

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedida en virtud de acuerdo con la Ley de Patentes de 1974 en la presente Oficina de Patentes en el contenido de la memoria adjunta.

ES

19

21

22

NUMERO

486.617

A1

FECHA DE PRESENTACION

5-12-79

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
P 28 52 674.1	6 de diciembre de 1978	República Federal Alemana

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C01B33/28; C11B3/12	

24 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ZEOLITA A.

71 SOLICITANTE (ES)

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Leverkusen-Bayerwerk., República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)

Robert Endres, Heinz Drave, Manfred Mansmann, Lothar Puppe.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para la obtención de zeolita A con mayor luminosidad y menor amarilleamiento (bajo luminosidad y amarilleamiento se han de entender en el sentido de la presente invención valores de color correspondientes al sistema de medición de color de la firma Hunter, Fairfax, Va., USA; aquí se determinan la luminosidad L y el amarilleamiento b del material de zeolita en el colorímetro D 25 D 2 P de la mencionada firma con la geometría de medición  $8^{\circ}/0^{\circ}$  y la clase de luz normalizada C .

Los materiales de zeolita obtenidos según la presente invención se pueden utilizar para varios propósitos, debiéndose emplear especialmente en los agentes de lavado y de limpieza.

Los agentes de lavado y de limpieza, en los cuales la zeolita A como sustancia de armazón puede sustituir a una proporción más o menos grande de trifosfato sódico, se describen, por ejemplo, en la publicación alemana DE-OS 2 412 837. La obtención de la zeolita A ya se conoce desde hace tiempo, así como la propiedad intercambiadora de iones (vease, por ejemplo, la publicación alemana DE-AS 1. 038 017).

Un procedimiento de obtención económicamente ventajoso para la zeolita A parte de los aluminosilicatos de origen natural, especialmente de la caolina (vease, por ejemplo, la publicación alemana DE-OS 1. 467 051 ). Los productos comerciales puros de caolina se componen en más de un 90% del mineral arcilloso caolinita de la fórmula aproximada  $Al_2O_3 \cdot 2 SiO_2 \cdot 2 H_2O$ . Las distintas clases de caolina se comercian, por ejemplo, para el empleo en la industria del papel según su luminosidad. Para el empleo previsto para la obtención de zeolita para los agentes de lavado sólo entran en considera-

ción las clases claras cuya luminosidad L se encuentren por encima de aproximadamente 88. Estas calidades de caolina claras muestran sin embargo contenidos de hierro entre aproximadamente 1000 y 5000 ppm. En la síntesis de la zeolita A se forman de éstos unos productos que en comparación con la zeolita A obtenida de solución de silicato alcalino y aluminato alcalino muestran una luminosidad más reducida y un mayor amarilleamiento. En la publicación alemana DE-OS 2 601 217 se propone un material de estos como sustancia de armazón en los agentes de lavado. Si bien tampoco estos productos aportan desventajas en el empleo como sustitutos del fosfato en los agentes de lavado y de limpieza, recibe el agente de lavado, debido a la zeolita, un aspecto por el que el agente de lavado pudiera parecerle al usuario como de calidad inferior.

Existía, por lo tanto, el cometido de preparar de la caolina económica, y existente prácticamente en cantidades ilimitadas, una zeolita A más luminosa y menos amarillenta bajo mantenimiento simultáneo de las propiedades ventajosas, tales como capacidad ligadora de calcio, cinética de intercambio de calcio y granulometría de las partículas.

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de zeolita A a partir de caolina por transformación de la caolina en metacaolina y reacción a continuación de la metacaolina en medio acuoso-alcalino, que se caracteriza porque la transformación de la caolina a metacaolina se efectúa a temperaturas entre 700 y 950°C en presencia de compuestos alcalino-térreos y, en caso dado, en presencia de haluros y/o de halógenos sin colorear.

Una forma de ejecución preferente del procedimiento de la presente invención consiste en realizar la transformación

de la caolina a metacaolina bajo condiciones reductoras y, en caso dado, en presencia de compuestos alcalinos.

5 Sorprendentemente no se sintetiza de cualquier metacaolina blanqueada también una zeolita A blanqueada. Se logra, en efecto, por ejemplo, bajo adición de NaCl y cok de turba preparar una metacaolina fuertemente blanqueada después de la calcinación. Sin embargo, la zeolita A sintetizada de ésta amarillea y tiene menor luminosidad. Solo mediante la adición adicional de compuestos alcalino-térreos a la mezcla de materias primas antes del recocido es posible mantener el blanqueo logrado y reducir el amarilleamiento, también a través de la síntesis hasta la zeolita A.

