(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PATENTSCHRIFT

(12) Ausschließungspatent

(11) DD 298 493 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) C 01 B 33/12

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	DD C 01 B / 324 761 7	(22)	02.01.89	(44)	27.02.92

(71) siehe (73)
(72) Meisel, Jürgen, Dr. Dipl.-Chem.; Tschritter, Hartmut, Dipl.-Chem.; Dassler, Bernd, Dipl.-Ing.; Diekers, Günter, Dipl.-Chem.; Wendt, Axel, Dipl.-Ing.; Hentschel, Hannelore, DE
(73) Chemiewerk Bad Köstritz GmbH, O - 6514 Bad Köstritz, DE

(54) Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure hoher Reinheit

(55) Kieselsäure; hochreine Kieselsäure; Alkalisilicat; Kieselglas

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure hoher Reinheit. Durch die Erfindung wird aus Alkalisilicatlösung technischer Reinheit eine feste Form der Kieselsäure mit hoher chemischer Reinheit hergestellt, die zu einem Rohstoff für hochwertige Gläser und Keramik, insbesondere für Kieselglas, weiterverarbeitet werden kann. Erfindungsgemäß erfolgt die Herstellung stufenweise durch mehrmalige Umstrukturierung des Kieselsäuregerüstes, indem in der 1. Stufe eine Alkalisilicatlösung durch stark saure Ionenaustauscher in eine vorgereinigte gelierfähige Kieselsäurelösung mit 2 bis 20 Ma.-% SiO_2 und einem *p*H-Wert ≤ 5 überführt, in der 2. Stufe diese mittels eines Einfrier-Auftauzyklus in lepidoide Kieselsäure umgewandelt, die anschließend mit Schwefelsäure versetzt wird, wobei Verunreinigungen gelöst und durch Filtration und Waschen mit Wasser entfernt werden, in der 3. Stufe diese vorgereinigte lepidoide Kieselsäure durch Auflösen in Alkalihydroxid zu einer Alkalisilicatlösung umgesetzt, aus der weitere Verunreinigungen durch Sedimentation abgetrennt werden, in der 4. Stufe diese Alkalisilicatlösung durch Einleiten in Schwefelsäure erneut in eine gelierfähige Kieselsäurelösung überführt, die wiederum mittels eines Einfrier-Auftauzyklus in lepidoide Kieselsäure umgewandelt wird und die zur Feinstreinigung nochmals mit Schwefelsäure behandelt, filtriert und mit Wasser ionenfrei gewaschen wird. Durch diese Verfahrensweise wird eine Kieselsäure mit weniger als 30 ppm Gesamtverunreinigung, wobei die Verunreinigungen an Eisen und Titan jeweils weniger als 5 ppm, in der Summe der Alkalielemente weniger als 10 ppm betragen, hergestellt.

