



28 MAR. 1978
CONCEDIDA

10 ES	11 NUMERO	10 A1
21	7462.202	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	8.9.77	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 26 51 384.8-41	11.11.76	Rep. Fed. Al.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01B	

54 TITULO DE LA INVENCION

"PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE POLVOS VOLATILES RESIDUALES QUE CONTIENEN DIOXIDO DE SILICIO"

71 SOLICITANTE (S)

1) DEUSCHE GOLD- UND SILBER-SCHEIDEANSTALT VORMALS ROESSLER y 2) HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN (PAT/EL)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

1) Weissfrauenstrasse 9, 6000 Frankfurt 1, República Federal Alemana y 2) Henkelstrasse 67, 4000 Düsseldorf, República Federal Alemana

72 INVENTOR (ES)

Karl Achenbach y Dr. Günter Türk

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 66.687)

1 La invención se refiere a un procedimiento para
el tratamiento o recuperación y utilización de polvos vo-
látiles residuales, que contienen dióxido de silicio, pro-
cedentes de la preparación de silicio metálico y de alea-
5 ciones de silicio para formar tamiz molecular cristalino
zeolítico del tipo A.

Para la preparación de silicatos de metales al-
calinos, cuya solución acuosa se utiliza también en combi-
nación con aluminato sódico y lejía de sosa mediante méto-
10 dos de precipitación especiales para obtener zeolitas, se
conocen diferentes procedimientos:

En el caso del procedimiento de fusión, que se
practica predominantemente en la actualidad, se hace reac-
cionar dióxido de silicio (cuarzo) con carbonato de sodio
15 en la masa fundida a temperaturas elevadas. Este procedi-
miento de fusión presenta el inconveniente de que para su
realización se requiere un consumo considerable de ener-
gía. Además, el procedimiento de fusión requiere aparatos
costosos y exige por ello fuertes inversiones. Debido a
20 la elevada temperatura de servicio, las masas fundidas,
el techo del horno y los recuperadores están expuestos a
un desgaste elevado. El procedimiento de fusión se carac-
teriza además por una selección especialmente cuidadosa
de la arena de cuarzo utilizada, especialmente con respec-
25 to al contenido de hierro y de aluminio. (Ullmann's Enzy-
klopädie der technischen Chemie, volumen 15, 3ª edición,
página 732).

En el caso del procedimiento de disgregación por
vía húmeda, asimismo conocido es difícil de realizar la
30 reacción de modo cuantitativo, pues si se utiliza arena --

1 natural ésta sólo reacciona de forma relativamente lenta
e incompleta. Según este procedimiento de disgregación
por vía húmeda sólo se puede trabajar discontinuamente en
un autoclave y por tanto con un consumo elevado de traba-
5 jo y de energía. El vidrio soluble retirado está diluido
y da lugar a gastos elevados durante el transporte. (Ull-
mann's Enzyklopädie der technischen Chemie, volumen 15,
3ª edición, página 736).

10 Para evitar parcialmente los inconvenientes se-
ñalados anteriormente se utilizan como material de parti-
da para la preparación de silicatos de metales alcalinos
arenas volcánicas que se presentan en la naturaleza en el
Japón.

15 Se ha propuesto también ya utilizar como punto
de partida para la preparación de silicatos de metales al-
calinos especialmente puros - especialmente para fines --
científicos - ácidos silícicos amorfos, de gran pureza
desde el punto de vista químico, obtenidos por vía piro-
génica (Ullmann's Enzyklopädie der technischen Chemie, vo-
20 lumen 15, 3ª edición, página 733). Este método de prepa-
ración tiene sin embargo el inconveniente de que, debido
a los elevados costes del material de partida, la solución
de silicato de metal alcalino obtenida sólo se puede uti-
lizar para fines especiales, pero no sobre una base más
25 amplia desde el punto de vista tecnológico.

