

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO	10 A 1
	21 464398	
	22 FECHA DE PRESENTACION	
	5 DE 1977	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 26 35 357.1	6.8.76	República Fede ral Alemana.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01B / B01J	

64 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE SILICATOS DE ALUMINIO ZEOLITICOS POBRES EN HIERRO.

71 SOLICITANTE (S)
HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN y DEUTSCHE GOLD- UND SILBER-SCHIEDANSTALT VORMALS ROESSLER.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
el primero en Düsseldorf, República Federal Alemana y, el segundo, en 6000 Frankfurt, República Federal Alemana.

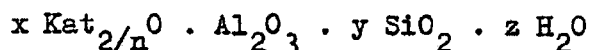
72 INVENTOR (ES)
Dr. Peter Christophliemk, Dr. Karl-Heinz Worms, Gerald Schreiber.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de silicatos de aluminio zeolíticos, pobres en hierro, a partir de materias primas minerales que contengan hierro, empleando un aditivo de trialcanolamina hidrosoluble en el tratamiento hidrotérmico.

Los silicatos de aluminio zeolíticos se caracterizan por la fórmula empírica general



En esta fórmula de óxido Kat es un catión intercambiable por otros cationes, de la valencia n, x es un número de 0,2 a 1,5, y, preferentemente, aproximadamente 1, y es un número superior a 1,5. El contenido en agua depende del grado de secado. La fórmula de arriba comprende un gran número de sustancias, que en su composición química frecuentemente se diferencian sólo muy poco, pero, sin embargo, considerablemente con respecto a su estructura y propiedades. Para su identificación se emplea, además de la composición química en los tipos cristalinos por lo general el diagrama de difracción de rayos X.

Las zeolitas sintéticas son de gran importancia industrial y se emplean como intercambiador de cationes, ante todo, para desendurecer el agua, como catalizadores en procesos químicos, como agentes de secado, de separación o bien de sorbción para disolventes y gases y como aditivos adyuvantes inorgánicos heterogéneos en los agentes de lavado y de limpieza. Según la finalidad, se necesitan tipos, grados de secado y de pureza diferentes.

De especial importancia técnica son los dos tipos de tamices moleculares A y X, que en la literatura también se denominan en forma diferente. El tamiz molecular del tipo A

tiene la fórmula de sumas $1.0 \pm 0.2 \text{Kat}_{2/n}^0 \cdot 1.0 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2.0 \pm 0.5 \text{SiO}_2 \cdot 0$ hasta 6 H_2O , el tamiz molecular del tipo X la composición más rica en silicato $0.9 \pm 0.2 \text{Kat}_{2/n}^0 \cdot 1.0 \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2.5 \pm 0.5 \text{SiO}_2 \cdot 0$ hasta 8 H_2O . Es usual preparar los tamices
5 moleculares primeramente en su forma sódica y transformar por intercambio de cationes en las otras formas (correspondiendo las formas de denominación NaA o bien NaX para las formas sódicas). El diagrama de inflexión de rayos X del tamiz molecular NaA se menciona, por ejemplo, en la publicación alemana
10 DAS 1 038 015 y 1 038 017, el diagrama de inflexión de rayos X del tamiz molecular NaX, por ejemplo, en la publicación alemana 1 038 016.

Otro silicato de sodio-aluminio zeolítico con importancia industrial cada vez mayor, es el tamiz molecular P
15 cúbico más rico en silicato, que entre otros también se denomina como "Zeolith P_c" o "Tamiz molecular B". El diagrama de difracción de rayos X está mencionado, por ejemplo, por D.W. Breck, "Zeolite Molecular Sieves", New York 1974, página 365.

En la fabricación de los tamices moleculares se
20 pueden diferenciar dos vías de síntesis en principio diferentes: La primera vía consiste en la cristalización de geles de silicato de alcali-aluminio, que se forman por la unión de soluciones, preferentemente totalmente disueltas de aluminato y silicato con exceso de alcali en el preparado. Por esta
25 vía de síntesis se pueden obtener productos intercambiadores de cationes, que contienen menos de 100 ppm de impurezas molestas. Estos procedimientos tienen, sin embargo, la desventaja de que son relativamente costosos, especialmente si se
30 tiene en consideración que los productos industriales empleados

como componentes de aluminato y silicato, también han de ser obtenidos primeramente.

