



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 01 B / 268 598 4

(22) 22.10.84

(44) 14.10.87

(71) VEB Chemiekombinat Bitterfeld, Zörbiger Straße, Bitterfeld, 4400, DD

(72) Ikier, Hendrik, Dipl.-Ing.; Knop, Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Petzold, Dietmar, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Roscher, Wolfgang, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Grahn, Eberhard, Dr. rer. nat. Dipl.-Ing.; Wieker, Wolfgang, Prof. Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Fahlke, Barbara, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Fürtig, Helmut, Dr. sc. nat. Dipl.-Chem.; Höse, Werner, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Kochmann, Werner, Prof. Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Eberlein, Hans, Dr. Dipl.-Ing.; Jahn, Elke, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Michael, Peter, Dipl.-Chem.; Chojnacki, Karlheinz, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen durch Umsetzen von kieselensäurehaltigen Laugungsrückständen, die beim Aufschluß von Tonen oder tonerdehaltigen Mineralien mittels anorganischer Säuren anfallen, mit wäßrigen Alkalimetallhydroxidlösungen. Ziel der Erfindung ist die wirtschaftliche Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen mit einem Gehalt an reaktivem, gelöstem Alkalialumosilicat und mit verbesserter Filtrierbarkeit. Die Aufgabe der Erfindung, durch ein spezielles Verfahren zur mineralisauren Tonlaugung einen Laugungsrückstand mit hohem SiO_2 -Gehalt und geringen metalloxidischen Verunreinigungen zu erhalten sowie durch ein verbessertes Verfahren zur Umsetzung dieses Laugungsrückstandes mit Alkalihydroxid Alkalisilicatlösungen (mit einem Gehalt an reaktivem, gelöstem Alkalialumosilicat von 0,01 bis 5,0 Ma.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Ma.-%, und) mit verbesserter Fest-Flüssig-Trennung wirtschaftlich herzustellen, wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß durch ein mehrstufiges Verfahren zur sauren Tonlaugung ein hochreaktiver und SiO_2 -reicher Tonlaugungsrückstand anfällt, der anschließend durch Anwendung von zeitlichen Reaktionsintervallen mit bestimmten Temperaturstufen, die über 330 K liegen, mit wäßrigen Alkalimetallhydroxidlösungen, die reaktives, gelöstes Alkalialumosilicat enthalten, umgesetzt wird.

Erfindungsanspruch:

1. Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen mit einem Gehalt an reaktivem, gelöstem Alkalialumosilicat von 0,01 bis 5,0 Ma.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Ma.-%, und einer verbesserten Filtrierbarkeit der Silicatlösung durch Umsetzen von kieselensäurehaltigen Laugungsrückständen, die beim Aufschluß von Tonen oder tonerdehaltigen Mineralien mittels anorganischer Säuren anfallen, mit wäßrigen Alkalimetallhydroxidlösungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß nach der ersten Extraktion der Tone oder tonerdehaltigen Mineralien in einer Krongröße von 0,5 bis 10 mm, vorzugsweise 0,5 bis 2,0 mm, mit 12 bis 21%iger Salzsäure bei deren Siedetemperatur der Rückstand mindestens ein zweites Mal mit frischer Säure unter gleichen Bedingungen extrahiert wird, daß der anschließend gewaschene und ggf. getrocknete kieselensäurehaltige Laugungsrückstand mit wäßriger Alkalihydroxidlösung, die 0,01 bis 5,0 Ma.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Ma.-% reaktives, gelöstes Alkalialumosilicat enthält, in zeitlichen Reaktionsintervallen nach einem zweistufigen Prozeß bei Temperaturen von über 330 K umgesetzt wird und daß die so erhaltene Silicatlösung bei Temperaturen oberhalb von 310 K durch Fest-Flüssig-Trennung gereinigt wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein Teil der Alkalihydroxidlösung aus einer bereits reaktives, gelöstes Natriumalumosilicat enthaltenden Natronlauge besteht, wie sie als Mutterlauge bei der Zeolith-Synthese anfällt.
3. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Umsetzung des Laugungsrückstandes mit Alkalihydroxid in zeitlichen Reaktionsintervallen nach einem zweistufigen Prozeß erfolgt, wobei im ersten Drittel der Gesamtreaktionszeit die Temperatur der Lösung bei 330 bis 350 K und in den restlichen zwei Dritteln die Temperatur der Lösung bei 350 bis 450 K, vorzugsweise bei 350 bis 370 K, gehalten wird.
4. Verfahren nach Punkt 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die erhaltene Alkalisilicatlösung oberhalb von 310 K, vorzugsweise zwischen 330 und 350 K, durch Filtration gereinigt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen durch Umsetzen von kieselensäurehaltigen Laugungsrückständen, die beim Aufschluß von Tonen oder tonerdehaltigen Mineralien mittels anorganischer Säuren anfallen, mit wäßrigen Alkalimetallhydroxidlösungen.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Gegenwärtig erfolgt die großtechnische Herstellung von Alkalisilicatlösungen, teilweise auch Wasserglaslösungen genannt, vorrangig durch Zusammenschmelzen von Quarzsand mit Soda bzw. Pottasche in Schmelzwannen bei Temperaturen von 1600 K bis 1800 K und anschließendes Lösen des aus dem Schmelzfluß erstarrten und anschließend zerkleinerten Festglases unter Druck in Wasser. Dieses zweistufige Verfahren ist sehr energieintensiv und mit hohen Anlagenkosten verbunden. Nach einem analogen und ebenfalls zweistufigen Verfahren werden Alkalisulfat und Quarzsand in Gegenwart von Reduktionskohle geschmolzen und das erstarrte und zerkleinerte Festglas in Wasser gelöst.

Die Herstellung von Alkalisilicat aus Alkalichlorid und Sand in Gegenwart von Wasserdampf im

Hochtemperaturschmelzverfahren hat bis heute noch keine entscheidende Bedeutung erlangt, da die bekannten Schwierigkeiten der Gemengehomogenisierung, Wasserdampfeinleitung, Ofenbeheizung und Alkalichloridverdampfung großtechnisch noch nicht befriedigend gelöst werden konnten.

Weiterhin ist bekannt, Alkalisilicatlösungen durch Umsetzung von Quarzsand bzw. Kieselsäuren mit wäßrigen Alkalihydroxiden herzustellen. Entsprechend den verschiedenen Vorkommen und Darstellungsarten von Kieselsäuren gelangen hierfür die unterschiedlichsten Verfahren zur Anwendung.

Die umfassende Verwertung feinteiliger natürlicher Kieselsäuren, wie z. B. Kieselgur, für die Herstellung von Alkalisilicatlösungen scheitert meist an der unzureichenden Verfügbarkeit oder auch an den natürlichen Verunreinigungen dieses Rohstoffes.

Eine wirtschaftlich akzeptable Umsetzung von Quarzsand mit Alkalihydroxid gelingt erst nach einer energieaufwendigen Feinstvermahlung. Nachteilig bei der Feinstzerkleinerung, z. B. in Schwingmühlen, ist auch die Verunreinigung des Mahlgutes durch den Mahlkörperabrieb. Hinzu kommen umfangreiche technische Aufwendungen zur Einschränkung der Staubemissionen im Hinblick auf eine mögliche Silikosegefährdung.

Für die Herstellung besonders reiner Alkalisilicatlösungen werden gefällte oder pyrogen gewonnene amorphe Kieselsäuren mit Alkalilaugen umgesetzt. Diese chemisch reinen Kieselsäuren sind als Rohstoff jedoch teuer, und die daraus hergestellten Silicatlösungen werden deshalb nur begrenzt für spezielle technische Zwecke eingesetzt.