Para la obtención de soluciones de vidrio solu-
ble a partir de productos de desecho industriales se ha
partido también de tratar ácidos silícicos residuales, tal
como resultan en la preparación de Na_3AlF_6 , AlF_3 , NaF y HF
30 a partir del ácido hexafluorosilícico procedente del pro-

1 ceso al que se somete el fosfato bruto $\text{-H}_2\text{SiF}_6\text{-}$ (Memoria
de la patente alemana 22 19 503). Sin embargo sólo se ob-
tiene un vidrio soluble con una estabilidad limitada, pues
los iones fluoruro, que no pueden eliminarse totalmente,
5 catalizan la polimerización de la solución de vidrio so-
luble. Además de ello, el contenido de fluoruro venenoso
perturba en el tratamiento ulterior de este material. Re-
cientemente se ha intentado someter a tratamiento otros
productos de desecho, que contienen mucho ácido silícico,
10 para formar vidrio soluble: Así, en la obtención de carbu-
ro de silicio, que se prepara en un horno eléctrico me-
diante procedimientos metalúrgicos, resulta como producto
de reacción una gran cantidad de gases húmedos, que al --
principio contienen monóxido de silicio, y que a continua-
15 ción se oxidan al penetrar oxígeno del aire para formar
dióxido de silicio muy disperso. Adicionalmente a esto
los gases de reacción contienen también impurezas sólidas,
que juntamente con el dióxido de silicio se separan de los
gases de escape en cantidades considerables como polvo vo-
20 látil. El polvo volátil resultante posee un elevado con-
tenido de SiO_2 amorfo. Como impurezas se encuentran, jun-
to a otros óxidos tales como Fe_2O_3 , Al_2O_3 , MgO y CaO , tam-
bién el carbono utilizado como agente reductor en forma
de grafito en los electrodos. Aquel llega al gas de esca-
25 pe en forma finamente dividida y confiere al polvo volátil
una coloración gris-negra. Además los productos de depo-
sición, contienen impurezas procedentes de la reacción de
cuarzo con coque de petróleo por ejemplo. Además están
contenidas en el polvo volátil las sustancias orgánicas
30 formadas mediante descomposición térmica a partir de al-

1 - quitrán de hulla o de dextrinas utilizadas como aglutinan
te en el material para electrodos, las cuales pasan como
productos de craqueo o descomposición térmica al gas de
escape que contiene SiO_2 . Estas sustancias son adsorbi-
5 das firmemente por el ácido silícico, de partículas extre-
madamente finas, del polvo residual.

Polvo volátil residual resulta también en can-
tidades considerables en la preparación de aleaciones de
ferrosilicio. Así, en la preparación por reducción de --
10 una tonelada de aleación de ferrosilicio se forman 0,2 a
0,5 toneladas del polvo. Ciertamente se ha intentado vol-
ver a utilizar este polvo mediante recirculación al horno
eléctrico, pero debido a la necesidad de un proceso de --
granulación aquélla es poco rentable. Como hasta ahora
15 no ha resultado ninguna posibilidad técnicamente importan-
te de utilización y practicable desde el punto de vista
económico, según sea la situación de la fábrica, el polvo
volátil residual o bien se cede como humo blanco (aerosol)
a la atmósfera y constituye la causa de una contaminación
20 grave del aire, o se acumula en el mar y se introduce en
ríos o se lleva a vertederos.

Ciertamente se ha propuesto ya el tratamiento
químico de polvos volátiles residuales que contienen áci-
do silícico mediante disgregación con hidróxido de metal
25 alcalino en el procedimiento húmedo. En este caso, a par-
tir de las soluciones impuras de vidrio soluble obtenidas,
se consiguen por medio de ácido geles de sílice, que, no
obstante, debido a las impurezas sólidas y solubles mencio-
nadas anteriormente, sólo pueden utilizarse de forma res-
30 tringida (publicación de patente japonesa = JA-OS ShO --

13097

**POOR
QUALITY**

1 49-134599, JA-OS Sho 49-134593).