10 Mediante las medidas de la presente invención que, además, son económicamente realizables, se puede elevar la luminosidad y reducir el amarilleamiento de manera que se logren los valores de color de una zeolita de silicato-aluminato. La capacidad ligadora de calcio de la zeolita no se reduce por los aditivos.

20 Para la formación de metacaolina se calienta, según el actual estado de la técnica, la caolina durante 2-4 horas a 500 hasta 800°C. Es conocido que al seguir calentando a temperaturas más elevadas se forma una fase de espinel y mulita junto con cristobalita. Cuando se han formado estas formas de cristal queda perturbada la reacción de la caolina calcinada con la solución acuoso-alcalina, de manera que solo se obtienen productos que presentan una capacidad ligadora de calcio insuficiente ( la capacidad de calcio se determina según las prescripciones convenientes para los fabricantes de agentes de lavado, tal y como se describe, por ejemplo, en la publicación alemana DE-OS 2 416 837). Para alcanzar un efecto lo más venta-

25  
30

joso posible de las medidas según la presente invención ha demostrado ser conveniente seleccionar la temperatura de la formación de la metacaolina tan alta como sea aún justificable. Si la caolina se calienta durante 5 minutos hasta 2 horas a temperaturas entre 700 y 950°C, empleándose naturalmente para las temperaturas más bajas los tiempos más largos y para las temperaturas más altas los tiempos más cortos, entonces no se aprecia después de la ulterior reacción de la metacaolina a la zeolita A ningún efecto desventajoso sobre la capacidad ligadora de calcio. Ha demostrado ser especialmente conveniente en las caolinas de distinto origen un calentamiento de 5 hasta 80 minutos a 820 hasta 900°C. En casos individuales concretos se pueden determinar las condiciones de calcinación para la caolina fácilmente mediante pocos ensayos a base de la capacidad ligadora de calcio de la zeolita resultante.

Como compuestos alcalino-térreos se emplean para el procedimiento de la presente invención los compuestos de magnesio, calcio, estroncio y/o bario, tales como, por ejemplo, sulfatos, carbonatos, hidróxidos, nitratos, nitritos, haluros o también directamente los óxidos. Como compuesto alcalino-térreo preferente se emplea el óxido de magnesio finamente particulado, el carbonato de magnesio y/o el hidroxidocarbonato de magnesio.

Como haluros sin colorear se emplean los fluoruros, cloruros y/o bromuros, los hidrógenos halogenados o los mismos halógenos. Como cationes entran en consideración los elementos de todos los grupos principales y secundarios del sistema periódico químico que bajo las condiciones mencionadas no producen descoloreamientos. Han demostrado ser ventajosos, sin que esto implique una restricción adicional con respecto a su

empleo: cloruro de hidrógeno, haluros alcalinos, alcalino-térreos y metales térreos, haluros del boro, carbono, silicio, fósforo, azufre, haluros del zinc, titanio y zirconio. La sal común tiene especial preferencia.

5                    Como agentes de reducción se emplean carbonos, tales como por ejemplo carbón de madera, cok de petróleo o de turba u hollín, esto es, materias primas que arden sin dejar casi residuos de ceniza y no perjudiquen el color de la metacaolina por dichos residuos de cenizas. Además también entran en consi-  
10                    deración el alcalisulfito, -pirosulfito, -hidrogenosulfito o -ditionita. Por razones económicas y técnicas se emplea con preferencia el cok de turba.

                  En lugar de en presencia de carbono se puede realizar la calcinación también en una corriente de gas que contenga CO,  
15                    por ejemplo, en CO puro o CO con nitrógeno como gas portador. Además entran también en consideración el gas de generador, gas de agua, hidrocarburos y combustibles que no dejen impurezas en la caolina.

                  Bajo la expresión compuestos alcalinos se han de entender, dentro del marco de la presente invención, por ejemplo,  
20                    los sulfatos, carbonatos, formiatos, acetatos, oxalatos, hidróxidos, nitratos, nitritos de los metales alcalinos, especialmente del litio, sodio y/o potasio, pero no los haluros alcalinos que estén comprendidos bajo la expresión "haluros sin colorear".  
25                    De entre los compuestos alcalinos tiene preferencia la sosa.