5 La segunda vía de síntesis para la obtención de silicatos de aluminio zeolíticos consiste en la cristalización de componentes de aluminio-silicato minerales, en caso dado activados, en solución fuertemente alcalina.

10 Mediante el empleo de silicatos de aluminio minerales, ampliamente difundidos en la costra terrestre, se puede abaratar y simplificar considerablemente la obtención de los silicatos de aluminio zeolíticos. Como tales silicatos de aluminio minerales se pueden emplear arcillas (por ejemplo, atapulgita, bauxita, arcilla diaspórica), lavas de vidrio volcánicas (por ejemplo, obsidiano, perlita, retinita, piedra pómez), otros minerales no caolínicos no magnéticos (por ejemplo, 15 andalusita, albita, quianita, nefelina). Tales procedimientos se describen en la publicación alemana DAS 1 191 346. En especial entran en consideración los minerales del grupo caolinita (caolinita, nacrita, diquita y haloisita), denominados a continuación como "caolina".

20 Estos minerales, preferentemente la caolina y la piedra pómez, se pueden transformar, después de una activación, generalmente antepuesta, bajo proporciones molares adecuadas $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O}$ en el preparado por tratamiento hidrotérmico en solución fuertemente alcalina en zeolitas sintéticas de diferente grado de pureza. 25

Las caolinas comerciales, compuestas principalmente de minerales de arcilla del grupo caolinita, de la composición química general $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2 \text{SiO}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ se pueden (después de su activación) transformar por un breve tratamiento 30 hidrotérmico con lejía sódica a temperaturas superiores a la

temperatura ambiente, preferentemente por encima de 70°C, según las impurezas casi totalmente en el silicato de aluminio intercambiador de cationes del tipo NaA.

5 En la transformación de caolina en tamices moleculares ricos en silicato, tales como, por ejemplo, NaX o P_c, es necesaria una "silicatización" del preparado por adición de ulteriores componentes de silicato reactivos, preferentemente solubles, tal como, por ejemplo, solución de silicato, vidrio en trozos, metasilicato sódico, ácido silícico de precipitación y similares conforme a las proporciones molares deseadas en el preparado.

10 La activación se puede efectuar por una calcinación anteaconectada a 550 - 900°C; de esta manera se transforma la caolina en metacaolina $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2$ anhidro, desestructurada y, por lo tanto, amorfa a los rayos X. En las modificaciones del procedimiento se efectúa la activación térmica en presencia de alcali y, en caso dado, silicato a temperaturas de 250 - 500°C. La caolina se puede, sin embargo, también activar por una molturación a fondo o mediante tratamiento con ácido.

20 Las zeolitas de aluminio-silicato del tipo P de la composición

$1 \pm 0,2 Na_2O : 1 Al_2O_3 : 4,0 \pm 1,3 SiO_2 : y H_2O$ (y = 2 hasta 7) preferentemente

25 $1 \pm 0,1 Na_2O : 1 Al_2O_3 : 3,6 \pm 0,8 SiO_2 : y H_2O$ (y = 2 hasta 7)

se pueden obtener de caolina, preparando una mezcla de caolina desestructurada, hidróxido sódico y dióxido de silicio o de un compuesto, que bajo las condiciones indicadas a continuación es capaz de suministrar dióxido de silicio, y agua,

seleccionándose las proporciones de los reactantes, de manera que la composición de la mezcla de reacción en el preparado se encuentre en la zona de las proporciones molares 3 hasta 10 $\text{Na}_2\text{O} : 1 \text{Al}_2\text{O}_3 : 3$ hasta 10 $\text{SiO}_2 : 100$ hasta 500 H_2O ,
5 bajo la condición de que la proporción molar $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O}$ sea igual o superior a 1, y la cristalización a continuación se realice preferentemente bajo agitación a temperaturas superiores a 95°C en el transcurso de 24 horas.