En la solicitud de patente alemana P 26 09 831.7, no publicada previamente, de prioridad anterior, se describe un procedimiento para el tratamiento de polvos volátiles residuales que contienen dióxido de silicio para --
5 formar ácido silícico de precipitación y silicatos, cuya característica es la combinación de las siguientes etapas de procedimiento:

I. Disolución del polvo volátil en una solución
10 de hidróxido de metal alcalino con formación de una solución de silicato de metal alcalino de módulo elevado ---
($\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$).

15 II. Purificación de esta solución de silicato de metal alcalino respecto de componentes orgánicos mediante tratamiento con carbón activo y/o agentes oxidantes y separación del residuo negro no disgregable respecto de la solución.

20 III. Reacción de la solución de silicato de metal alcalino, purificada, con ácidos y/o sales de aluminio y calcio o magnesio a temperaturas comprendidas en el margen entre 60 y 110°C en el margen de pH de 1 a 12, subsiguiente filtración, lavado y secado de la pasta de la torta de filtración así como desmenuzamiento del granulado del secador para obtener ácidos silícicos de precipitación puros, amorfos, de partículas finas.
25

Aun cuando con ayuda de este procedimiento combinado existe actualmente por vez primera la posibilidad de llevar a una utilización técnica a los polvos residuales que contaminan el medio ambiente, se requieren esfuerzos adicionales para utilizar convenientemente mediante --
30

1 transformación química los polvos cuya peligrosidad toxicológica ha sido puesta de manifiesto varias veces recientemente (J.C.A., DAVIES, The Central African Journal of Medicine, volumen 20, (número 7), julio 1974, páginas 140-143 y D.M. TAYLOR, J.C.A. DAVIES, The Central African Journal of Medicine, volumen 21 (Número 4), abril 1975, páginas 67 - 71).

5 A la invención le incumbió por ello señalar un procedimiento químico para el tratamiento de polvos volátiles residuales que contengan dióxido de silicio, procedentes de la preparación de silicio metálico y aleaciones de silicio para formar tamiz molecular cristalino zeolítico del tipo A. Tamiz molecular zeolítico del tipo A es un producto de gran calidad con amplias posibilidades de
10 utilización, por ejemplo como mejorador de detergencia -- inorgánico heterogéneo intercambiador de iones en modernos agentes de lavado, como agente de adsorción para el secado de gases y líquidos, como agente de separación para la descomposición de mezclas de gases, como catalizador y como componente de catalizadores, como intercambiador de iones para agua potable y aguas residuales industriales.
15
20

El procedimiento según la invención se caracteriza por el hecho de que

25 I. los polvos volátiles se disuelven en solución de hidróxido de metal alcalino a temperaturas comprendidas en el intervalo de 60 a 110°C para formar una solución de silicato de metal alcalino con un módulo (SiO_2 : $\text{Me}^{\text{I}}_2\text{O}$) en el margen de 2,0 : 1 a 3,5: 1,

30 II. la solución de silicato de metal alcalino --

1 obtenida de esta manera se purifica de componentes orgánicos mediante tratamiento con carbón activo y/o agentes oxidantes, y mediante separación del residuo no disgregable respecto de la solución y

5 III. la solución de aluminato de metal alcalino previamente dispuesta se hace reaccionar con la solución de silicato de metal alcalino, diluída, purificada, obtenida según las etapas I. y II, con un módulo (SiO_2 :
10 Na_2O) de 2,0 a 3,5:1 a temperatura ambiente, y subsiguiente cristalización de la mezcla de reacción (2,0 - 4,4) --
 $\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:(1,3-1,8) \text{SiO}_2:(90-120) \text{H}_2\text{O}$) a temperaturas que oscilan entre 90 y 95°C por un período de 6 a 12 horas, subsiguiente filtración, lavado hasta obtener un pH de alrededor de 10 - 11 y secado para obtener tamiz molecular cristalino zeolítico del tipo A con un grado de blan-
15 cura según DEGEN a 460 μ en el margen de 90 a 95%.