                  La cantidad de adición de los compuestos alcalino-térreos, de los compuestos alcalinos y de los compuestos de halogenos sin teñir se encuentran entre un 0,1 y 10% en peso, calculado como alcalino-térreo y óxido alcalino o bien como halogeno y referido a la caolina, precedentemente entre un 0,2 y  
30

2%. Las cantidades de adición del agente reductor se encuentran entre un 0,1 y 10% en peso, referido a la caolina, preferentemente, sin embargo, entre un 0,5 y 5% en peso.

5 Estos compuestos se pueden mezclar en forma sólida con la caolina siendo conveniente emplear polvo lo más finamente particulado posible. La mezcla se puede realizar también en húmedo, agregándose los compuestos a la suspensión de caolina en forma soluble o insoluble.

10 El calentamiento de la caolina a la metacaolina se efectúa en forma conocida en hornos de mufla, de cámara, de platillo, hornos tubulares giratorios y otros aparatos adecuados. Con especial ventaja se puede efectuar la calcinación de la mezcla de caolina en un grupo de calentamiento por impulsos, tal y como se describe, por ejemplo, en la patente británica 15 869 966 y en la patente US 3 021 195. Aquí se transforma la caolina en metacaolina por calentamiento a impulsos a temperaturas entre 600 y 1000°C con un tiempo de residencia de 0,01 hasta 5 segundos. Sin embargo, aquí no se alcanza el tiempo de residencia mínimo necesario de 5 minutos, por lo que el calentamiento por impulsos según el estado de la técnica suministra 20 de hecho metacaolina de partícula fina con un contenido de agua residual muy reducido, pero, sin embargo, sin el aclaramiento y mejora del color deseado.

25 Para lograr el blanqueo y la reducción del amarilleamiento deseado se precisa una etapa de tratamiento térmico a continuación. Esta forma de ejecución preferente del procedimiento de la presente invención se caracteriza porque la transformación de la caolina en metacaolina se efectúa por calentamiento por impulsos a temperaturas entre 600 y 1000°C con un 30 tiempo de residencia de 0,01 hasta 5 segundos y tratamiento

térmico a continuación a temperaturas entre 700 y 950°C.

A continuación del grupo de calentamiento por impulsos se conecta un grupo para el tratamiento térmico en el que se separa la caolina calentada por impulsos y se mantiene a la temperatura necesaria entre 700 y 950°C entre 5 minutos hasta 2 horas. Preferentemente se emplean como medios de reducción gases que contengan CO; aquí se recomienda en este caso introducir éste directamente en el grupo de tratamiento térmico. En el caso de la adición de carbono se quema después de la calcinación el carbono sin combustir mediante alimentación de oxígeno del aire, pudiendo encontrarse la temperatura en esta etapa asimismo en la zona entre 950 y 700°C, pero también más baja hasta unos 500°C. Los haluros o halógenos gaseosos, preferentemente cloruros de hidrógeno, se introducen asimismo directamente en el grupo de tratamiento térmico.

La cantidad de caolina calentada por impulsos se diferencia de los productos de los otros grupos de calcinación mencionados debido a que da productos de partícula más fina con una superficie específica mayor. De esta manera este material es más reactivo en la siguiente etapa de tratamiento térmico y exige temperaturas más bajas o tiempos de reacción más cortos hasta obtener el aclaramiento deseado. (preferentemente 760-840°C, 5- 60 minutos).

Los gases de salida calientes del grupo de calentamiento por impulsos se aprovecha energéticamente, tal como por ejemplo, para el secado de molturación del producto de partida húmedo, en trozos, para el calentamiento previo del aire del mechero, para el calentamiento por impulsos y para el calentamiento del grupo de tratamiento térmico.

La metacaolina extraída del horno se puede agregar,

siempre que se obtenga de caolina finamente pulverizada, ya molturada, directamente a la solución alcalina acuosa. Si se parte de caolina en trozos se ha de someter la metacaolina obtenida, antes de la reacción con la solución acuosa de hidróxido alcalino, a una molturación fina.

