

(11) Patent numeris: **3796**

(51) Int. Cl.⁵: **C01B 33/32**

(21) Paraiškos numeris: **IP1447**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 11 05**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 05 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 03 25**

(60) SU duomenys: **SU 4894209, 1991 01 11**

(31, 32, 33) Prioritetas: **40 00 705.7, 1990 01 12, DE**

(72) Išradėjas:

Guenther Schimmel, DE
Michael Kotzian, DE
Reinhard Gradl, DE

(73) Patent savininkas:

HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, D-65926 Frankfurt am Main, DE

(74) Patentinis patikėtinis:

Reda Žabolienė, 7, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Kristalinių natrio silikatų gavimo būdas

(57) Referatas:

Kristaliniai, sluoksninės struktūros natrio silikatai, turintys formulę $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_{2x+1}$, kur x yra tarp 2 ir 3, gaunami pirmiausia sulydant smėlį su soda moliniu santykiu $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ nuo 2 iki 3,5, esant 1200-1400 °C temperatūrai. Lydalui atšalus, gabalais gautas tirpusis stiklas malamas mažesniais negu 2 mm dydžio grūdėliais, apdorojamas ilgoje reakcijos zonoje, mechaniškai maišant, 600-800 °C temperatūroje 10-120 minučių. Po to, reakcijos zoną paliekant, medžiaga sumalama mažesniais negu 1 mm dydžio grūdėliais.

Šis išradimas priskiriamas būdui gauti kristalinį sluoksninės struktūros natrio silikatą, turintį formulę $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_{2x+1}$, kur x yra tarp 2 ir 3.

Iš patento DE - OS 37 18 350 žinoma, kad kristalinis sluoksninės struktūros, bevandenis natrio silikatas, turintis molinį santykį SiO_2 su Na_2O (1,9 - 3,5) : 1, gaunamas taip, kad tirpiojo stiklo tirpalas, turintis kietos medžiagos kiekį nuo 20 iki 65 svorio %, apdorojamas purkštineje džiovinimo zonoje, susidarant turinčiam vandens, amorfiniam natrio silikatui, kur iš purkštinio džiovinimo zonos išleidžiamų panaudotų dujų temperatūra yra mažiausiai 140 °C. Turintis vandens, amorfinis natrio silikatas kaitinamas kaitinimo zonoje 500 - 800 °C temperatūroje 1-60 minučių, esant mažiausiai 10 svorio % grįžtamojo produkto, kuris buvo gautas iš anksčiau iš kaitinimo zonos, mechaniškai susmulkinus iškrautąjį kristalinį natrio silikatą.

Žinomo metodo trūkumas yra tas, kad jis reikalauja daug energijos ir investicijų. Be to, iš hidrotermiškai gautojo tirpiojo stiklo tirpalo vanduo vėl pašalinamas dviem stadijomis, kur pirmoje stadijoje, būtent, kietos medžiagos gavimui iš tirpiojo stiklo tirpalo, reikalingas purkštinio džiovinimo įrenginys.

Dėl šių priežasčių šio išradimo uždavinys yra kristalinio, sluoksninės struktūros natrio silikato gavimo būdo, įvykdomo mažomis energijos sąnaudomis ir paprastais aparatais, sukūrimas.

Šiame išradime tai pasiekama tuo, kad smėlis ir soda sulydomi moliniu santykiu $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ nuo 2 iki 3,5 1200 - 1400 °C temperatūroje, ir, lydiniui atšalus, gautas tirpusis stiklas sumalamas mažesniais negu 2 mm dydžio grūdeliais; sumaltas

tirpusis stiklas ilgoje reakcijos zonoje mechaniškai maišant kaitinamas 600 - 800 °C temperatūroje 10 - 120 minučių; reakcijos zoną paliekanti medžiaga sumalama mažesniais negu 1 mm dydžio grūdeliais.

Siūlomas išradime būdas gali būti pasirinktinai toliau išdėstytas taip, kad

a) prie sumalto tirpiojo stiklo, sudarančio 2 - 30 svorio %, gauto iš reakcijos zoną paliekančios medžiagos, prideda reakcijos produktą, kurio smulkiagrūdiškumas yra mažesnis negu 1 mm,

b) sumaltą tirpųjį stiklą apdoroja reakcijos zonoje 45 - 90 minučių,

c) sumaltą tirpųjį stiklą kaitina reakcijos zonoje 700 - 760 °C temperatūroje.

Remiantis išradimu, lydant smėlį ir sodą moliniu santykiu $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ nuo 2 iki 3,5, gautas tirpusis stiklas, atšalus lydalui, yra apie 5 cm briaunos ilgio gabaluose. Rentgenografiškai šis tirpusis stiklas yra amorfinis ir normaliose sąlygose labai lėtai tirpsta vandenyje.