Las aguas madres de la cristalización de tamiz molecular, diluídas, que contienen hidróxido de metal alcalino, resultantes en la etapa III, se pueden mezclar con
20 lejía de sosa al 45 - 50 % usual en el comercio, soslayando la concentración por evaporación, costosa desde el punto de vista energético, y se devuelve al proceso de disgregación del polvo volátil de FeSi según la etapa I para formar solución de silicato de metal alcalino con un módulo
25 ($\text{SiO}_2:\text{Me}^{\text{I}}_2\text{O}$) de 2,0:1 a 3,5:1.

La devolución de las aguas madres procedentes de la etapa III se puede realizar también disolviendo en estas aguas madres silicato sódico sólido con un módulo de $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O} = 3,3:1$, sometiendo a la solución obtenida de
30 esta manera a una reducción de módulo hasta que éste haya

1 alcanzado el valor de 2:1, y a continuación introduciéndola en la etapa I. En este caso mediante disgregación de polvos volátiles se puede controlar igualmente de manera correspondiente la cantidad de las aguas madres que se --
5 han de someter a tratamiento. A partir de las soluciones de silicato sódico obtenidas de esta forma, que se han de someter eventualmente a una filtración y purificación, se pueden obtener en ciertas condiciones tamices moleculares zeolíticos del tipo A.

10 Como solución de hidróxido de metal alcalino se puede utilizar solución de hidróxido potásico o sódico.

Para eliminar las impurezas procedentes de las soluciones de silicatos de metales alcalinos resultantes por el procedimiento de disgregación se utiliza como agente oxidante peróxido de hidrógeno o peróxido de metal alcalino, preferentemente peróxido sódico, Na_2O_2 , que se --
15 añade o bien durante la disgregación o bien poco antes de la separación del residuo no disgregable o también sólo poco después de ello.

20 De manera especialmente ventajosa la eliminación de las impurezas se efectúa por medio de tratamiento con carbón activo según la etapa I poco antes de la separación del residuo no disgregable respecto de la solución de silicato de metal alcalino o combinando el tratamiento con carbón activo con el tratamiento con agentes oxidantes.

25 Como carbón activo es especialmente adecuado un preparado, obtenido a partir de carbón vegetal puro, mediante activación con vapor de agua al rojo candente, con un contenido de agua de 10%, una superficie específica según BET en el
30 margen de 600 a 800 m^2/g , un valor de pH de 9 a 10 y una

1 finura de molienda de 80% por debajo de 40 nm (micras).

5 Para demostrar el progreso técnico del procedimiento según la invención se efectúa a continuación una comparación del consumo de energía para la preparación de un tamiz molecular zeolítico del tipo A a partir de arena, carbonato de sodio y aluminato sódico por medio del conocido procedimiento de fusión (A) y por medio del procedimiento (B) según la invención a partir de polvo volátil de FeSi, lejía de sosa y aluminato sódico.

10 De la tabla número 1 se pueden deducir los valores numéricos, averiguados experimentalmente y normalizados a kcal/kg de SiO₂. La tabla contiene tres filas de cifras horizontales: de ellas, la primera fila se refiere al consumo de energía, que se ha de realizar por kg de --
15 SiO₂ en la fase líquida de vidrio soluble, mientras en la segunda fila de cifras se puede encontrar el consumo de energía por unidad de peso (kg) del tamiz molecular zeolítico del tipo A (calculado al 100%), a partir precisamente de este vidrio soluble líquido según los procedimientos A y B. La tercera fila de cifras reproduce finalmente la suma de la primera y la segunda filas de cifras y
20 representa por consiguiente el consumo de energía total que se ha de realizar para preparar según los procedimientos A y B, a partir de la fuente de SiO₂, arena o polvo
25 volátil de FeSi, tamiz molecular cristalino zeolítico del tipo A. En la comparación de cifras llama la atención que en la obtención de vidrio soluble según el procedimiento de fusión A, el consumo de energía es superior en el factor de 3,2 al del procedimiento B según la invención. Mientras que en el caso del procedimiento A la porción de ener
30