10 Por el contrario, los vidrios vulcánicos se encuentran desde un principio amorfos a los rayos X. Por lo tanto, se puede prescindir en la mayoría de los casos de una ulterior desestructuración.

15 El tratamiento a alta temperatura en presencia de potasa caústica (y, en caso dado, ulteriores componentes) a temperaturas preferentemente por debajo de 500°C es aquí un método usual para la activación adicional. Como estas lavas de cristal generalmente presentan un alto exceso en silicato (proporción molar $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ en la mayoría de los casos superior a 6, en caso dado hasta superior a 10), se deben enriquecer los preparados para la obtención de los tamices moleculares del tipo A y X más pobres en silicatos en forma correspondiente con componentes de aluminato. La piedra pómez es una tierra vulcánica ampliamente difundida. Además de los componentes principales Al_2O_3 y SiO_2 ya contiene cantidades apreciables (hasta un 10 %) de óxidos alcalinos.
20
25

30 Los silicatos de aluminio caolínicos y vulcánicos empleados preferentemente para la transformación en tamices moleculares zeolíticos presentan siempre un contenido apreciable de impurezas, tales como CaO , MgO , TiO_2 , Fe_2O_3 y óxidos de metales similares, que en la piedra pómez es especialmente

alto.

De estas impurezas se destaca en el ulterior empleo de los tamices moleculares resultantes en forma negativa, ante todo el óxido de hierro, por ejemplo, al emplear los productos como catalizador en procesos químicos. Los tamices moleculares que contienen hierro repercuten tanto en mezcla en sólidos, como también en una suspensión en forma desestabilizante sobre los percompuestos presentes.

Los métodos hasta ahora descritos para reducir el contenido en hierro en los silicatos de aluminio minerales aportan, con un gasto relativamente alto, un resultado sólo reducido. Así se ha propuesto especialmente el tratar la caolina en solución ácida con agentes reductores y resinas intercambiadoras orgánicas. Las resinas intercambiadoras cargadas con hierro se eliminan de la suspensión por tamizado. Un tratamiento previo ácido de éstos resulta inconveniente, especialmente también debido a que la transformación ulterior de los silicatos de aluminio a tamices moleculares se efectúa en solución fuertemente alcalina.

Se ha descubierto ahora un procedimiento para, en una reacción "de un solo recipiente" durante el tratamiento hidrotérmico de los silicatos de aluminio minerales en solución fuertemente alcalina reducir considerablemente el contenido en hierro residual de los silicatos de aluminio zeolíticos resultantes sin pérdida de las propiedades del tamiz molecular.

El nuevo procedimiento para la obtención de silicatos de aluminio zeolíticos, pobres en hierro, a partir de materias primas de aluminio-silicato mineral, que contiene hierro, en caso dado previamente activados, bajo proporciones molares

adecuadas $\text{Na}_2\text{O} : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{SiO}_2 : \text{H}_2\text{O}$ en el preparado por tratamiento hidrotérmico en presencia de potasa cáustica y, en caso dado, silicato alcalino, se caracteriza porque la cristalización se realiza en solución fuertemente alcalina bajo
5 adición de trialcanolaminas hidrosolubles.

La adición de trialcanolamina asciende a un 1 hasta 100 % en peso, preferentemente aproximadamente un 3 hasta 25 % en peso, referido al silicato de aluminio mineral empleado.

Como trialquilolamina se han acreditado aquí especialmente la trietanolamina y la triisopropanolamina. Al emplear trialquilolamina no es necesaria ninguna variación de las condiciones de reacción. La trialquilolamina hidrosoluble, líquida, se vierte antes o al comenzar la cristalización al
10 preparado. Las condiciones de reacción, que conducen a una rápida transformación de los silicatos de aluminio minerales amorfos a los rayos X a silicatos de aluminio zeolíticos cristalinos, permiten también un empleo óptimo de la trialquilolamina, así, ante todo, una alta concentración de alcali en el
15 preparado y una temperatura de cristalización de, preferentemente, superior a 70°C .