ISSN 0433-6461

6 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure hoher Reinheit aus Alkalisilicatlösungen durch Ionenaustausch, Kondensationsreaktionen, saure und alkalische Löseprozesse, Waschen und Filtrieren, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Herstellung stufenweise durch mehrmalige Umstrukturierung des Kieselsäuregerüstes erfolgt, indem in der 1. Stufe eine Alkalisilicatlösung durch stark saure Ionenaustauscher in eine vorgereinigte gelierfähige Kieselsäurelösung mit 2 bis 20 Ma.-% SiO_2 und einem *p*H-Wert kleiner/gleich 5,0 überführt, in der 2. Stufe diese mittels eines Einfrier-Auftau-Zyklus in lepidoide Kieselsäure umgewandelt, die anschließend mit Schwefelsäure versetzt wird, wobei Verunreinigungen gelöst werden und durch Filtration und Waschen mit Wasser entfernt werden, in der 3. Stufe diese vorgereinigte lepidoide Kieselsäure durch Auflösen in Alkalihydroxid zu einer Alkalisilicatlösung umgesetzt, aus der die unlöslichen Verunreinigungen durch Sedimentation abgetrennt werden, in der 4. Stufe diese Alkalisilicatlösung durch Einleiten in Schwefelsäure erneut in eine gelierfähige Kieselsäurelösung überführt, die wiederum mittels eines Einfrier-Auftauzyklus in lepidoide Kieselsäure umgewandelt wird und die zur Feinstreinigung nochmals mit Schwefelsäure behandelt, filtriert und mit Wasser gewaschen wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Behandlung der lepidoiden Kieselsäure mit Schwefelsäure einer Konzentration von 10 bis 30 Ma.-% unter Rühren in 0,5 bis 2 Stunden bei einer Temperatur von 80°C bis 100°C erfolgt, wobei die Massenanteile SiO_2 zu H_2SO_4 sich wie 2:1 bis 1:2 verhalten.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Behandlung der lepidoiden Kieselsäure mit einem Gemisch von Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid erfolgt, wobei die Massenanteile H_2SO_4 und H_2O_2 sich wie 1000:1 bis 100:1 verhalten.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, **gekennzeichnet dadurch,** daß aus lepidoider Kieselsäure und Alkalihydroxid MeOH unter Rühren bei einer Temperatur von 313 bis 373 K eine Alkalisilicatlösung hergestellt wird, die eine SiO_2-Konzentration von 10 bis 20 Ma.-% und ein Molverhältnis SiO_2 zu Me_2O wie 2,5:1 bis 3,5:1 aufweist.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Stufen 3 und 4 mehrmals durchlaufen werden.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Durch die Erfindung wird aus wäßriger Alkalimetallsilicatlösung eine feste Form der Kieselsäure erhalten, deren Struktur und hohe chemische Reinheit für die Weiterverarbeitung zu einem Rohstoff für hochwertige Gläser und Keramik, insbesondere für Kieselglas, besonders geeignet ist.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Für viele Anwendungsgebiete werden die Anforderungen an die chemische Reinheit von Kieselsäureerzeugnissen ständig höher. Speziell bei Glaswerkstoffen für die Herstellung von Silizium-Einkristallen, mikroelektronische Bauteile und bei Gläsern mit extrem hoher Lichtdurchlässigkeit liegen die Reinheitsforderungen für den Gehalt an Fremdelementen durchweg im Bereich weniger ppm (10^{-4}%).
Grundlage der großtechnischen Herstellung von Kieselsäureerzeugnissen der verschiedensten Form sind natürliche silicatische Rohstoffe, vor allem Quarze und Sande, aus denen nach bekannten Verfahren wäßrige Alkalisilicatlösungen technischer Reinheit, sogenannte „Wassergläser" hergestellt werden, die der eigentliche Rohstoff für die technische Kieselsäurechemie sind.
Als Rohstoff für besonders hochwertige Gläser wurden bisher vor allem hochreine natürliche Quarze (z. B. Bergkristall) eingesetzt. Ihr Vorkommen ist jedoch begrenzt und ihre direkte Verarbeitung sehr stark abhängig von der chemischen Reinheit und mineralogischen Qualität, Spitzenqualitäten sind kaum noch verfügbar. Aus diesem Grund werden zunehmend leichter verfügbare und kostengünstigere Rohstoffe geringerer Reinheit wie z. B. Gangquarze sowie Sande und Aufbereitungsrückstände anderer Mineralien durch physikalische und chemische Prozesse weiter aufbereitet.
So werden Eisenverunreinigungen durch Behandlung mit Salzsäure weitgehend entfernt (DD-PS 53688, DE-PS 678380, US-PS 2169122).
Durch eine modifizierte H Cl/H_2SO_4/Oxalsäure – (DD-PS 136259), HCl/Flußsäure – (DD-PS 126055) bzw. HCl/Flußsäure-Behandlung mit nachfolgender thermischer Behandlung bei 800°C bis 1200°C (DD-PS 160967) werden außer der Hauptverunreinigung Eisen auch weitere Schwermetalle entfernt. Von Nachteil bei diesen Verfahren, die zum Teil hohe Reinheiten erbringen, ist jedoch, daß mit großen Mengen hochkonzentrierten aggressiven Säuren (HCl, Flußsäure) gearbeitet werden muß, woraus eine hohe Korrosionsbeanspruchung der Apparate und Ausrüstungen, hohe Abwasserbelastung und hohe Umweltbelästigung resultiert. Daher gingen die Bestrebungen dahin, die Salzsäure durch weniger aggressive Säuren, wie Schwefelsäure und durch andere Zusätze zur chemischen Bindung der Verunreinigungen zu reduzieren bzw. zu ersetzen. In der

