORPORATION

P.A.



RECEIVED  
JAN 23 1975  
LAC

*[Handwritten signature]*

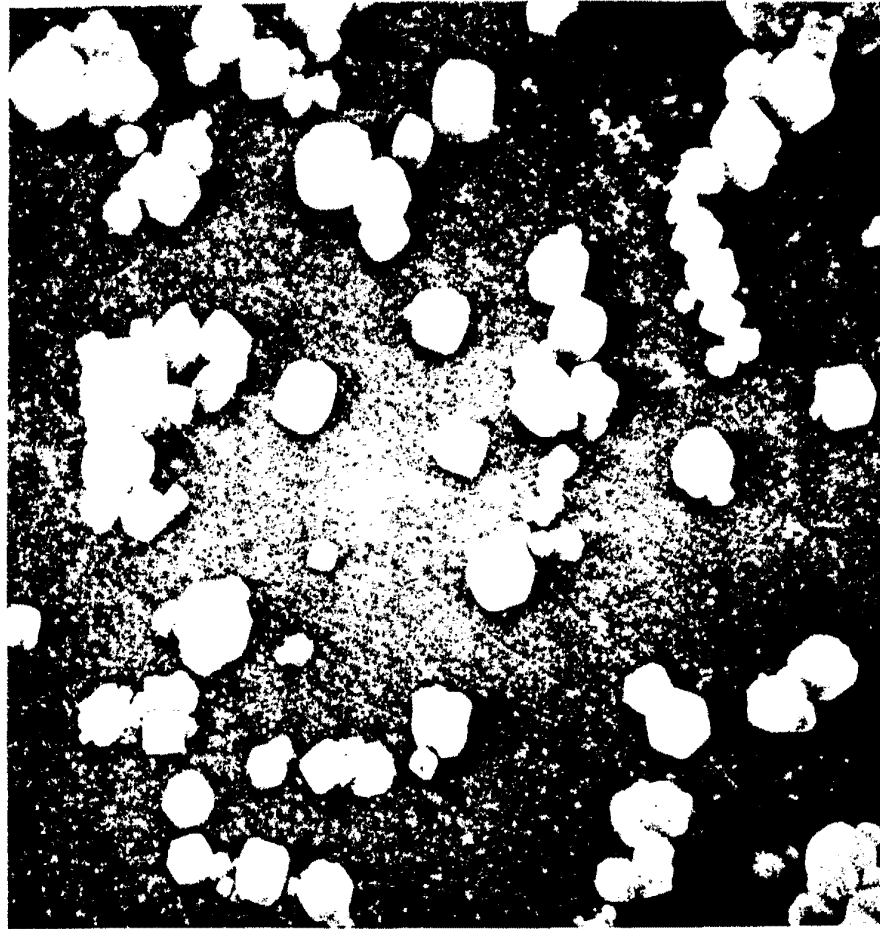


CH-246-41-1



FIG. 2

RECEIVED BY CLARK  
23 JUL 1978  
JMB

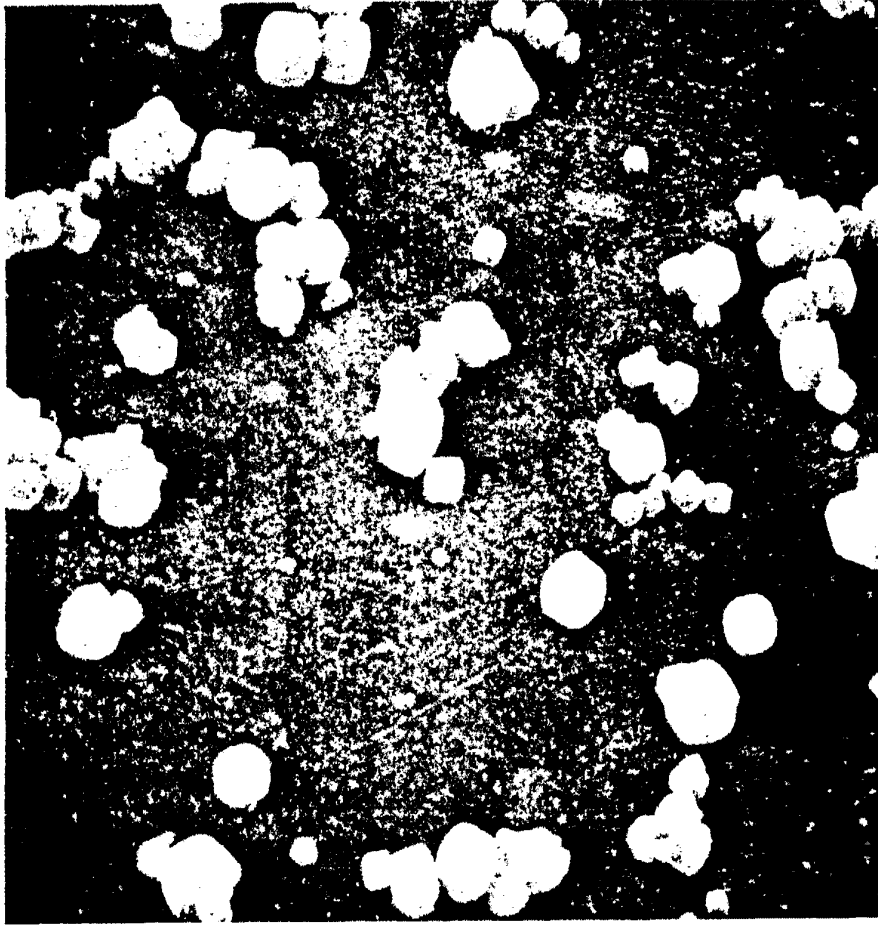


CH-246-44-1



FIG. 3