En el tratamiento hidrotérmico de los silicatos de aluminio minerales sin la silicatización adicional, esto es, sin la adición de ulterior silicato preferentemente soluble, se precisan para el desarrollo completo de la eficacia de las
25 trialquilolaminas como mínimo un 5 % en peso de alcali cáustico, referido al contenido de agua en el preparado; preferentemente se efectúa el tratamiento hidrotérmico en presencia de trietanolamina como mínimo con un 10 % de lejía sódica.

En la silicatización del preparado, por ejemplo,
30 para obtener los tipos NaX o P ricos en silicato, se necesita

para la disolución del silicato adicionalmente introducido al-
cali cáustico adicional en el preparado. Para el desarrollo
óptimo de la eficacia de la trialquilolamina debiera ascender
la cantidad adicional de alcali cáustico como mínimo a un 25 %
5 en peso, referido al SiO_2 adicional en el preparado. Al emplear
soluciones de silicato industriales la cantidad necesaria de
alcali adicional ya está contenido en la solución de silicato.
Las soluciones de silicato contienen por regla general hasta
más de la cantidad de alcali necesaria.

10 También en los preparados en autoclave a temperatu-
ras superiores a 100°C se puede emplear trialquilolamina. A
pesar de la disminución en parte considerable del tiempo de
reacción necesario, no tiene preferencia en la obtención de los
tamices moleculares los preparados en autoclave, y esto ya
15 por lo general debido a los gastos más elevados.

Al emplear una caolina con un contenido inicial en
hierro de aproximadamente un 0,7 % de Fe_2O_3 , se puede reducir
el contenido en hierro residual a aproximadamente un 0,1 %.
Esta disminución es importante para la técnica de aplicación
20 y se aprecia en una elevación del grado de blancura y, por
ejemplo, en una disminución del efecto desestabilizador en
presencia de percompuestos. Al emplear silicatos de aluminio
minerales con un 1 hasta 2 % de Fe_2O_3 se puede reducir, al
agregar trialquilolamina, el contenido en hierro residual has-
25 ta un 0,2 % de Fe_2O_3 . Al emplear piedra pómez comercial como
silicato de aluminio mineral (con un contenido de hierro ini-
cial de aproximadamente un 2 % de Fe_2O_3) se aprecia en forma
convinciente la influencia de la trialquilolamina. Mientras sin
trialquilolamina se obtienen productos marrones con un mínimo
30 de un 2 % de Fe_2O_3 resultan los silicatos de aluminio después

del tratamiento según la presente invención con trialquilolaminas puramente blancos. Como el contenido en hierro residual no se puede, sin embargo, reducir arbitrariamente, se deben emplear, para obtener productos pobres en hierro con
5 menos de un 0,1 % de Fe_2O_3 unos productos de partida lo más pobres en hierro con menos de un 0,6 % de Fe_2O_3 .

Para una realización económica del procedimiento en la transformación hidrotérmica de silicatos de aluminio minerales en tamices moleculares, es conveniente un reciclado
10 completo o como mínimo parcial y, en caso dado, regeneración de las lejías madre.

Un reciclado de las lejías madre se deberá desear por razones económicas y ecológicas especialmente cuando el preparado contiene mucho alcali cáustico y/o silicato soluble
15 y/o trialquilolamina. Al agregar trialquilolamina en alto exceso se pueden reciclar los filtrados después de ajustar las proporciones molares y adición del silicato de aluminio mineral, en caso dado, hasta sin la ulterior adición de trialquilolamina. Las veces que se pueda volver a utilizar el filtra-
20 do dependen, además de las condiciones del preparado, en gran escala de las impurezas del silicato de aluminio mineral empleado.