DE-OS2805547 wird ein Verfahren zur Herstellung von Kieselsäuregelen, Xerogelen oder Silikatlösungen mit sehr geringen Verunreinigungen durch Behandlung des Rohstoffes mit HCl und Zusätzen, wie Polyphosphate, Oxalsäure, Nitrilotriessigsäure oder deren Natriumsalze beschrieben. Bei diesem Verfahren ist jedoch von Nachteil, daß derartige Zusätze teuer sind und außerdem die Erzielung hochreiner Endprodukte stören. So ist Phosphor bekanntermaßen ein störendes Element für die Verwendungsrichtung Mikroelektronik. In der DE OS 3536106 wird ein Verfahren zur Herstellung feinpulvriger SiO_2-Rohstoffe beschrieben. Hierbei wird ein Verfahren zur Herstellung feinpulvriger SiO_2-Rohstoffe beschrieben. Hierbei wird Alkalimetallsilicat unter Einhaltung großtechnisch schwer beherrschbarer Bedingungen zunächst mit Alkohol versetzt, durch Mineralsäure SiO_2 ausgefällt und anschließend mit Mineralsäure ausgewaschen, wobei als Mineralsäure HCl oder HNO_3 bevorzugt ist.
Außerdem ist ein Verfahren nach der DE OS 3604732 bekannt, wonach aus Alkalimetallsilicat wasserhaltige Kieselsäure mit einem Verunreinigungsgrad von nicht mehr als 50 ppm erzielt wird. Als Verunreinigungen wurden B, Al, P, Ca, Ti, Fe und Zr entfernt. Nach diesem Verfahren wird der Rohstoff in die Mineralsäure durch eine Pufferphase aus flüssigen niedrigen Kohlenwasserstoffen geführt. Entsprechend der Beispiele wird die hohe Reinheit jedoch nur durch eine kombinierte Mineralsäurebehandlung von HCl und H_2SO_4 erreicht.
Mit diesen Verfahren werden jedoch Nachteile, die an das Arbeiten mit Salzsäure gebunden sind, auch nicht durch den teilweisen Ersatz dieser, aufgehoben.
Anderenteils ist bekannt, daß durch eine Behandlung mit nur Schwefelsäure die Reinheitsgrade des Endstoffes schlechter und damit für eine Weiterverarbeitung ungenügend sind. Es wurde vorgeschlagen, diese Diskrepanz dadurch zu überwinden, daß die Behandlung mit H_2SO_4 unter verschärften Reaktionsbedingungen, z. B. mit 62%iger H_2SO_4 bei Siedetemperatur (US-PS 2233695) mit H_2SO_4 bis 120°C und 10 Atmosphären Druck im Rührautoklaven (FR 1544545) zu überwinden.
Die verschärften Reaktionsbedingungen erfordern einen erhöhten technologischen Aufwand, so daß die vorher genannten Vorteile der Anwendung der H_2SO_4 gegenüber der Anwendung der HCl aufgehoben werden.
Weiterhin wurde vorgeschlagen, die Effektivität der H_2SO_4-Behandlung durch Komplexbildner, wie Alkalichloride (US-PS 3374062) durch Metalle, wie Ferrosulfat (DE-PS 572195) und Zusätze, wie Hypophosphit (DE PS 130655) zu erhöhen. Hierbei ist jedoch von Nachteil, daß zum Teil nicht alle Verunreinigungen abgetrennt werden können und außerdem unerwünschte Sekundärverunreinigungen die Reinheit des SiO_2 zusätzlich verschlechtern.
Zur Herstellung sehr reiner wasserhaltiger lepidoider (schuppenförmiger) Kieselsäuren wird eine Kieselsäurelösung nach dem Einfrieren und anschließendem Auftauen ebenfalls mit konzentrierter Salzsäure und anschließend thermisch behandelt (DD-PS 31910, DE-AS 1192629).
In der DE-OS 2840459 wird ein Verfahren zur Herstellung hochreiner lepidoider Kieselsäure aus wäßriger Alkalimetallsilicatlösung durch Ansäuren mit einer Phosphorsäure, die mindestens eine Hydroxyl- und/oder Aminogruppe enthält, Ausfrieren, Wiederauftauen, Filtrieren, Waschen und Trocknen beschrieben, wodurch nur Al, Fe und Ti bis auf eine Summe von etwa 60 ppm entfernbar sind, jedoch ein Fe-Gehalt nicht unter 50 ppm erreichbar ist und damit die Anwendung erheblich eingeschränkt wird.
Von Nachteil ist hierbei jedoch der Einsatz einer größeren Menge Al-, Fe- und Ti-Ionen kompexierenden organischen Säure, so daß dieses Verfahren für eine großtechnische Anwendung nicht geeignet ist. Wird lepidoide Kieselsäure aus Wasserglas durch Ansäuren mit H_2SO_4, Einfrieren und den üblichen Weiterverarbeitungsschritten gewonnen, so weist diese noch eine große Menge an Verunreinigungen (Al, Fe, Ti) auf, die sich durch bloßes Auswaschen nicht entfernen lassen (DE-AS 1268122).
Zusammenfassend ist festzustellen, daß zwar Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure (SiO_2) hoher Reinheit durch chemische Behandlung von verschiedenen SiO_2-Materialien, wie Sand, Quarz, Kieselgel, lepidoide Kieselsäure und Silicate, bei denen die Fremdelemente von der gegebenen bzw. von der für den jeweiligen Verwendungszweck günstigen Struktur der Kieselsäure abgelöst werden, bekannt sind, die jedoch entweder unter sehr aggressiven Bedingungen bei hoher Umwelt- und Korrosionsbelastung oder zusätzlich nur mit teuren, im großtechnischen Maßstab schwer verfügbaren Chemikalien ablaufen.
Außerdem bleibt bei den bekannten Verfahren, die eine Kieselsäure hoher Reinheit herstellen, die Entfernung der Alkalimetalle unberücksichtigt, da ein gewisser Alkalianteil für spezielle Weiterverarbeitungszwecke, wie Herstellung von reinem Silizium für Solarzellen, nicht stört (DE-OS 3604732).