Es sind auch Verfahren bekannt, nach denen aus Abfallkieselsäuren bestimmter metallurgischer Prozesse und Alkalihydroxid Alkalisilicatlösungen hergestellt werden. Derartige metallurgische Produktionsanlagen sind jedoch sehr speziell und nicht immer vorhanden. So wird z. B. gemäß DE-OS 2.619.604 und DE-AS 2.826.482 SiO_2 -reicher Filterstaub, der in den Abgasreinigungsanlagen von Prozessen zur Herstellung von Silicium bzw. Ferrosiliciumlegierungen anfällt, mit wäßrigen Alkalimetallhydroxidlösungen bei erhöhten Temperaturen und Drücken im Autoklaven behandelt.

Gleichfalls ist bekannt, SiO_2 -Rückstände, die bei der Behandlung von Kaolin mit Schwefelsäure entstehen, mit Alkalilaugen umzusetzen. Gemäß DE-PS 477.974 wird u. a. vorgeschlagen, Alkali und Tonerde enthaltende Gesteine, z. B. Kaolin, einem Schmelz- und Sinterungsprozeß zu unterwerfen und nach Abschrecken der Schmelze mit Säure die sich ausscheidende kristalline Kieselsäure mit Alkali- bzw. Natronlauge zu lösen.

Beim allgemein bekannten Aufschluß von Tonen oder tonerdehaltigen Mineralien zur Erzeugung von Aluminiumoxid wird der Rohstoff mit verdünnter Mineralsäure, z. B. HCl oder H_2SO_4 , extrahiert. Der SiO_2 -haltige unlösliche Rückstand wird abgetrennt, neutralgewaschen und ggf. getrocknet.

So wird beispielsweise gemäß DD-WP 147.185 der Rohton zerkleinert, getrocknet und anschließend mit HCl gelaugt.

Bereits die DE-PS 563.123 enthält eine Lehre zur drucklosen Behandlung kieselensäurehaltiger Massen, die beim sauren Aufschluß aluminiumhaltiger Gesteine und Erden bei Temperaturen oberhalb 373 K zwecks Verarbeitung auf Aluminium anfallen mit dem entsprechenden Alkalihydroxid. Diese Laugungsrückstände enthalten jedoch noch Verunreinigungen, insbesondere Al_2O_3 , TiO_2 , Fe_2O_3 und andere, von der Zusammensetzung des Ausgangsrohstoffes abhängige Fremdbestandteile.

Die in letztgenannter Patentschrift enthaltene Lehre zur Behandlung dieser kieselensäurehaltigen Massen mit Alkalihydroxid ergibt jedoch keine ökonomisch befriedigende Lösung, da insbesondere der Anteil an unlöslichen Rückständen, die beim Zentrifugieren oder bei der Filtration der Rohlösung anfallen, sehr hoch ist.

Der aus der Rohlösung nach der Fest-Flüssig-Trennung abgesonderte unlösliche Rückstand, der u. a. unaufgeschlossene Kieselsäure sowie metalloxidische, mineralische und organische Fremdbestandteile enthält, hat eine zähe und klebrige Konsistenz, wodurch bei der Fest-Flüssig-Trennung erhebliche technische Schwierigkeiten entstehen, z. B. durch das Verkleben der Filtrationsflächen.

Die Verwendung dieses Rückstandes z. B. als Bindemittel ist nur sehr beschränkt möglich, da das Vorhandensein der vielfältigen Verunreinigungen und die kaum mögliche Beeinflussung der Zusammensetzung eine technische Weiterbehandlung und Anwendung nahezu unmöglich machen. Bisherige Versuche, diese kieselensäurehaltigen Massen bzw. Tonlaugungsrückstände mit Alkalihydroxid zu technisch verwertbaren Alkalisilicatlösungen bei Temperaturen bis ca. 470 K und Drücken bis ca. 1,6 MPa diskontinuierlich im Autoklaven umzusetzen und anschließend zu reinigen, ergaben keine befriedigenden Ergebnisse, da der SiO_2 -Umsatz gering und die Ausbeute an Alkalisilicatlösung unzureichend war.