El contenido en hierro de los filtrados se pueden reducir empleando intercambiadores de iones orgánicos en fase
25 heterogénea con alquilinidad más reducida.

Ejemplo 1

Las cuatro caolinas muy distintas en su composición (ante todo en su contenido inicial de hierro) Bolus alba, CHINA CLAY M 501, Clay T 80, así como Satintona (véase tabla

1 - 2) se transformaron para su comparación primeramente sin la adición de trialcanolaminas por tratamiento hidrotérmico con lejía sódica en el tamiz molecular NaA.

5 El Bolus alba y Clay T 80 se activaron previamente calentando durante una hora a 700°C en un horno; el CHINA CLAY M 501 y la Satintona se suministran ya calcinados en el mercado. La comprobación gráfica de rayos X de la metacaolina demostró que éstas eran amorfas a los rayos X (composición química y contenido residual en hierro véase tabla 2).

10 La suspensión de, en cada caso 100 g de metacaolina + 500 g de lejía sódica al 20 % se agitaron en un matraz de tres cuellos de 1 litro de capacidad, dotado de agitador y refrigerador de reflujo, durante 1 hora a 80°C. Después se separó el sólido por filtración, se
15 lavó ampliamente libre de alcali con agua desionizada (pH del agua de lavado 9) y se secó durante algunas horas a unos 100°C en el armario secador de vacío. Los productos se pudieron identificar por gráfica de rayos X como tamices moleculares altamente cristalinos NaA sin ulteriores componentes cristalinos. Los productos presentan un color sólo ligeramente me-
20 nos intenso que las metacaolinas empleadas.

Ejemplo 2

25 La transformación hidrotérmica de las caolinas se repitió, por lo demás, bajo las mismas condiciones de preparado y reacción bajo adición de 5 g de trietanolamina a la suspensión. Los productos mostraban, con propiedades iguales y con posición mantenida igual de los componentes principales, un contenido en hierro residual claramente más reducido (véase tabla 2) y un grado de blancura incrementado.

Ejemplo 3

En analogía al ejemplo 2 se emplearon 25 g de triiso-
 propanolamina y Clay T 80 calcinado como metacaolina. El tamiz
 molecular NaA resultante presentaba en comparación con una
 5 muestra ciega un contenido en hierro residual considerable-
 mente más reducido de sólo un 0,2 % de Fe_2O_3 (véase tabla II).

Ejemplo 4 (Ejemplo comparativo)

El tratamiento hidrotérmico de Bolus alba (calcina-
 do) en forma correspondiente al ejemplo 1 se realizó bajo adi-
 10 ción de 25 g de gluconato sódico. En comparación con la mues-
 tra ciega, este producto presentaba sólo un contenido en hierro
 residual ligeramente más reducido de un 0,42 % de Fe_2O_3
 (véase tabla II).

Tabla I: Composición química de los silicatos de aluminio mi-
 15 neral empleados en los ejemplos (caolina y piedra pómez moltu-
 rada) referido a la sustancia calcinada = anhídoro.

Denomi- nación	Composición química (%)							
	SiO_2	Al_2O_3	Na_2O	K_2O	TiO_2	CaO	MgO	Fe_2O_3
20 CHINA CLAY M 501	54,0	43,0	0,1	1,2	0,1	0,1	0,1	0,66
Bolus alba	53,2	44,0	0,1	1,2	0,1	0,2	0,2	0,81
Clay T 80	51,0	45,7			1,5			1,51
25 Satinto- na	52,0	44,5	0,3	0,3	1,7	0,2		0,49
Piedra pómez moltu- rada	73,3	13,0	4,5	5,0				1,95

5 Tabla 2: Diferente contenido de hierro residual en el tamiz molecular NaA altamente cristalino, que se preparó bajo condiciones de preparado una parte de metacaolina y 5 partes de lejía sódica al 20 % con y sin la adición de formadores de complejos de distintas caolinas (ejemplo 1 - 4).