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein ökonomisch günstiges Verfahren zur Herstellung von Kieselsäure hoher Reinheit aus Alkalisilicatlösungen technischer Reinheit, welche je nach Anwenderforderungen eine Kieselsäure liefert, bei der die Summe an verunreinigenden Elementen bis unter 30 ppm beträgt, wobei die Verunreinigungen an Eisen und Titan jeweils bis unter 5 ppm und bei der Summe der Alkalielemente bis unter 10 ppm gesenkt werden können.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung hochreiner Kieselsäure aus Alkalisilikatlösungen technischer Reinheit unter milden Verfahrensbedingungen und mit wenig aggressiven Reinigungszusätzen zu entwickeln, durch das keine erhöhte Korrosionsbeanspruchung der Apparate und Ausrüstungen erfolgt, das umweltfreundlich und kostengünstig arbeitet und somit für eine großtechnische Produktion anwendbar ist.
Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß die Herstellung durch mehrmalige Umstrukturierung des Kieselsäuregerüstes erfolgt, indem in der 1. Stufe eine Alkalisilicatlösung durch stark sauren Ionenaustauscher in eine vorgereinigte gelierfähige Kieselsäurelösung mit 2 bis 20 Ma.-% und einem *p*H-Wert ≤ 5 überführt, in der 2. Stufe diese mittels eines Einfrier-, Auftauzyklus in lepidoide Kieselsäure umgewandelt, die anschließend mit Schwefelsäure versetzt wird, wobei Verunreinigungen gelöst und durch Filtration und Waschen mit Wasser entfernt werden, in der 3. Stufe diese vorgereinigte lepidoide Kieselsäure durch Auflösen in Alkalihydroxid zu einer Alkalisilicatlösung umgesetzt wird, aus der die unlöslichen