Convenientemente se hace reaccionar la metacaolina con lejía sódica diluida en forma conocida manteniendo, por ejemplo, las siguientes proporciones molares:

$\text{Na}_2\text{O}/\text{SiO}_2$  de 0,05 - 10

$\text{H}_2\text{O}/\text{Na}_2\text{O}$  de 15 - 70

La proporción  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$  esta previamente dada por las distintas caolinas y asciende aproximadamente a 2,0.

Preferentemente se calienta la metacaolina entre 0,5 y 24 horas, preferentemente entre 1 y 8 horas entre 70 y 95°C en lejía sódica al 7 hasta 30%, correspondiendo la cantidad de NaOH preferentemente a 1,3 hasta 3 veces la cantidad estequiométricamente necesaria para la formación de la zeolita A.

A continuación se indican una serie de ejemplos que explican con más detalle la presente invención.

El ejemplo comparativo 1 comprende una zeolita A que se obtuvo según el actual estado de la técnica. A base del ejemplo comparativo se destaca la mejora de color de los ejemplos siguientes.

#### Ejemplo comparativo 1

Como caolina se emplea una caolina de papel fina blanqueada y molturada con las siguientes propiedades:

Composición mineralógica

	Caolinita	94,5 %
	Potasio-feldespato	3,7 %
	Sosa-feldespato	0,6 %
5	Cuarzo	0,7 %
	Minerales residuales	0,5 %

Análisis químico

	SiO <sub>2</sub>	46,9 %
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,1 %
10	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,26 %
	TiO <sub>2</sub>	0,30 %
	K <sub>2</sub> O	0,63 %
	Na <sub>2</sub> O	0,07 %
	CaO	0,03 %
15	MgO	0,04 %
	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,36 %
	MnO <sub>2</sub>	0,01 %
	Pérdida por recocido	13,15 %

Granulometría según Andreasen

20	20 - 40 / u	0,1 %
	10 - 20 / u	4,5 %
	6 - 10 / u	11,1 %
	4 - 6 / u	14,3 %
	2 - 4 / u	24,3 %
25	0 - 2 / u	45,7 %

Propiedades de color

Luminosidad	93,5
Amarilleamiento	5,0

5 300 g de esta caolina se recuecen en el horno de mufla a 700°C durante 3 horas. 100 g de la metacaolina así obtenida se agita con 433 cm<sup>3</sup> de lejía sódica al 14% durante 3 horas a 85°C.

Después se separa por filtración la pulpa de cristal, se lava con agua hasta un pH de 10 y se seca. Según el análisis de rayos X se trata de zeolina bien cristalizada

10 Capacidad de intercambio de calcio: 150 mg de CaO/g de zeolita A anhidro

Luminosidad	92,3
Amarilleamiento	8,7

Ejemplo 2

15 Caolina de papel fino se mezcla con un 1,35% de óxido de magnesio (ligero, químicamente puro) en el mezclador de rejas de arado y se calcina como descrito en el ejemplo 1 y se hace reaccionar a zeolita A. El análisis de rayos X muestra una zeolita A bien cristalina

20 Capacidad de intercambio de calcio: 154 mg de CaO/g de zeolita A anhidro

Luminosidad	94,1
Amarilleamiento	7,1

Ejemplo 3

El recocido se efectua como en el ejemplo 2 con un 1,35% de óxido de magnesio pero durante 1 hora a 880°C y la metacaolina se hace reaccionar a zeolita A. El análisis por rayos X muestra la zeolita A bien cristalina

Capacidad de intercambio de calcio: 157 mg de CaO/g de zeolita A anhidro

Luminosidad : 95,7

Amarilleamiento : 4,8

Ejemplo 4

Caolina de papel fino se mezcla con un 6,6% de carbonato de bario (químicamente puro) en el mezclador de rejas de arado y 300 g de la mezcla se recuecen durante 1 hora a 880°C. La metacaolina obtenida se hace reaccionar a zeolita A.

El análisis por rayos X muestra zeolita A bien cristalina

Capacidad de intercambio de calcio: 144 mg de CaO/g de zeolita A anhidro

Luminosidad : 96,1

Amarilleamiento : 4,5

Ejemplo 5

Caolina de papel fina se mezcla con un 1,35% de óxido de magnesio y un 1% de sosa en el mezclador de rejas de arado; 300 g de esto se introduce en un horno tubular girato-

rio. El recocido se efectúa a una temperatura máxima de  $880^{\circ}\text{C}$  y un tiempo de residencia del producto de en promedio 1 hora a esta temperatura. Durante el recocido se introduce 10 l/h de  $\text{CO}$ . La metacaolina obtenida se hizo reaccionar a zeolita A. El análisis por rayos X muestra zeolita A bien cristalina.