Eine wirtschaftliche Herstellung von Alkalisilicatlösungen aus diesen Tonlaugungsrückständen ist nach den bisher bekannten Verfahren also nicht gegeben.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die wirtschaftliche Herstellung von Alkalimetallsilicatlösungen mit einem Gehalt an reaktivem, gelöstem Alkalialumosilicat und mit verbesserter Filtrierbarkeit.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, durch ein spezielles Verfahren zur mineralisauren Tonlaugung einen Laugungsrückstand mit hohem SiO_2 -Gehalt und geringen metalloxidischen Verunreinigungen herzustellen sowie durch ein verbessertes Verfahren zur Umsetzung dieses Laugungsrückstandes mit Alkalihydroxid Alkalisilicatlösungen mit einem Gehalt an reaktivem, gelöstem Alkalialumosilicat von 0,01 bis 5,0 Ma.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Ma.-%, und mit verbesserter Fest-Flüssig-Trennung wirtschaftlich herzustellen.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die mineralisaure Extraktion des Tons oder tonerdehaltigen Materials in einer Korngröße von 0,5 bis 10 mm, vorzugsweise 0,5 bis 2,0 mm, mit 12 bis 21%iger Salzsäure bei deren Siedetemperatur so geführt wird, daß der Extraktionsrückstand einen Gehalt an größtenteils amorphen SiO_2 und 60 bis 95 Ma.-%, vorzugsweise 75 bis 95 Ma.-%, und einen Al_2O_3 -Gehalt von weniger als 15 Ma.-%, vorzugsweise weniger als 10 Ma.-%, besitzt und daß durch mindestens eine zweite extraktive saure Nachbehandlung des kieselensäurehaltigen Extraktionsrückstandes mit frischer Säure gleicher Konzentration unter gleichen Bedingungen, die zur ersten Extraktion zurückgeführt wird, der Gehalt an Al_2O_3 auf weniger als 5 Ma.-% verringert wird sowie daß der somit hergestellte Laugungsrückstand nach Auswaschung und ggf.

Trocknung dann mit wäßriger Alkalimetallhydroxidlösung, die 0,01 bis 5,0 Ma.-%, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Ma.-%, reaktives, gelöstes Alkalialumosilicat enthält, in zeitlichen Reaktionsintervallen nach einem zweistufigen Prozeß umgesetzt wird, wobei im ersten Drittel der Gesamtreaktionszeit die Temperatur der Lösung zwischen 330 K und 350 K und in den restlichen zwei Dritteln die Temperatur der Lösung zwischen 350 K und 450 K, vorzugsweise zwischen 350 K und 370 K, gehalten wird, wobei die Umsetzung in geeigneten Apparaten unter Einleitung von Scherkräften, beispielsweise in Rührmaschinen, erfolgt und daß die so erhaltene Silicatlösung bei Temperaturen oberhalb von 310 K durch Fest-Flüssig-Trennung gereinigt wird. Eine Weiterentwicklung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht in der Herstellung einer gelöstes reaktives Natriumalumosilicat enthaltenden Natriumsilicatlösung durch Aufschluß von Tonlaugungsrückständen mittels einer bereits gelöstes reaktives Natriumalumosilicat enthaltenden Natronlauge, wie sie als Mutterlauge bei der Zeolith-Synthese anfällt. Als reaktives, gelöstes Alkalialumosilicat bezeichnet man das bei Abkühlung der Alkalilauge bzw. Alkalisilicatlösung anfallende Alkalialumosilicat mit einem Kristallisationsgrad von mindestens 30%.

Der gemäß o. g. mineralsaurer Extraktion und extraktiver Nachbehandlung gewonnene Laugungsrückstand ist feinkörnig und porös, hat eine spezifische Oberfläche von 50 bis 250 m²/g und besitzt einen röntgenamorphen Anteil von mehr als 85 Ma.-%. Eine typische Zusammensetzung des somit erhaltenen Tonlaugungsrückstandes geht aus Tabelle 1 hervor.