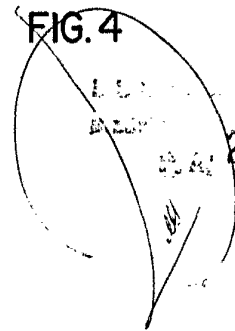
SEARCHED INDEXED  
SERIALIZED FILED  
APR 23 1976  
FBI - MEMPHIS  
*CM*



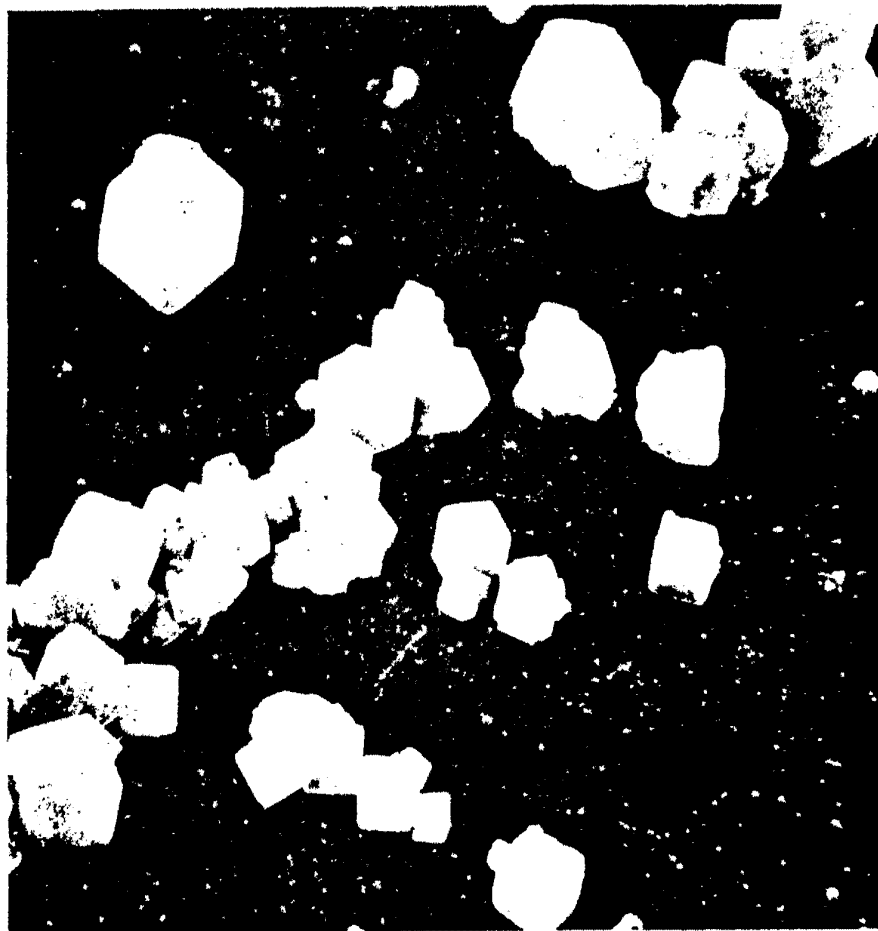
CH-246-45-1



FIG. 4



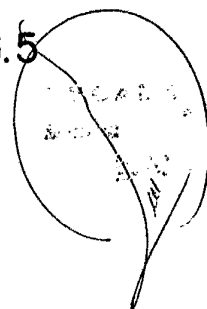
23 JUL 1971



CH-52-73



FIG. 5



JUL. 1973