1 - gía para la obtención de vidrio soluble líquido constitu-
ye todavía 31% del consumo de energía total, para el pro-
cedimiento B según la invención esta porción sólo consti-
tuye un 12%. Medido por el consumo de energía global se
5 ve que el procedimiento B según la invención proporciona
un ahorro de energía de 21% frente al conocido procedi-
miento A.

El progreso técnico del procedimiento combinado
según la invención se puede documentar además por la si-
10 guiente ventaja frente al modo de trabajo conocido:

En virtud del procedimiento combinado según la
invención existe la posibilidad de conducir en circuito
las aguas madres diluídas que contienen hidróxido de me-
tal alcalino sin la utilización de un procedimiento de --
15 concentración por evaporación, de lo cual resulta un aho-
rro no insignificante de energía. En el caso de la con-
centración por evaporación, además de una costosa instala-
ción para la concentración de las aguas madres diluídas
desde 40 - 60 g de NaOH/litro hasta 200 g de NaOH/litro,
20 deberían consumirse 430 a 495 kcal/litro de aguas madres,
que ahora pueden ahorrarse.

Por medio de los siguientes ejemplos se explica
más detalladamente el procedimiento, sin restringir no --
obstante la idea de la invención.

25 Ejemplo 1

Como producto bruto de partida se utilizan

a) un polvo volátil resultante de la producción
de ferrosilicio (FeSi) con los siguientes datos analíticos
y físicos:

30 % de SiO₂ 89,55

1	% de Fe_2O_3	0,90
	% de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{CaO} + \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$	3,90
	% de SiC	0,40
	% de C	1,40
5	% de pérdida por calcinación (a 1.000°C)	3,20
	Densidad aparente	250 g/l
	Tamaño de partículas	60 micras

b) un polvo volátil resultante de la producción de silicio metálico con los datos

10	% de SiO_2	97,50
	% de Fe_2O_3	0,10
	% de $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO} + \text{CaO}$	
	$\text{Na}_2\text{O} + \text{CaO}$	2,10
	% de SiC	0,30
15	% de C	1,40
	% de pérdida por calcinación (a 1.000°C)	3,20
	Densidad aparente	250 g/l
	Tamaño de partículas	90 micras.

Procedimiento de disgregación

20 En un recipiente de 2.000 litros de capacidad, de acero V2A, y con tapa, que está equipado con una doble envolvente para la calefacción con líquido y con un agitador de marcha rápida y una válvula de salida por el fondo, se vierten 750 litros de agua y se disuelven en ella 150 g

25 de NaOH/litro. Se calienta a 70-90°C y se agregan, mientras se agita, 127,5 kg del producto a) con 89,6% de SiO_2 . Se calienta esta mezcla a 90-100°C durante 40-60 minutos, disolviéndose visiblemente el ácido silícico amorfo del residuo. A continuación se agregan otros 127,5 kg del pro

30 ducto b) con un contenido de SiO_2 de 97,5%. Tras un período

1 do ulterior de reacción de 2 a 3 horas se bombea desde el
recipiente de reacción la mezcla de disgregación y por me-
dio de un dispositivo de filtración adecuado (filtro rota-
torio, filtro de cinta transportadora o filtro-prensa),
5 utilizando paños filtrantes de Perlon, se separa todavía
en caliente, mediante filtración; del residuo no disgre-
gable, que contiene carbono. Para esto es aconsejable di-
luir con 650 litros de agua caliente la solución de dis-
gregación antes de la filtración. Para la filtración fi-
10 na se utiliza un filtro Scheibler, y se trabaja con ayuda
de la técnica de sedimentación. Se obtienen 1.300 litros
de una solución de silicato sódico clara como el agua, --
que contienen 171,2 gramos de SiO_2 /litro y 86,77 g de --
 Na_2O /litro ($d=1,235$), y que tienen un módulo de SiO_2 :
15 $\text{Na}_2\text{O} = 2,04:1$.