5

Capacidad de intercambio de calcio: 155 mg de  $\text{CaO/g}$  de zeolita anhidro

Luminosidad : 96,3

Amarilleamiento : 2,7

10 Ejemplo 6-19 (tabla 1)

En cada caso 300 g de caolina se mezclan con 1,35% de óxido de magnesio (ligero, químicamente puro) y los aditivos mencionados en la tabla 1 de haluros alcalinos y haluros de aluminio (químicamente puro) así como en el ejemplo 13 con cok de turba ( $<0,43$  mm) en el mezclador de rejas de arado y se recuece durante 1 hora a  $880^{\circ}\text{C}$ . La metacaolina así obtenida se hizo reaccionar como en el ejemplo comparativo 1 a zeolita A.

15

En los ejemplos 6-19 se trata, según el análisis de rayos X, en cada caso de zeolita A bien cristalina.

**Tabla 1:** Luminosidad y amarilleamiento b de la zeolita A (Adición en cada caso de un 1,35% de MgO y otros aditivos para el)

Ejemplo	1,35% de MgO+aditivos: % de haluros alcalinos	% $AlCl_3$	Agente reductor %	Intercambio de Ca. (mg CaO/g AS)	L	b
6	0,9 % LiF	-	-	134	96,8	3,0
7	1,45% LiCl	-	-	140	95,5	2,4
8	3,0 % LiBr	-	-	153	96,3	4,3
9	1,4 % NaF	-	-	145	95,2	2,6
10	2,0 % NaCl	-	-	153	96,6	2,8
11	3,5 % NaBr	-	-	145	94,7	2,5
12	2,0 % KF	-	-	143	96,3	4,0
13	2,55% KCl	-	-	143	95,4	2,3
14	4,1 % KBr	-	-	153	96,7	4,0
15	2,0 % NaCl	2,0% $AlCl_3$	-	143	97,1	2,6
16	2,0 % NaCl	-	2,0% cok de turba	145	97,3	2,0
17	1,8 % $NH_4Cl$	-	1,0% cok de turba	151	96,9	3,3
18	2,0 % NaCl	3,6% $AlCl_3$ 6 $H_2O$	2,0% cok de turba	147	97,5	2,7
19	2,0 % NaCl	-	1,0% $Na_2SO_3$	143	97,5	3,2

Ejemplo 20

En 1,1 litros de agua se disuelven 15 g de NaCl y 50 g de  $MgCl_2 \cdot 6 H_2O$  (en cada caso químicamente puro) y se agrega 1 kg de caolina de papel fino así como 20 g de cok de turba ( $<0,43$  mm). La suspensión se mezcla durante 15 minutos en el mezclador coloide y a continuación se seca a unos  $100^{\circ}C$ . El residuo seco se moltura brevemente en un molino de copas y 300 g de esto se calcina durante 1 hora a  $880^{\circ}C$ . La metacaolina así obtenida se hizo reaccionar como descrito en el ejemplo comparativo 1 a zeolita A.

Según el análisis de rayos x se trata de zeolita bien cristalina

Capacidad intercambiadora de calcio: 145 mg de CaO/g de zeolita A anhidro

Luminosidad : 97,1  
Amarilleamiento : 3,0

Ejemplo 21

100 g de caolina de papel fino se mezcla en el mezclador de rejas de arado con un 1% de óxido de magnesio (ligero, químicamente puro). La mezcla se introduce en un horno tubular giratorio, calentado indirectamente, con un tubo de cuarzo de 600 mm de diámetro interior y 600 mm de longitud calentada. En el tubo giratorio se introduce durante la calcinación (35 minutos,  $750-880^{\circ}C$ ) una corriente de monoóxido de carbono (10 l/h). La metacaolina obtenida se hizo reaccionar como en el ejemplo comparativo 1 a zeolita A. Según el análisis de rayos X se trata de zeolita A bien cristalina.

