



УКРАЇНА

(19) UA (11) 40955 (13) A

(51) 7 C01B33/16

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ

ОПИС

ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДвидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ РІДКОГО СКЛА

(21) 2000126937

(22) 04.12.2000

(24) 15.08.2001

(46) 15.08.2001, Бюл. № 7, 2001 р.

(72) Алексєєва Наталія Павлівна, Колесник Михайло Йосипович, Мельников Борис Іванович, Сидорчук Микола Миколайович, Руденко Кирило Кузьмич, Москвіна Олена Олексіївна, Пушкарь Ірина Володимирівна

(73) АЛЕКСЄЄВА НАТАЛІЯ ПАВЛІВНА, КОЛЕСНИК МИХАЙЛО ЙОСИПОВИЧ, МЕЛЬНИКОВ БОРИС ІВАНОВИЧ, СИДОРЧУК МИКОЛА МИКОЛАЙОВИЧ, РУДЕНКО КИРИЛО КУЗЬМИЧ, МОСКВІНА ОЛЕНА ОЛЕКСІЇВНА, ПУШКАРЬ ІРИНА ВОЛОДИМИРІВНА

(57) 1.Спосіб одержання рідкого скла натрію/калію розчиненням при кипінні діатоміту або залишку каталізатора лугами, який **відрізняється** тим, що процес проводять при температурі $\geq 100^\circ\text{C}$ під тиском $\geq 0,1$ МПа в присутності водного розчину їдкого натрію/калію або їх суміші з масовою часткою $\geq 31\%$ при такому поетапному розбавлянні утвореного неорганічного полімеру демінералізованою водою.

2. Спосіб по п. 1, який **відрізняється** тим, що як кремнієвмісну сировину використовують кварцевий пісок, відпрацьований силікагель та силікагелеві залишки носіїв для каталізаторів.

Винахід стосується способу одержання рідкого скла розчинення при кипінні кремнієвмісної сировини лугами, і може бути використаним в хімічній, текстильній та будівельній промисловості.

Відомий спосіб розчинення непрожареного діатоміту 0,5–5,0 н розчином їдкого натру при температурі 80°C протягом 3–4 годин.

[1. АС СССР № 918 271, кл. МКІ C01B33/16, оп. 7.04.82 р, С.Г. Бабаян, А.Л. Беларян, Ж.Г. Мартиросян, Г.І. Айвазян].

Недоліком описаного способу є:

– відсутність коректності у визначенні силікатного модуля (мольне співвідношення оксиду кремнію до оксиду натрію $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$) в прикладах 1–3. Згідно зі значенням модуля оксиду кремнію та оксиду натрію у діатоміті міститься 62,48 та 73,0% (відповідно), що не відповідає реальності, так як відсутні вказівки відносно різноманітності складу діатоміту;

– лужно-кремнеземистий розчин натрію в прикладах 1,2 має низькі силікатні модулі ($\text{Na}_2\text{O}:0,4\text{SiO}_2$ та $\text{Na}_2\text{O}:1,4\text{SiO}_2$), що приводить до необхідності використання значної кількості води для відмивання висадженого гелю від натрію при виробництві силікагелю, а використання подібного розчину у будівельній промисловості небажане, оскільки завелика кількість домішок у вигляді сполук натрію знижує міцність будівельних споруд;

– використання розчину їдкого натру з концентрацією 0,5–5,0 н (2–20%) не забезпечує достатньої повноти розчинення діатоміту.

Найбільш близьким за сукупністю ознак до заявляемого винаходу є спосіб виробництва рідкого скла шляхом розчинення при кипінні залишку носія каталізатору для виробництва сірчаної кислоти 30% розчином їдкого натру протягом 4 годин.

[2. Патент Румунії № 113250 кл. МКІ C01G31/02, оп. 09.01.1094 р.].

Недоліком описаного способу є:

– розчин силікату натрію має низький модуль (не більш 2).

Величина модуля залежить від масової частки оксиду кремнію у відпрацьованому каталізаторі, яка не може перевищувати 70%, що забезпечує по прикладу прототипу значення модуля на рівні 2,3. Згідно з ГОСТ 13079–81 "Силикат натрия растворимый" рідке скло з модулем нижче, ніж 2,6, в промисловій практиці не використовується.

В основу винаходу поставлена задача удосконалення способу виробництва рідкого скла натрію/калію, шляхом розчинення при температурі $\geq 100^\circ\text{C}$ під тиском до 0,1 МПа кремнієвмісної сировини (пісок, відпрацьований силікагель та силікагелеві носії каталізаторів) лугами з концентрацією 31% з послідовним поетапним розбавленням неорганічного полімеру демінералізованою водою, внаслідок чого утворюється рідке

скло натрію/калію з модулем $\geq 2,6$ та концентрацією $\geq 18,8\%$.

Окреслена задача вирішується тим, що в зазначеному способі виробництва рідкого скла натрію/калію розчиненням при температурі $\geq 100^\circ\text{C}$ під тиском $\geq 0,1$ МПа кремнієвмісної сировини в лугах, відповідно до винаходу, як кремнієвмісну сировину використовують пісок, відпрацьований силікагель та силікагелеві носії каталізаторів, як їх розчинення проводять при температурі $\geq 100^\circ\text{C}$ під тиском $\geq 0,1$ МПа лугами з концентрацією $\geq 31\%$ з послідовним поетапним розбавленням неорганічного полімеру демінералізованою водою.

Суттєво-відмінними ознаками запропонованого способу є:

- розчинення при температурі $\geq 100^\circ\text{C}$ під тиском $\geq 0,1$ МПа кремнієвмісної сировини проводять розчином їдкого калію/натрію з концентрацією $\geq 31\%$ з послідовним поетапним розбавленням неорганічного полімеру демінералізованою водою;

- як кремнієвмісну сировину використовують кварцевий пісок, відпрацьований силікагель та силікагелеві носії каталізаторів.