Purificación

Para eliminar impurezas orgánicas se añaden 5,0
kg de carbón activo a la solución de disgregación, aproxi-
madamente 1 hora antes de concluirse la reacción de dis-
gregación. Para mejorar asimismo el efecto de purifica-
ción, se añade a la solución de disgregación, después de
la adición de carbón activo, además peróxido sódico en una
cantidad de 0,5 g/l (375 g de Na_2O_2). Como modo de proce-
dimiento alternativo, en lugar de peróxido sódico, se pue-
den añadir también 10 ml de una solución de peróxido de
25 hidrógeno (al 35%) por litro de vidrio soluble, preferen-
temente después de la filtración.

Síntesis de tamiz molecular tipo A

En un recipiente de 1000 litros recubierto de
30 caucho con tapa, doble envolvente para calefacción con lí-

1 quido, mecanismo agitador y válvula de salida por el fon-
do, se disponen previamente 420 litros de agua y 200 li-
tros de una solución de aluminato sódico, que contiene
240 g de Al_2O_3 /litro y 336 g de Na_2O /litro. A esta solu-
5 ción se añaden con agitación 215 litros de la solución de
vidrio soluble purificada, preparada mediante disgrega-
ción (171 g de SiO_2 /litro y 87 g de Na_2O /litro, módulo ---
2,04, densidad 1,235 g/ml). La mezcla de reacción (2,9
10 Na_2O : 1,0 Al_2O_3 : 1,3 SiO_2 : 95 H_2O) se mantiene con agita-
ción constante durante 12 horas a 90-95°C. Se forman ---
cristales zeolíticos del tipo A. Mediante subsiguiente
filtración, lavado a pH de 10 a 11 y secado, se obtiene
un polvo blanco con un grado de blancura según DIEGEN a
460 m/μ de 91,5%.

15 Ejemplo 2

La preparación y la purificación de la solución
de silicato sódico (d=1,235 g/ml; módulo = 2,04 y 171 g
de SiO_2 /litro así como 87 g de Na_2O /litro) se efectúa se-
gún el ejemplo 1.

20 En un recipiente de 4.000 litros se disponen --
previamente 100 litros de lejía de sosa con un contenido
de 60 g de Na_2O /litro. Con agitación se añaden dosifica-
damente al mismo tiempo, a temperatura ambiente a la le-
jía de sosa previamente dispuesta, con una velocidad de
25 21,6 litros/minuto, 542 litros de la solución de vidrio
soluble señalado anteriormente y con una velocidad de 10
litros/minuto 250 litros de solución de aluminato sódico,
que contiene 60 g de Na_2O /litro y 20 g de Al_2O_3 /litro.
A partir de la solución, al principio transparente, pre-
30 cipita al cabo de breve tiempo un producto en forma de

1 gel. A esto se añaden, continuando la agitación, 1.800
litros de una solución de aluminato sódico caliente a --
80°C (51,8 g de Al_2O_3 /litro y 71,1 g de Na_2O /litro). La
mezcla de reacción se cristaliza a 93°C durante 3,5 horas.
5 El producto obtenido tiene la estructura de rayos X de una
zeolita del tipo A. El producto en forma de partículas
finas tiene un grado de blancura según DEGEN a 460 m μ de
92%.

Ejemplo 3

10 En la preparación de tamiz molecular del tipo A
según el ejemplo 1 se producen unas aguas madres que con-
tienen todavía partes de las aguas de lavado necesarias
para el proceso de lavado. El contenido de NaOH asciende
a 54 g/l.