10	Ejemplo n°	Metacaolina (calcínada)	Aditivo formador de complejo (formador de complejo en % en peso o bien metacaolina)	Contenido residual ^{a)} de Fe ₂ O ₃ en el producto ³
	1	Bolus alba		0,58
		M 501	ningún aditivo	0,60
		Clay T 80		1,05
		Satintona		0,37
15	2	Bolus alba		0,20
		M 501	5 % de trietanolamina	0,11
		Clay T 80		0,20
		Satintona		0,08
20	3	Clay T 80	15 % de triisopropanolamina	0,20
	4	Bolus alba	25 % de gluconato sódico	0,42

a) referido al producto intercambiador de cationes anhídrico (NaA)

25 Ejemplos 5 - 7

30 Para obtener el tamiz molecular NaX altamente cristalino se agitó CHINA CLAY M 501 en las proporciones indicadas (véase tabla 3) con NaOH (pulverizado), silicato y agua y se calentó a 70°C, se llenó en botellas de vidrio y se cubrió con una lámina. Las botellas se colocaron en el armario

calentador y se dejaron durante 24 horas a 90°C. Después se separaron los sólidos por filtración, se lavaron ampliamente libres de alcali (pH 9) y se secaron durante varias horas en el armario secador de vacío (40 Torr/100°C).

- 5 Se efectuaron los ensayos con trietanolamina en forma correspondiente. El contenido de hierro residual de los productos en dependencia del preparado y del contenido de trietanolamina se desprende de la tabla 3. Todos los productos muestran en un difractograma de rayos X un tamiz molecular
- 10 NaX altamente cristalino.