Рідке скло може бути використане, як будівельний матеріал або як складова частина сировини в технології виробництва силікагелю.

В 1 тонні рідкого скла з модулем $\approx 1,7$, згідно з прототипом, міститься 280 кг натрію, в той же час в заявленому способі, при модулі рівному трьом, кількість натрію знаходиться на рівні 190 кг (що на 32% нижче).

Натрій легко взаємодіє з вуглекислим газом навколишнього середовища, утворюючи вуглекислий натрій, наявність якого знижує міцність будівельних конструкцій.

В технології виробництва силікагелю відмивку його напівпродукту – гідрогелю від домішок натрію ведуть до кінцевої його концентрації 0,2–0,4%. Гідргель, утворений з рідкого скла з модулем $\approx 1,7$, потребує $(280:190=1,47)$ в 1,47 рази більший об'єм промивної води, ніж гідргель з модулем $M=3$, згідно з заявленого способу.

Тому, у відповідності з ТУ 13079–81 "Силикат натрія растворимый" силікатний модуль є величиною регламентованою.

Рідке скло з модулем ≤ 1 являє собою водний розчин солі натрію монокремнієвої кислоти ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2$), розчинення якої знаходиться на рівні 18,8% [3], а температура кипіння не перевищує 100°C . При доведенні кількості оксиду кремнію до модуля $> 2,6$ розчин монокремнієвої солі натрію та оксиду кремнію при тривалому кипінні поступово полімеризується і перетворюється на суміш солей натрію/калію полікремнієвих кислот $[(\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2)_x \cdot m\text{H}_2\text{O}]_n$ або $[(\text{K}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2)_x \cdot m\text{H}_2\text{O}]_n$ при цьому, чим вищий модуль, тим нижча розчинність солей та тим вища температура їх кипіння.

Поетапне введення демінералізованої води на стадії розчинення при кипінні кремнієвмісної сировини лугами сприяє вимиванню в об'єм утвореного неорганічного полімеру з поверхні кремнієвмісної частинки для організації подальшої взаємодії її залишку з розчином їдкого натрію/калію. Завдяки цьому забезпечується технологічна густина рідкого скла.

Доказом здійснення запропонованого способу являються приведені далі приклади.

Приклад 1 (за прототипом).

500 г залишку носія каталізатору для виробництва сірчаної кислоти, з невизначеним вмістом оксиду кремнію, змішують з $450\text{--}500\text{ см}^3$ об'єму води. Ступінь розчинення оксиду кремнію 70–80%. При максимально можливій масовій долі оксиду кремнію 70%, модуль знаходиться на рівні 2,3, що виходить за нижчу межу технологічного діапазону у відповідності з ТУ 13079–81 "Силикат натрія растворимый".

Приклад 2.

В ємність вносять 278 кг відпрацьованого силікагелю, до якого додають 147 л 50% розчину їдкого калію (КОН) (в перерахунку на 93 кг). Утворену суміш доводять до кипіння і витримують 0,5 години при температурі 103°C під тиском 0,15 МПа, після чого поетапно вносять 435 л води та знову витримують при кипінні ще 1,5 години, потім вносять ще 524 л води та знову витримують при кипінні ще 2 години. Ступінь розчинення оксиду кремнію 95%, модуль 3.

Приклад 3.

500 г силікагелевого залишку носія відпрацьованого каталізатору для виробництва сірчаної кислоти змішують з сумішшю лугів 157 л 46% розчину їдкого натру та 147,4 л 46% розчину їдкого калію. Масу доводять до кипіння (102°C) і дають прокипіти протягом 1 години. Через годину додають 912 л демінералізованої води, витримують при кипінні 1,5 години. Для зниження густини неорганічного полімеру до утвореної маси додають 1368 л демінералізованої води, витримують при кипінні ще протягом 1,5 години. Ступінь розчинення силікагелевого залишку носія відпрацьованого каталізатору для виробництва сірчаної кислоти 93%, модуль 3.

Приклад 4.

В автоклав вносять 1000 кг кварцевого піску, до якого додають 630 л 46% розчину їдкого натру до 1800 л демінералізованої води. Утворену суміш доводять до температури 150°C . Розчинення ведуть під тиском 0,3 МПа протягом 5 годин. Готовий розчин при необхідності розводять демінералізованою водою до необхідної густини. Ступінь розчинення кварцевого піску 95%, модуль 3.

Приклад 5.

500 г силікагелевого залишку носія відпрацьованого каталізатору для виробництва фталевого ангідриду змішують з сушішкою лугів 157 л 46% розчину їдкого натру та 147,4 л 46% розчину їдкого калію. Масу доводять до кипіння (102°C) і дають прокипіти протягом 1 години. Через годину додають 912 л демінералізованої води, витримують при кипінні 1,5 години. Для зниження густини неорганічного полімеру до утвореної маси додають 1368 л демінералізованої води, витримують при кипінні ще протягом 1,5 години. Ступінь розчинення силікагелевого залишку носія відпрацьованого каталізатору для виробництва сірчаної кислоти 93%, модуль 3.

З наведених прикладів, що пояснюють заявлений спосіб, видно, що початкова дія концентрованого лугу на оксид кремнію сприяє значно вищому його розчиненню при модулі утвореного неорганічного полімеру $M \geq 2,6$ та масовій частці основної речовини $> 15,6\%$.

Тираж 50 екз.

Відкрите акціонерне товариство «Патент»
Україна, 88000, м. Ужгород, вул. Гагаріна, 101
(03122) 3 – 72 – 89 (03122) 2 – 57 – 03