Verunreinigungen durch Sedimentation abgetrennt werden, in der 4. Stufe diese Alkalisilicatlösung durch Einleiten in Schwefelsäure erneut in eine gelierfähige Kieselsäurelösung überführt, die wiederum mittels eines Einfrier- Auftauzyklus zu lepidoide Kieselsäure umgewandelt wird und die zur Feinstreinigung nochmals mit Schwefelsäure behandelt, filtriert und mit Wasser ionenfrei gewaschen wird.
Es ist günstig, wenn die Behandlung der lepidoiden Kieselsäure mit Schwefelsäure einer Konzentration von 10 bis 30 Ma.-% unter Rühren in 0,5 bis 2 h bei einer Temperatur von 80°C bis 100°C erfolgt, wobei die Masseanteile SiO_2:H_2SO_4 sich wie 2:1 bis 1:2 verhalten.
Besonders vorteilhaft und wirksam ist, wenn die Behandlung der lepidoiden Kieselsäure mit einem Gemisch von Schwefelsäure und Wasserstoffperoxid erfolgt, wobei die Massenanteile SiO_2 und H_2O_2 sich wie 1000:1 bis 100:1 verhalten.
Die aus lepidoider Kieselsäure und Alkalihydroxid (MeOH) hergestellte Alkalisilikatlösung weist vorzugsweise eine SiO_2-Konzentration von 10 bis 20 Ma.-% und ein Molverhältnis von SiO_2:Me_2O wie 2,5 bis 3,5:1 auf.
Es ist vorteilhaft, wenn die Stufen 3 und 4 mehrmals durchlaufen werden.
Erfindungsgemäß wird aus einem technischen, insbesondere durch Eisen, Aluminium, Titan und Erdalkalien verunreinigten Alkalisilicat unter vergleichsweise milden Bedingungen hinsichtlich der Konzentration der eingesetzten Agenzien sowie der Temperatur und des Druckes eine Kieselsäure hoher Reinheit, das heißt eine Kieselsäure mit weniger als 30 ppm Gesamtverunreinigungen, hergestellt.
Es ist überraschend, daß erfahrungsgemäß sehr fest gebundene Verunreinigungen bereits unter milden Verfahrensbedingungen mit Hilfe der mehrmaligen Umstrukturierung des Kieselsäuregerüstes von diesem ablösbar sind.
Voraussetzung dazu ist jedoch, daß die erfindungsgemäße Reihenfolge der einzelnen Stufen eingehalten wird.
Die erfindungsgemäße Kombination von Strukturänderung und Reinigungsprozeß erfolgt, indem
- in der 1. Stufe der Hauptteil der Alkali- und Erdalkalimetalle und der gelöste Teil der Schwermetalle,
- in der 2. Stufe der Hauptteil der Elemente Aluminium und Titan sowie der säurelösliche Teil der Schwermetalle,
- in der 3. Stufe weitere Anteile von Aluminium und der Schwermetalle und
- in der 4. Stufe nochmals Alkalien, Erdalkalien, Titan und Schwermetalle abgetrennt werden.

Bei dem abschließenden Auswaschen im sauren *p*H-Bereich erfolgt die Lösung der letzten Spuren an Schwermetallen, sowie die Verdrängung der Alkali- und Erdalkalimetallionen.
Die Stufe 3 unterscheidet sich von den anderen Stufen dadurch, daß die Kieselsäure in Lösung gebracht wird und die Verunreinigungen in ungelöster Form anfallen und somit als festes Sediment abgetrennt werden.
Es ist überraschend, da die in der 3. Stufe zugesetzte große Menge an Alkalimetallionen (ca. 100 000facher Überschuß gegenüber Grenzwert und Endprodukt) keineswegs einen negativen Effekt für die Erzielung eines alkaliarmen Endproduktes, sondern wahrscheinlich sogar einen günstigen Einfluß auf die Verdrängung anderer Fremdionen vom Kieselsäuregerüst haben.
Durch die Bedingungen in der 4. Stufe werden die zugesetzten Alkalimetallionen zusammen mit den letzten Spuren der anderen störenden Elemente abgetrennt.