Tabelle 1: Zusammensetzung von normal und intensiv mit HCl gelaugten SiO₂-Rückständen (Beispiel); Angaben in Ma.-%

Bestandteile	Zusammensetzung I nach normaler Extraktion	Zusammensetzung II nach extraktiver Nachbehandlung
Al ₂ O ₃	9,2	3,52
SiO ₂	74,0	80,00
Fe ₂ O ₃	0,79	0,46
TiO ₂	3,35	4,18
MgO	0,017	0,01
CaO	0,27	0,013
K ₂ O	0,87	0,14
Na ₂ O	0,04	0,006
Cl ⁻	0,06	0,06
SO ₄ ²⁻	0,1	0,1
GV ₁₀₀₀	Rest	Rest

Die Umsetzung des intensiv gelaugten SiO₂-Rückstandes der Zusammensetzung II mit Natronlauge erfolgt bei Temperaturen zwischen 330 K und 450 K, vorzugsweise bis 370 K. Die Umsetzungsdauer beträgt 15 bis 360 Minuten, vorzugsweise bis 60 Minuten. Im ersten Drittel der Gesamtreaktionszeit liegt die Temperatur zwischen 330 K und 350 K und in den restlichen zwei Dritteln vorzugsweise zwischen 350 K und 370 K. Die noch warme Rohlösung wird oberhalb von 310 K, vorzugsweise zwischen 330 K und 350 K, z. B. mit Hilfe eines Vakuumfilter geklärt, wobei ein Dederon-Filtertuch verwendet wird. Als Filtrat erhält man eine hellgelbe, nur leicht getrübbte Silicatlösung. Die Menge des Filtrationsrückstandes, der auf dem Filtertuch verbleibt, beträgt ca. 10 bis 30 Ma.-% der eingesetzten Rohlösung. Das Filtertuch läßt sich mit Wasser leicht reinigen und wiederverwenden. Die so erhaltene geklärte Lösung entspricht weitgehend technischen Wasserglaslösungen, wie sie normalerweise durch Lösen von aus Soda und Sand erschmolzenem Festglas in Wasser erhalten werden.

Eine Weiterentwicklung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht in der Herstellung einer gelöstes reaktives Natriumalumosilicat enthaltenden Natriumsilicatlösung. Überraschenderweise wurde gefunden, daß dieser weiteren Zielstellung entsprochen wird, wenn der Aufschluß der Tonlaugungsrückstände unter den gegebenen Reaktionsbedingungen mit der Mutterlauge aus der Zeolith-Synthese erfolgt. Frische heiße Molsiebmutterlauge enthält etwa 4 bis 20 Ma.-% Na₂O sowie etwa 0,1 bis 2,0 Ma.-% gelöstes Natriumalumosilicat, welches beim Abkühlen der Mutterlauge ausfällt, teilweise in kristalliner Form z. B. mit den Gittertypen des Zeolith 4A bzw. 13X, je nach den Bedingungen des Syntheseprozesses, aus dem die Mutterlauge anfällt.

Dispergiert man unter den bereits dargelegten Reaktionsbedingungen den Tonlaugungsrückstand in einer derartigen, gelöstes reaktives Natriumalumosilicat enthaltenden Natronlauge, so verbleibt das gelöste reaktive Natriumalumosilicat in der sich bildenden Natriumsilicatlösung, wenn diese oberhalb einer Temperatur von 310 K, vorzugsweise zwischen 330 K und 350 K gehalten wird, also auch bei ihrer anschließenden Reinigung beispielsweise durch Filtration. Das gelöste reaktive Natriumalumosilicat kann wiederum durch Ausfällung aus der Natriumsilicatlösung bei Abkühlung nachgewiesen werden. Es ist teilweise kristallin und enthält damit Vorbausteine der Zeolith-Synthese in gelöster Form, unabhängig vom Aggregationsgrad der Kieselsäure in der Natriumsilicatlösung, welcher bekannterweise durch das Verhältnis SiO₂:Na₂O sowie durch die Aufschlußbedingungen maßgeblich beeinflusst wird. Solche Silicatlösungen können mit Vorteil bei der Zeolith-Synthese eingesetzt werden, wo sie die Direktion und Kinetik der Zeolith-Kristallisation in einem überraschend hohem Maß beeinflussen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele erläutert, wobei im Beispiel 1 die bislang naheliegende Methode zur Herstellung einer Alkalisilicatlösung aus Tonlaugungsrückständen mit Alkalihydroxid ohne das erfindungsgemäße Verfahren zum Vergleich dargestellt wird.

