

Изобретение относится к технологии получения жидкого стекла, которое может быть использовано, например, в качестве щелочного компонента при производстве бесклнкерного алюмосиликатного вяжущего, а также при производстве жаростойких и кислотостойких бетонов и других строительных материалов.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является принятый за прототип способ получения жидкого стекла, применяемого для производства строительных материалов [1], включающий измельчение перлита в шаровой мельнице в растворе щелочи с массовой долей 18,6-28,8 мас.% NaOH. В шаровую мельницу загружают 1 кг перлита, 1,57 кг фарфоровых шаров и соответствующее количество раствора едкого натра. Помол продолжается 16 ч до полного прохождения суспензии через сито 0063. Получают жидкое Стекло с плотностью 1510-1550 кг/м<sup>3</sup> и вязкостью 0,06-0,07 Па · с. Производительность процесса 0,041-0,045 кг/ч · дм.

Признаками прототипа, совпадающими с существенными признаками заявляемого изобретения, является совместный мокрый помол кремнеземсодержащего материала и едкой щелочи. Причинами, препятствующими достижению необходимого технического результата являются следующие: шаровые мельницы относятся к измельчающим аппаратам с низкой скоростью нагружения. В шаровой мельнице диспергирование твердого тела осуществляется преимущественно сжатием, раздавливанием. Поэтому химическая активность взаимодействующих веществ определяется только их высокой

дисперсностью; механохимическая активация процесса в этих условиях маловероятна, и для завершения реакции требуется длительное время обработки (16 ч).

В основу изобретения поставлена задача усовершенствования способа получения жидкого стекла, а котором проведение помола кремнийсодержащего материала и едкой щелочи в энергонапряженном устройстве при определенных условиях позволяет получить жидкое стекло с силикатным модулем 1,65-1,98 и плотностью 1,22-1,46 г/см<sup>3</sup> при снижении энергозатрат.

Поставленная задача решается предложенным способом получения жидкого стекла, включающем совместный мокрый помол кремнийсодержащего материала и едкой щелочи, в котором помол ведут в энергонапряженном устройстве, обеспечивающем не менее 10-кратное ускорение свободного падения мелющих тел и преимущественное действие механизма истирания при температуре 90-95°C, соотношении масс твердой и жидкой фаз 1:2,8-3,1 соответственно, молярном соотношении 1,96-2,4:1 в течение 90-120 с.

Между совокупностью существенных признаков заявляемого изобретения техническим результатом, который может быть достигнут, проявляется следующая причинно-следственная связь;

интервал изменения соотношения масс твердой и жидкой фаз (Т:Ж) определяет условия для достижения максимального выхода SiO<sub>2</sub> в раствор;

интервал изменения молярного соотношения SiO<sub>2</sub>: Na<sub>2</sub>O в исходной смеси определяет условия для достижения оптимального значения силикатного модуля получаемого жидкого стекла;

интервал изменения температуры определяет условия для достижения оптимального выхода продукта без увеличения энергозатрат;

выбор продолжительности механогид-ротермальной активации реакционной смеси позволяет обеспечить максимальный выход готового продукта при низкой энергоемкости процесса.

Эффективная механическая активация твердого тела требует больших плотностей энергии в рабочем пространстве и механохимические эффекты реализуются в основном в аппаратах с высокой энергонапряженностью, которая характеризуется мощностью, приходящейся на единицу рабочего объема мельницы. Необходимость таких больших плотностей является самым жестким требованием к технической реализации процессов активации

в измельчительных аппаратах. Эти условия могут быть реализованы в аппаратах со средней и высокой скоростью нагружения: вибрационных, центробежно-планетарных, ударно-отражательных и др. аппаратах. Повышение температуры способствует снижению вязкости обрабатываемой суспензии, ускоряет химическое взаимодействие и массоперенос в жидкой фазе.

Способ осуществляется следующим образом.

В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают силикагель и воду, так чтобы соотношение масс твердой и жидкой фаз (Т:Ж) лежало в интервале 1:2,8-1:3,1, а молярное отношение SiO<sub>2</sub>: Na<sub>2</sub>O = 1,96:1 - 2,40:1; помещают размольные шары; сосуд нагревают до 90-95°C и проводят помол смеси в течение 90-120 с.