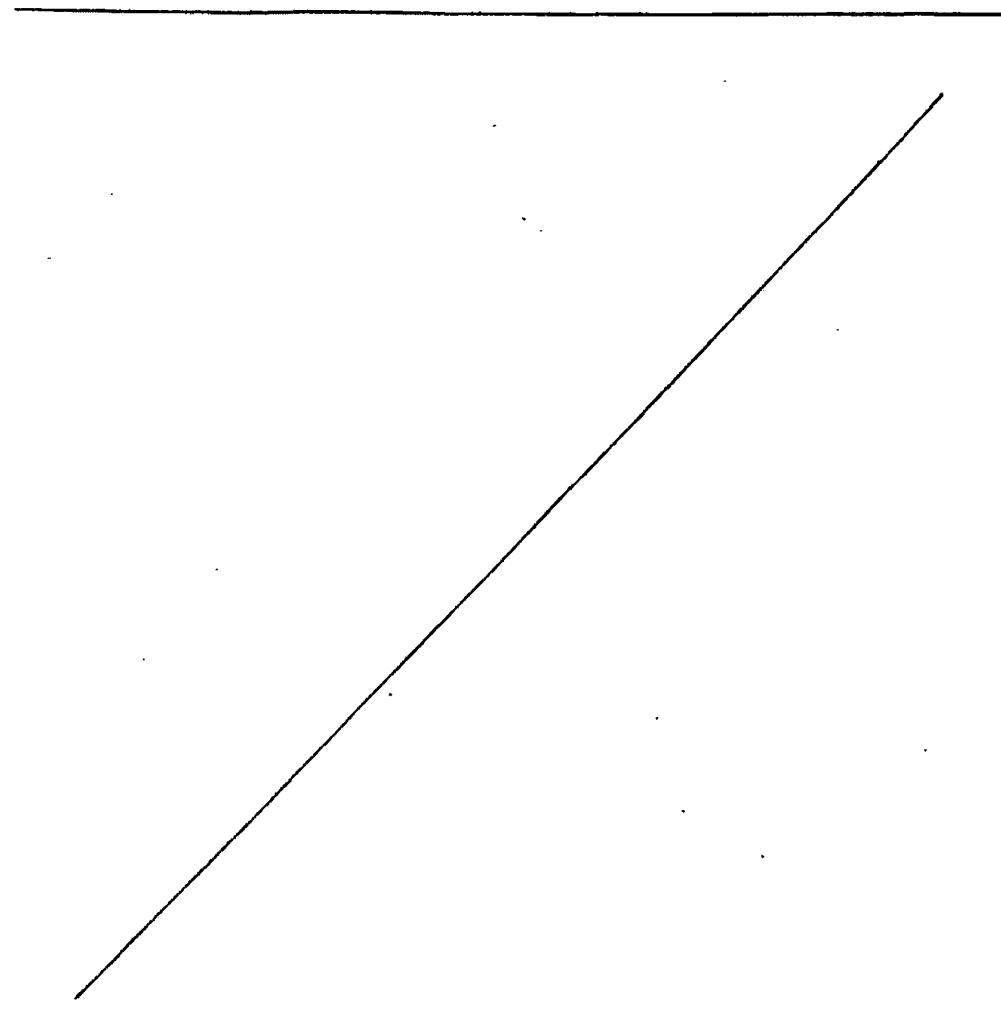


Tabla 3

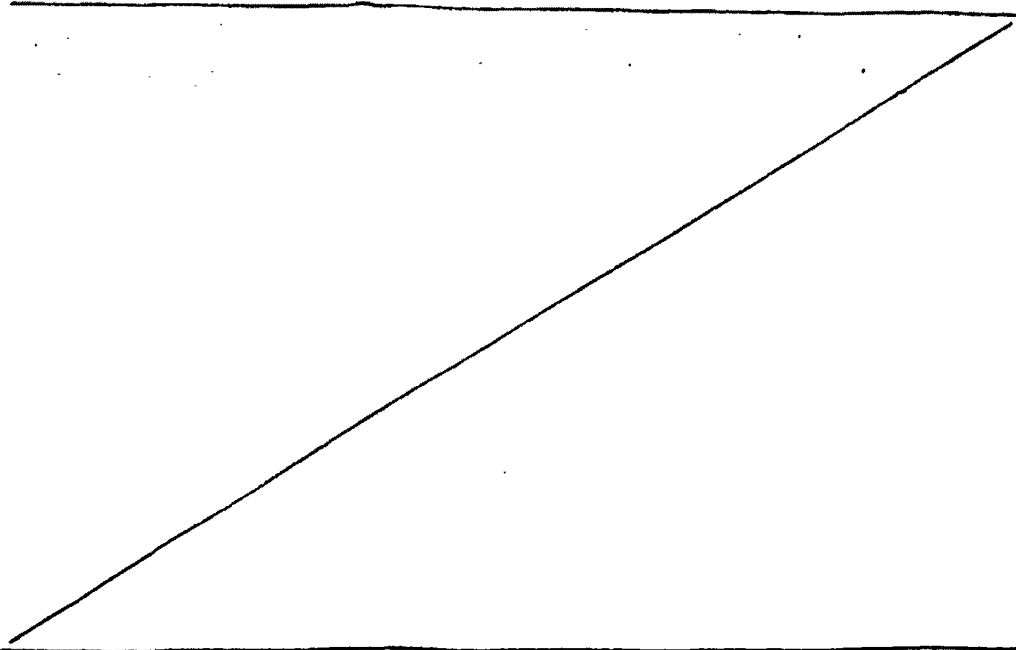
Diferente contenido en hierro residual del tamiz molecular NaX altamente cristalino, que se obtuvo bajo distintas proporciones molares en el preparado de CHINA CLAY M 501 con y sin la adición de trietanolamina (véase ejemplos 5 - 7).

5

Ejemplo	Proporción molar en el preparado				Materiales empleados					Cantidades en g	Contenido residual Fe_2O_3 b)
	Na_2O	Al_2O_3	SiO_2	H_2O	M 501	NaOH	Silicato a)	H_2O	Trietanolamina		
5	5	1	3	300	25	43.9	25.1	582	-	5	0.61
									5	0.22	
									10	0.19	
6	5	1	5	300	25	37.7	75.3	551	-	5	0.65
									5	0.22	
									10	0.22	
7	7.5	1	5	300	25	60.4	75.3	545	-	5	0.62
									5	0.20	
									10	0.21	