15 En un recipiente de V2A con un volumen de 20 li-
tros se mezclan 10 litros de esta lejía de sosa diluída
con 460 g de NaOH sólido. Tras la disolución del NaOH só-
lido se calienta la solución a 90-95°C y poco a poco se
agregan con agitación 850 g del polvo volátil de FeSi a
20 (Ejemplo 1), se calienta durante 45 minutos en el recipien-
te cubierto con tapa. Después de esto se añaden 850 g --
del polvo volátil de Si metálico b) (Ejemplo 1) y la mez-
cla de disgregación se calienta a 95°C durante otras 3,5
horas. El residuo se separa por medio de un filtro de --
25 presión a través de un filtro de paño de Perlon, tras lo
cual se obtienen 6,6 litros de una solución de silicato
sódico con un contenido de 203 g de SiO_2 /litro y 104 g de
 Na_2O /litro, correspondiente a un módulo de $SiO_2 : Na_2O =$
2,02 :1. La purificación de la solución de disgregación
30 se realiza en las condiciones del Ejemplo 1.

1 Tras la purificación se disponen previamente,
en un recipiente de V2A de 50 litros, 10 litros de agua
y 5 litros de una solución de aluminato sódico que contie
ne 240 g de Al_2O_3 /litro y 335 g de Na_2O /litro. A esta so
5 lución se añaden con agitación 5,5 litros de la solución
de vidrio soluble (203 g de SiO_2 /litro; 104 g de Na_2O /li-
tro, módulo:2,02) purificada, preparada mediante disgre-
gación. Mientras se sigue agitando, la mezcla de reacción
10 (3,1 Na_2O : 1,0 Al_2O_3 : 1,6 SiO_2 : 92 H_2O) se mantiene duran-
te 10 horas a 94-96°C, la zeolita cristalina del tipo A
se seca después de la filtración y el lavado a pH 10. El
producto obtenido tiene un grado de blancura según DEGEN
a 460 m μ de 91%.

15

20

25

30

TABLA Nº 1

Consumo de energía, comparación entre el procedimiento de fusión y el procedimiento húmedo
 A = Procedimiento de fusión o en cuba a partir de arena y carbonato de sodio con subsiguiente preparación de zeolita del tipo A
 B = Procedimiento de disgregación por vía húmeda a partir de polvo volátil de FeSi y lejía de sosa con subsiguiente preparación de zeolita del tipo A

Variante de procedimiento:	A	B
Consumo de energía para obtener vidrio soluble líquido		
kcal/kg de SiO ₂ en vidrio líquido	1.310 (31%)	412 (12,0%)
Consumo de energía para obtener tamiz molecular zeolítico del tipo A		
kcal/kg de tamiz molecular zeolítico del tipo A (e)	2.970 (69%)	2.970 (88,0%)
Consumo global de energía (e e)		
kcal/kg de tamiz molecular zeolítico del tipo A	4.280 (100%)	3.382 (100%)

(e) Zeolita A calculada "atro" (sustancia activa seca) = al 100 %; como polvo secado por atomización con 20% de H₂O.

(e e) Ahorro de energía con el procedimiento B según la invención 21% en comparación con el procedimiento convencional A.