Получают жидкое стекло плотностью 1,22-1,46 г/см<sup>3</sup> с силикатным модулем 1,65-1,98. Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка и в дальнейшем может быть использован, например, в качестве щелочного компонента в бесклнкерном алюмосиликатном вяжущем.

Предлагаемый способ иллюстрируется следующими примерами.

Пример 1 (таб.1, поз.2). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 52,6 г силикагеля с массовой долей SiO<sub>2</sub> 90%, 115,8 мл воды, в которой предварительно растворено 31,6 кг NaOH (Т:Ж - 1:2,8; SiO<sub>2</sub>: Na<sub>2</sub>O - 2,00:1), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до 95°C и проводят помол в течение 90 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью 1,30 г/см<sup>3</sup> с силикатным модулем 1,87, при энергозатратах 0,228 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Пример 2 (таб. 1, поз.3). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 50,0 г силикагеля с массовой долей SiO<sub>2</sub> 90%, 120,0 мл воды, в которой предварительно растворено 30,0 кг NaOH (Т:Ж-1:3,0; SiO<sub>2</sub>: Na<sub>2</sub>O - 2,00:1), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до 95°C и проводят помол в течение 90 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью 1,26 г/см с силикатным модулем 1,98, при энергозатратах 0,228 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Пример 3 (таб.1, поз.6). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 50,0 г

силикагеля с массовой долей  $\text{SiO}_2$  90%, 120,6 мл воды, в которой предварительно растворено 29,4 кг NaOH ( $\text{T}:\text{Ж} - 1:3,0$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} - 1,96:1$ ), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до  $95^\circ\text{C}$  и проводят помол в течение 90 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью  $1,42 \text{ г/см}^3$  с силикатным модулем 1,74, при энергозатратах 0,228 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Пример 4 (табл.2, поз.7). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 49,0 г силикагеля с массовой долей  $\text{SiO}_2$  90%, 127,0 мл воды, в которой предварительно растворено 24,0 кг NaOH ( $\text{T}:\text{Ж} - 1:3,0$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} - 2,40:1$ ), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до  $95^\circ\text{C}$  и проводят помол в течение 90 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью  $1,46 \text{ г/см}^3$  с силикатным модулем 1,84, при энергозатратах 0,228 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Пример 5 (табл.1, поз.9). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 50,0 г силикагеля с массовой долей  $\text{SiO}_2$  90%, 120,0 мл воды, в которой предварительно растворено 30,0 кг NaOH ( $\text{T}:\text{Ж} - 1:3,0$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} - 2,00:1$ ), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до  $90^\circ\text{C}$  и проводят помол в течение 90 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью  $1,30 \text{ г/см}^3$  с силикатным модулем 1,77, при энергозатратах 0,215 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Пример 6 (табл.1, поз.11). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 50,0 г силикагеля с массовой долей  $\text{SiO}_2$  90%, 120,0 мл воды, в которой предварительно растворено 30,0 кг NaOH ( $\text{T}:\text{Ж} - 1:3,0$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} - 2,00:1$ ), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до  $95^\circ\text{C}$  и проводят помол в течение 60 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью  $1,18 \text{ г/см}^3$  с силикатным модулем 1,51, при энергозатратах 0,215 кВт/кг. Производительность 5,00 кг/ч · дм.

Пример 7 (табл.1, поз. 12). В размольный сосуд центробежно-планетарной мельницы загружают 50,0 г силикагеля с массовой долей  $\text{SiO}_2$  90%, 120,0 мл воды, в которой предварительно растворено 30,0 кг NaOH ( $\text{T}:\text{Ж} - 1:3,0$ ;  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} - 2,00:1$ ), 200 г стальных шаров; сосуд нагревают до  $95^\circ\text{C}$  и проводят помол в течение 120 с.

Готовый продукт отфильтровывают от мелющих тел и непрореагировавшего остатка. Получают жидкое стекло плотностью  $1,22 \text{ г/см}^3$  с силикатным модулем 1,71, при энергозатратах 0,242 кВт/кг. Производительность 4,16 кг/ч · дм.

Анализ этих данных позволяет сделать следующие выводы.

1. Интервал изменения соотношения масс твердой и жидкой фаз ( $\text{T}:\text{Ж}$ ) определяет условия достижения максимального выхода  $\text{BiOg}$  в раствор. Изменение соотношения  $\text{T}:\text{Ж}$  за нижний предел (1:2,8), а также за верхний предел (1:3,1) снижает выход  $\text{SiO}_2$  в раствор.