Beispiel 1

100 kg getrockneter SiO₂-Rückstand der Zusammensetzung I gemäß Tabelle 1 werden mit 415 kg einer ca. 8%igen Natronlauge bei ca. 385 K in etwa 2 Stunden umgesetzt. Die erhaltene Lösung wird 3 Tage lang unter Vakuum filtriert. Als Filtrat fallen ca. 250 kg einer Silicatlösung mit einer SiO₂-Konzentration von 6,9 Ma.-% und einem molaren Modul SiO₂:Na₂O von ca. 1,1 an. Der Filtrationsrückstand beträgt ca. 255 kg $\pm$ 49,5 Ma.-% der Rohlösung. Das Dederonfiltertuch muß mehrfach gewechselt werden, da es durch den Filtrationsrückstand verklebt ist.

Beispiel 2

100 kg Ton mit einer Korngröße von vorzugsweise 0,5 bis 2 mm bzw. auch 2 bis 10 mm werden mit 371 l einer 20%igen HCl 6 bis 8 h bei Siedetemperatur gelaugt. Nach Abtrennung der Chloridlösung resultiert ein Rückstand, der bei Analyse einer gewaschenen und getrockneten Probe die Zusammensetzung I der Tabelle 1 aufweist. Der aus dieser Laugung resultierende Rückstand wird erneut mit der gleichen Säuremenge unter gleichen Bedingungen extrahiert. Anschließend wird die entstehende Al-Chlorid-arme, stark salzsaure Lösung abgetrennt und zur Laugung von Frischton in der ersten Stufe zurückgeführt. Nach 3stufiger Gegenstromwäsche und Trocknung bei 383 K resultiert ein Laugungsrückstand mit deutlich vermindertem Gehalt an Al_2O_3 und Fe_2O_3 entsprechend Zusammensetzung II der Tabelle 1, der bei Einsatz in der Umsetzungsstufe mit NaOH die bisherigen Probleme des zu geringen Umsetzungsgrades und der hohen Schwierigkeiten der anschließenden Fest-Flüssig-Trennung wesentlich reduziert. Bei einer Umsetzung mit Alkalihydroxid mit anschließender Filtration entsprechend Beispiel 1 entsteht eine Silicatlösung mit einem Modul von ca. 1,5. Der Filtrationsrückstand beträgt ca. 30 Ma.-% der Rohlösung nach etwa 2,5 Stunden Filtrationszeit bei ca. 330 K.

Beispiel 3

Analog Beispiel 2 wird die Reaktion mit Natronlauge 20 Minuten lang bei 340 K und 40 Minuten lang bei 365 K durchgeführt. Es ergibt sich in der Silicatlösung eine SiO_2 -Konzentration von 15,5 Ma.-% bei einem molaren $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ -Verhältnis von ca. 2,4. Unter analogen Filtrationsbedingungen gemäß Beispiel 2 beträgt der Filtrationsrückstand ca. 24 Ma.-% der Rohlösung.

Beispiel 4

100 kg Tonlaugungsrückstand gemäß Zusammensetzung II der Tabelle 1 werden mit 425 kg frischer, heißer Molsiebmutterlauge aus der Zeolith-4A-Synthese, welche 6,5 Ma.-% Na_2O und 1,3 Ma.-% gelöstes reaktives Natriumalumosilicat enthält, unter Rühren 1 Stunde lang bei 370 K behandelt.

Nach der Filtration, bei der die Temperatur nicht weniger als 330 K beträgt, wird eine Natriumsilicatlösung erhalten, welche 5,7 Ma.-% Na_2O und 9,3 Ma.-% SiO_2 sowie 0,6 Ma.-% gelöstes, reaktives Natriumalumosilicat enthält. Letzteres kann durch Ausfällung in der Kälte sowie durch röntgenographische Bestimmung ermittelt werden. Das ausgefällte Produkt besteht zu etwa 30 Ma.-% aus Zeolith A.