1

REIVINDICACIONES

5

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

10

15

20

25

30

1a.- Procedimiento para el tratamiento de polvos volátiles residuales que contienen dióxido de silicio procedentes de la preparación de silicio metálico y aleaciones de silicio para formar tamiz molecular cristalino zeolítico del tipo A, que se caracteriza por el hecho de que I. se disuelve el polvo volátil en una solución de hidróxido de metal alcalino con formación de solución de silicato de metal alcalino con un módulo ($\text{SiO}_2:\text{Me}^{\text{I}}_2\text{O}$) en el margen de 2,0:1 a 3,5:1 a temperaturas en el intervalo de 60 a 110°C, II. la solución de silicato de metal alcalino, obtenida de esta manera, se purifica de componentes orgánicos mediante tratamiento con carbón activo y/o agentes oxidantes, y mediante separación del residuo no disgregable respecto de la solución, y III. se hace reaccionar la solución de aluminato de metal alcalino previamente dispuesta con la solución de silicato de metal alcalino diluida, purificada, obtenida según las etapas I y II, con un módulo ($\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$) de 2,0:1 a 3,5:1 a temperatura ambiente y subsiguiente cristalización de la mezcla de reacción ((2,0-4,4) $\text{Na}_2\text{O}:\text{Al}_2\text{O}_3:(1,3-1,8)\text{SiO}_2:(90-120)\text{H}_2\text{O}$) a temperaturas de 90-95°C por un tiempo de 6 a 12 horas, subsiguiente filtración, lavado a valores de pH 10-11 y secado para obtener tamiz molecular cristalino zeolítico.

ps

1 tico del tipo A con un grado de blancura según DEGEN a
460 m μ de 90 a 95%.

2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a,
que se caracteriza por el hecho de que las aguas madres
5 de la cristalización de tamiz molecular, diluidas, que --
contienen hidróxido de metal alcalino, resultantes en la
etapa III, se mezclan con lejía de sosa al 45-40%, sosla-
yando la concentración por evaporación costosa desde el
punto de vista energético y se devuelve al proceso de --
10 disgregación del polvo volátil de FeSi según la etapa I
para formar solución de silicato de metal alcalino con un
módulo ($\text{SiO}_2:\text{Me}^{\text{I}}_2\text{O}$) de 2,0 : 1 a 3,5:1.

3a.- Procedimiento según la reivindicación 1a,
que se caracteriza por el hecho de que se disuelve silica-
15 to sódico sólido con un módulo $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O} = 3,3:1$ en las
aguas madres diluidas, resultantes en la etapa III, que
contienen hidróxido de metal alcalino, la solución obte-
nida de esta manera se somete a una reducción del módulo
hasta que éste haya alcanzado el valor 2:1, y a continua-
20 ción se introduce en la etapa I.

4a.- Procedimiento según las reivindicaciones
1a ó 2a ó 3a, que se caracteriza por el hecho de que como
solución de hidróxido de metal alcalino se utiliza en la
etapa I solución de hidróxido sódico o potásico.

25 5a.- Procedimiento según las reivindicaciones
1a a 4a, que se caracteriza por el hecho de que como agen-
te oxidante para la eliminación de impurezas orgánicas --
desde la solución de silicato de metal alcalino se añade
peróxido de hidrógeno o peróxido de metal alcalino, prefe-
30 rentemente peróxido sódico Na_2O_2 , o bien durante la dis-

1 gregación, poco antes de la separación del residuo no disgregable o poco después de esto.

5 6a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a a 5a, que se caracteriza por el hecho de que el tratamiento con carbón activo se efectúa poco tiempo antes de la separación del residuo no disgregable de la solución de silicato de metal alcalino.

10 7a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a a 6a, que se caracteriza por el hecho de que el tratamiento con carbón activo se combina con el tratamiento con agente oxidante.

15 8a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1a a 7a, que se caracteriza por el hecho de que como carbón activo se utiliza uno obtenido a partir de carbón vegetal puro con un contenido de agua de $< 10\%$, una superficie según BET en el margen de 600 a 800 m^2/g , un valor de pH de 9-10 y una finura de molienda de 80% por debajo de 40 micras.

20 9a.- "PROCEDIMIENTO PARA EL TRATAMIENTO DE POLVOS VOLATILES RESIDUALES QUE CONTIENEN DIOXIDO DE SILICIO"

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

25

Madrid, 20. SEPT. 1977.

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder

JAG.

30

13097

POOR
QUALITY