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1
40 l einer Natriumsilicatlösung (technische Natronwasserglaslösung) mit 26,0% SiO_2 und 7,8% Na_2O werden unter Rühren langsam in eine Suspension von 100 l stark saurem Kationenaustauscher (Wofatit^R KPS) vom *p*H-Wert 2,0 und einer Temperatur von +5°C eingeleitet.
Nach Erreichen eines *p*H-Wertes von 2,7 wird die Reaktionsflüssigkeit vom Austauscher getrennt. Man erhält 132 l einer kolloidalen Kieselsäurelösung mit einer SiO_2-Konzentration von 9% und einer Dichte von 1,058 g/cm^3, die Temperatur beträgt 12°C. Diese Lösung wird in flache kunststoffbeschichtete Metallbehälter mit den Abmessungen 1000 × 600 × 60 mm gefüllt und in einem Kältemittelbad bei einer Temperatur von −15°C im Verlaufe von 5 Std. vollständig durchgefroren.
Anschließend taut man die Masse auf, wobei ein Gemisch aus fester Kieselsäure von schuppenartiger äußerer Form (lepidoide Kieselsäure) und Schmelzwasser resultiert.
Das Gemisch wird in eine säurefest ausgekleidete Rührmaschine überführt und auf eine Feststoffkonzentration von 180 g/l gebracht. Unter Rühren erfolgt die Vermischung mit 11 l konzentrierter Schwefelsäure (Kontaktschwefelsäure der Qualität chemisch rein), es resultiert eine Säurekonzentration von 180 g H_2SO_4 pro Liter.
Unter stetigem Rühren wird auf 90°C erhitzt und bei dieser Temperatur eine Stunde lang gerührt.
Auf einer Porzellannutsche wird das Produkt mit entionisiertem Wasser ausgewaschen und scharf abgesaugt.
30 kg der so vorgereinigten, filterfeuchten Kieselsäure mit einem Wassergehalt von 65% werden unter Rühren portionsweise so zu 12 l einer 24%igen Natronlauge gegeben, daß die Kieselsäure jedesmal praktisch vollständig in Lösung geht. Die Temperatur wird während der Zugabe langsam bis auf 70°C gesteigert und nach beendeter Zugabe wird 1 Stunde bei dieser Temperatur nachgerührt.
Man erhält 34 l einer Natriumsilicatlösung mit folgenden Parametern:
SiO_2 Konzentration: 24,8%
Molverhältnis SiO_2: Na_2O: 3,48
Dichte: 1,244 g/cm^3
Diese Silicatlösung wird 20 Tage gelagert, bis die Klärung erfolgt ist. Danach wird sie durch Dekantieren und Zentrifugieren vom abgesetzten Schlamm getrennt. Die Lösung muß frei von Trübungen und Verfärbungen sein.
30 l dieser Silicatlösung werden unter intensivem Rühren langsam in eine Schwefelsäure-Eis-Suspension von −12°C eingeleitet, hergestellt aus 60 kg Eis von entionisiertem Wasser und 6,50 l konzentrierter Schwefelsäure der o.g. Qualität.
Die Zugabe der Natriumsilicatlösung wird bei *p*H 1,8 beendet, die Dichte der Reaktionsflüssigkeit beträgt 1,145 g/cm^3, ihre Temperatur 15°C.
In den o.g. Einfrierbehältern wird diese Flüssigkeit im Kältemittelbad bei −15°C in 6 Stunden vollständig durchgefroren. Danach wird die Masse aufgetaut, das Schmelzwasser abdekantiert und mit entionisiertem Wasser erneut aufgerührt. Eine erneute

Behandlung mit Schwefelsäure erfolgt unter den o.g. Bedingungen. Auf einer Prozellannutsche wird abgesaugt und 6mal mit je 30l entionisiertem Wasser von aqua dest-Qualität gewaschen. Anschließend solange mit einem Wasser von aqua bidest-Qualität weiter gewaschen, bis an Zulauf und Ablauf der Nutsche gleiche Leitfähigkeit gemessen wird.
Als Ergebnis erhält man 25kg einer filterfeuchten Kieselsäure mit folgenden Eigenschaften:

Wassergehalt (Trocknung bei 105°C):	58%
Glühverlust (1000°C):	18%
Korngröße: größer als 0,25 mm:	20%
kleiner als 0,04 mm:	5%
Chemische Verunreinigungen (in ppm):	Fe: 2,3
	Al: 9,0
	Ti: 4,4
	Ca: 4,0
	Mg: 0,8
	Na: 3,0
	K: 1,1
	Li: kl. 1,0
	B: 0,15
	Cu: 0,05
	Mn: 0,06
	Pb: 0,14
	Cr: 0,06

Beispiel 2
Gemäß Verfahrensweise nach Beispiel 1, jedoch mit Zusatz von jeweils 0,1 l einer 30%igen Wasserstoffperoxidlösung zu jeder Säurereinigung. Der Zusatz von Wasserstoffperoxid wirkt sich günstig auf die Entfernung des Elementes Titan aus.
Es wird ein Produkt wie im Beispiel 1, jedoch mit folgender verbesserter Reinheit erhalten:
Chemische Verunreinigungen (in ppm):

Fe: 1,0	Li: kl.	1,0
Al: 2,7	B:	0,13
Ti: 0,8	Cu: kl.	0,05
Ca: 3,0	Mn:	0,05
Mg: 0,8	Pb: kl.	0,1
Na: 3,0	Cr:	0,05
K: 1,0		

Beispiel 3
Gemäß Verfahrensweise nach Beispiel 1, jedoch wird die vorgereinigte Kieselsäure nicht zu einer Natriumsilicatlösung, sondern zu einer Kaliumsilicatlösung verarbeitet, indem unter Rühren 30kg der filterfeuchten vorgereinigten Kieselsäure mit einem Wassergehalt von 59% portionsweise zu 18,5l einer 30%igen Kalilauge gegeben werden.
Die Ansatzführung erfolgt wie im Beispiel 1.
Man erhält 42l Kaliumsilikatlösung mit folgenden Parametern:

SiO_2-Konzentration:	21,2%
Molverhältnis SiO_2:K_2O:	2,74
Dichte:	1,292 g/cm^3

Nach entsprechender Alterung und Reinigung werden 40l dieser Kaliumsilicatlösung mit einer Schwefelsäure-Eis-Suspension aus 80kg Eis und 6,93l konzentrierter Schwefelsäure umgesetzt.
Reaktionsführung und Weiterbehandlung der entstandenen Reaktionsflüssigkeit erfolgt wie im Beispiel 1.
Es werden 25kg einer Kieselsäure mit folgenden Eigenschaften erhalten:

Wassergehalt (105°C):	60%
Glühverlust (1000°C):	16%
Korngröße: größer als 0,25 mm:	10%
kleiner als 0,04 mm:	8%
Chemische Verunreinigungen (in ppm):	Fe: 1,2
	Al: 4,0
	Ti: 3,1
	Ca: 2,8
	Mg: 0,9
	Na: 2,0
	K: 2,0
	Li: kl. 1,0
	B: 0,13
	Cu: 0,05
	Mn: 0,07
	Pb: 0,10
	Cr: 0,06

Beispiel 4
Gemäß Verfahrensweise nach Beispiel 1, jedoch werden 25kg der erhaltenen filterfeuchten Kieselsäure wiederum in 12l einer 24%igen Natronlauge aufgelöst. Die erhaltene Natriumsilikatlösung wird 2 Wochen ruhig gelagert und anschließend vom Sediment getrennt.
Die Weiterverarbeitung der Lösung erfolgt wie im Beispiel 1, wobei die Endwäsche ausschließlich mit Wasser von Bidest-Qualität erfolgt.
Als Ergebnis erhält man 23kg einer filterfeuchten Kieselsäure mit den im Beispiel 1 beschriebenen physikalischen Eigenschaften, jedoch mit einer verbesserten chemischen Reinheit.

Chemische Verunreinigungen (in ppm):
Fe: 0,5
Al: 3,0
Ti: 2,0
Ca: 1,5
Mg: 0,5
Na: 2,0
K: ≤0,5
Li: ≤1,0
B: 0,1
Cu: ≤0,04
Mn: ≤0,04
Pb: ≤0,05
Cr: ≤0,03