a) Solución de silicato con un 8 % en peso de Na_2O y 26.9 % en peso de SiO_2

b) Referido al producto intercambiador de cationes anhidro

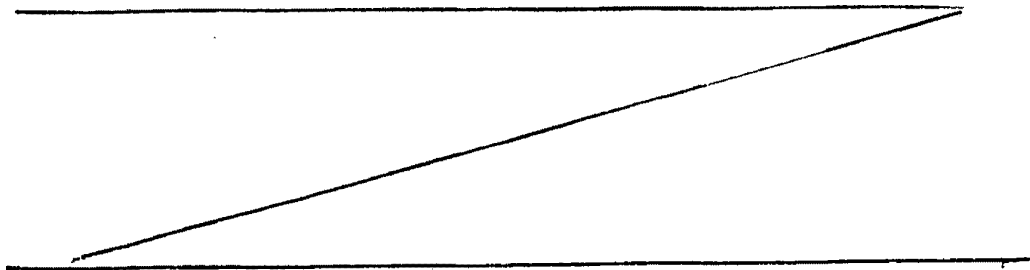


Ejemplo 8

50 g de piedra pómez finísimamente molturada se mezclaron con 500 g de lejía sódica al 10 % y se agitó durante 6 horas bajo reflujo. El sólido se elaboró como en los ejemplos anteriores. El producto se pudo identificar como tamiz molecular P cúbico, altamente cristalino, de buen intercambio de cationes, y presentaba debido a su contenido en hierro muy alto de un 3,2 % de Fe_2O_3 un color amarillo-marrón. Este claro aumento del contenido residual de hierro en el silicato de sodio-aluminio en comparación con la piedra pómez, se debe a una solución de silicato (alto exceso en el silicato de aluminio mineral) en la lejía sódica.

Si se repite el ensayo bajo adición de 25 g de trietanolamina se obtiene un silicato de sodio-aluminio blanco puro con propiedades de tamiz molecular prácticamente invariadas y un contenido residual de hierro de sólo un 0,31 % de Fe_2O_3 (referido al producto anhidro). Al agregar 50 g de trietanolamina ascendió el contenido residual de hierro sólo a un 0,23 % de Fe_2O_3 .

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de silicatos de aluminio zeolíticos, pobres en hierro, a partir de materias primas de aluminio-silicato, minerales, en caso dado previamente activadas, bajo proporciones molares adecuadas de $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3 : \text{H}_2\text{O}$ en el preparado por tratamiento hidrotérmico en presencia de alcalis cáusticos y, en caso dado, silicato alcalino, caracterizado porque la cristalización se realiza en solución fuertemente alcalina bajo adición de trialcanolaminas hidrosolubles.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de trialcanolamina asciende a 1 - 100 % en peso, preferentemente 3 - 25 % en peso, referido al silicato de aluminio mineral empleado.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1 y 2, caracterizado porque la cristalización se efectúa en solución fuertemente alcalina bajo adición de trietanolamina y/o trisopropanolamina.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 3, caracterizado porque la cristalización se efectúa a temperaturas superiores a 70°C .

5.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 4, caracterizado porque la cristalización se efectúa en una solución alcalina, que sin adición de ulterior silicato soluble contiene como mínimo 5, preferentemente como mínimo 10 % en peso de NaOH, referido al contenido de agua en el preparado.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 5, caracterizado porque el procedimiento se efectúa con materias primas de silicato de aluminio mineral, preferentemente caoli-

na, que tienen un contenido de hierro inicial de menos de un 0,6 % en peso de Fe_2O_3 .

5 7.- Procedimiento según la reivindicación 1 - 6, caracterizado porque las lejías madre separadas después de la cristalización y, en caso dado, regeneradas se vuelven a emplear.

8.- Procedimiento para la obtención de silicatos de aluminio zeolíticos pobres en hierro, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 5 AGO. 1977

HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT
AUF AKTIEN.

J. M. Cu
P. P. Firmado J. Suarez D.