Capacidad de intercambio de calcio: 151 mg de CaO/g de zeolita  
A anhidro

Luminosidad : 95,8

Amarilleamiento : 3,0

5 Ejemplo 22 - 25 (tabla 2)

Para los siguientes ejemplos se introdujo una mezcla preparada en el mezclador de rejas de arado de un 1,35% de óxido de magnesio (ligero, químicamente puro) en forma continua en un aparato de calentamiento por impulsos y de tratamiento  
10 térmico a través de un silo y una parte de inyección.

En la parte de calentamiento por impulsos se deshidrató el producto introduciendo mediante una cámara de pre-combustión gases de combustión caliente de la temperatura  $T_3$  y el producto inyectado por tobera desde arriba mediante un gas  
15 adicional se calentó a la temperatura de partida deseada  $T_A$ . La separación en el tubo de tratamiento térmico se efectuó mediante un ciclón. El tiempo de residencia del producto se pudo ajustar mediante el compás de una exclusiva. La temperatura  $T_p$  en el producto se encontraba próxima a  $T_A$  lo que se logra mediante una calefacción eléctrica adicional y un buen aislamiento del tubo de tratamiento térmico y del ciclón. Justo por  
20 encima de la exclusiva se pudo introducir a través del producto monóxido de carbono y en caso dado cloruro de hidrógeno. La metacaolina aclarada se extrajo a través de una exclusiva.

25 Dos toneladas de la metacaolina así aclarada se introdujeron en caliente en un recipiente de reacción de 20 m<sup>3</sup> provisto de mecanismo agitador donde se habían introducido 8,66 m<sup>3</sup> de lejía sódica al 14%, y se agitó durante 3 horas a 85°C.

La pulpa de cristal obtenida se espesó, se lavó ulteriormente hasta un pH de 10 y se secó.

En los ejemplos 22-25 se trata de zeolita A bien cristalina.

5 Tabla 2: Propiedades de la zeolita A obtenida de caolina calentada por impulsos

condiciones de obtención de la m-caolina:

aditivo: 1,35 % en peso de MgO

cantidad calentada por impulsos: 20 kg/h

10 tiempo de residencia durante el calentamiento por impulsos: aproximadamente 0,1 segundos

proporción gas natural: aire de combustión: aprox. 1:4

$T_E = 1.000 - 1.100^\circ\text{C}$

$T_A = 800^\circ\text{C}$

Ejemplo	Tiempo de residencia durante el tratamiento térmico	Adición de gas (Nm <sup>3</sup> /h) CO HCL	T (°C)	Intercambio de Ca de zeolita A anhidro	Lumino- sidad L	Amarillea- miento b	Superficie específica según BET (m <sup>2</sup> /g)
22 *	-	- -	-	157	94,1	6,7	13,8
23 * *	30	- -	800	153	95,1	5,4	13,4
24 * *	30	0,4 -	800	151	95,8	2,5	13,7
25 * *	20	0,4 0,25	800	150	96,9	2,0	13,0
como comparación, sin calentamiento por impulsos							
16				145	97,3	2,0	7,6

\* Ejemplo comparativo 22: sin tratamiento térmico, sin adición de gas

\*\*según la invención

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

5

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la obtención de zeolita A a partir de caolina, caracterizado porque la caolina se transforma en metacaolina y a continuación se hace reaccionar la metacaolina en un medio acuoso-alcalino, efectuándose la transformación de la caolina en metacaolina a temperaturas entre 700 y 950°C en presencia de compuestos alcalino-térreos y, en caso dado, en presencia de haluros y/o de halógenos sin colorear.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se trabaja bajo condiciones reductoras.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque se trabaja en presencia de compuestos alcalinos.
- 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado porque como compuestos alcalino-térreos se emplean óxido, carbonato y/o hidroxicarbonato de magnesio.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 3 hasta 4, caracterizado porque como compuesto alcalino se emplea sosa.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado porque como haluro sin colorear se emplea sal común o cloruro de hidrógeno.
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 2 hasta 6, caracterizado porque como agente reductor se emplea carbono o gases que contengan CO.
- 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 2, 4 y 6 hasta 7, caracterizado porque la transformación de la caolina en metacaolina se efectúa por calenta-

miento a impulsos a temperaturas entre 600 y 1000°C con un tiempo de residencia de 0,01 hasta 5 segundos y tratamiento térmico a continuación a temperaturas entre 700 y 950°C.

9.- Procedimiento para la obtención de zeolita A, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

14 DIC. 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO

a. p. Firmado: J. Suarez Diaz