2. Интервал изменения молярного соотношения  $\text{BiOg} : \text{NeO}$  в исходной смеси определяет условия для достижения оптимального значения силикатного модуля получаемого жидкого стекла. При исходном молярном соотношении  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} < 1,96:1$  наблюдается снижение силикатного модуля, а при  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} > 2,4:1$  снижается не только модуль образующегося жидкого стекла, но и выход  $\text{BiOg}$  в раствор.

3. Понижение температуры ниже  $90^\circ\text{C}$  уменьшает выход  $\text{SiO}_2$  в раствор и силикатный модуль готового продукта. Увеличение температуры выше  $95^\circ\text{C}$  не целесообразно, ввиду значительного расхода энергии на испарение и возможное кипение раствора, выход продукта при этом повышается незначительно, но растут энергозатраты.

4. Продолжительность механогидротермальной активации реакционной смеси выбрана таким образом, чтобы обеспечить максимальный выход готового продукта, при низкой энергоемкости процесса. При продолжительности помола  $t < 90$  с химическое взаимодействие осуществляется не полностью, выход  $\text{SiO}_2$  в раствор и силикатный модуль продукта сначала не меняются, а затем даже падают, энергозатраты на единицу продукции возрастают.

Предлагаемый способ получения жидкого стекла позволяет сократить продолжительность процесса от нескольких часов до 1,5-2 мин, повысить в 10,6-11,7 раза производительность с одновременным снижением энергоемкости в 10 раз.

При этом получается жидкое стекло с силикатным модулем 1,57-1,98 и плотностью 1,22-1,46, что соответствует требованиям, предъявляемым к щелочному компоненту бесклинкерного алюмосиликатного вяжущего.

| Номер  | Массовое соотношение<br>Т:Ж | Молярное соотношение<br>SiO <sub>2</sub> :Na <sub>2</sub> O | Температура,<br>°C | Время помо-<br>ла, с | Массовая до-<br>ля SiO <sub>2</sub> в<br>жидком стек-<br>ле, % | Силикатный<br>модуль М | Пл |
|--|-----------------------------|---|--------------------|----------------------|--|------------------------|----|
| 1  | 1:2,0                       | 2,00:1  | 95                 | 90                   | 21,90  | 1,54                   |    |
| 2  | 1:2,8                       | 2,00:1  | 95                 | 90                   | 22,8   | 1,87                   |    |
| 3  | 1:3,0                       | 2,00:1  | 95                 | 90                   | 22,98  | 1,98                   |    |
| 4  | 1:3,1                       | 2,00:1  | 95                 | 90                   | 20,88  | 1,69                   |    |
| Влияние молярного соотношения SiO <sub>2</sub> |                             |   |                    |                      |  |                        |    |
| 5  | 1:3,0                       | 1,79:1  | 95                 | 90                   | 20,90  | 1,63                   |    |
| 6  | 1:3,0                       | 1,96:1  | 95                 | 90                   | 21,3   | 1,74                   |    |
| 7  | 1:3,0                       | 2,40:1  | 95                 | 90                   | 22,7   | 1,84                   |    |
| Влияние температуры                            |                             |   |                    |                      |  |                        |    |
| 8  | 1:3,0                       | 2,00:1  | 60                 | 90                   | 18,67  | 1,49                   |    |
| 9  | 1:3,0                       | 2,00:1  | 90                 | 90                   | 21,07  | 1,77                   |    |
| 10   | 1:3,0                       | 2,00:1  | 105                | 90                   | 18,37  | 1,44                   |    |
| Влияние времени помола                         |                             |   |                    |                      |  |                        |    |
| 11   | 1:3,0                       | 2,00:1  | 95                 | 60                   | 19,5   | 1,51                   |    |
| 12   | 1:3,0                       | 2,00:1  | 95                 | 120                  | 22,5   | 1,71                   |    |
| 13   | 1:3,0                       | 2,00:1  | 95                 | 180                  | 16,1   | 1,36                   |    |
| Данные по прототипу                            |                             |   |                    |                      |  |                        |    |
| 14   | 1:1,91                      | 1,7:1   | 25                 | 16<br>часов          | 1,7:1  | 1,5                    |    |