Remiantis išradimu, iš amorfinio, nustatyto rentgenografiškai, tirpiojo stiklo kiekybiškai gaunamas kristalinis natrio silikatas tokiu būdu, kad jis, smulkiai sumaltas, termiškai apdorojamas mechaniškai maišant, dėl to išoriniai, jau išsikristalizavę kiekvieno grūdelio sluoksniai yra numušami, ir reikalinga šiluma pakankamu greičiu gali įsiskverbti į kiekvieną grūdėlį, kad toliau tęstų kristalizaciją.

Išradime siūlomas smulkiagrūdžio reakcijos produkto (grįžtamasis produktas) pridėjimas prie sumalto tirpiojo stiklo reakcijos zonoje padidina kristalizacijos greitį ir sumažina sumaltojo tirpiojo stiklo prikepimą temperatūrinio apdorojimo metu.

Gabalinio tirpiojo stiklo malimas atliekamas pagrindinai grubiu, lėtai judančiu smūginiu malūnu su įtaisytu sietu. Smulkusis reakcijos produkto malimas gali būti atliekamas vibraciniu malūnu, rutuliniu malūnu arba oro srauto malūnu.

1 pavyzdys

121 kg smėlio (99 % SiO_2) ir 106 kg sodos (molinis santykis $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 2$) sulydomi voninėje krosnyje ir tirpiojo stiklo lydalas išpilstomas 1300°C temperatūroje į plokščias metalines formas. Atšalęs lydalas suskyla į apie 5 cm briaunos ilgio gabalus. Gabali imalami plaktukiniu malūnu, besisukančiu 2100 aps/min greičiu, iki 2 mm dydžio grūdelių ir apdorojami sukamojoje vamzdinėje krosnyje $\sim 750^\circ\text{C}$ temperatūroje, kur susidaro silpnas kljavimasis prie krosnies sienų. Tuoju po to iš sukamosios vamzdinės krosnies išleidžiama medžiaga sumalama mažesniais negu 1 mm dydžio grūdeliais.

Rentgeno metodu buvo nustatyta, kad medžiaga susideda daugiausia iš α - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ir turi mažai δ - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$.

2 pavyzdys

1 pavyzdys buvo pakartotas su pakeitimais taip, kad prie sumalto tirpiojo stiklo, pakraunant į sukamą vamzdinę krosnį, pridedama 20 kg grįžtamojo produkto (11 svorio %), turinčio smulkiagrūdiškumą mažesnę negu 1 mm. Dėl to nebuvo jokių priekipimų prie sukamos vamzdinės krosnies vidinių sienelių.

Galutinis produktas sudarytas taip pat pagrindinai iš α - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ ir turėjo mažai δ - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$; bet jis turėjo aukštesnę kristalizacijos laipsnį negu 1 pavyzdyje gautame produkte.

3 pavyzdys

1 pavyzdys buvo pakartotas su pakeitimais taip, kad 192 kg smėlio buvo sulydoma su 106 kg sodos (molinis santykis $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O} = 3,2$) ir toliau buvo apdorojama sukamojoje vamzdinėje krosnyje 710°C temperatūroje.

Rentgeno metodu buvo nustatyta, kad medžiaga pagrindinai sudaryta iš $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$, esant nežymiam SiO_2 kiekiui.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Būdas kristaliniam, sluoksninės struktūros natrio silikatui, turinčiam formulę $\text{Na}_2\text{Si}_x\text{O}_{2x+1}$, kur x yra tarp 2 ir 3, gauti, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad smėlį ir sodą sulydo moliniu santykiu $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ nuo 2 iki 3,5 nuo 1200 iki 1400° C temperatūroje; kad, atšalus lydalui, gautą gabalų pavidalų tirpųjį stiklą sumala mažesniais negu 2 mm dydžio grūdeliais; kad sumaltą tirpųjį stiklą ilgoje darbo (reakcijos) zonoje mechaniškai maišant termiškai apdoroja nuo 10 iki 120 minučių nuo 600 iki 800° C temperatūroje; ir kad iš reakcijos zonos išleidžiamą medžiagą sumala mažesniais negu 1 mm dydžio grūdeliais.

2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad prie sumalto tirpiojo stiklo 2 - 30 svorio %, gauto iš reakcijos zoną paliekančios medžiagos masės, prideda reakcijos produktą, turintį mažesnę negu 1 mm smulkiagrūdiškumą.

3. Būdas pagal 1 arba 2 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad sumaltą tirpųjį stiklą apdoroja reakcijos zonoje 45 - 90 minučių.

4. Būdas pagal bet kurį vieną iš 1 - 3 punktų, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad sumaltą tirpųjį stiklą kaitina reakcijos zonoje nuo 700 iki 760° C temperatūroje.