

**ОПИСАНИЕ
ИЗОБРЕТЕНИЯ
К ПАТЕНТУ**

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **22980**

(13) **С1**

(46) **2020.06.30**

(51) МПК

C 01B 33/32 (2006.01)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НАТРИЕВОГО ЖИДКОГО СТЕКЛА**

(21) Номер заявки: а 20180531

(22) 2018.12.22

(71) Заявитель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Терещенко Игорь Михайлович; Жих Божена Петровна; Кравчук Александр Петрович (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(56) ВУ 11706 С1, 2009.

ВУ а20000708, 2002.

RU 2530043 С1, 2014.

RU 2538830 С2, 2015.

RU 2170213 С1, 2001.

JP 62-246826 А, 1987.

CN 101318662 А, 2008.

(57)

Способ получения натриевого жидкого стекла, при котором фторсодержащий кремнегель с влажностью 60-70 % обрабатывают ультразвуком, нагревают полученную диспергированную суспензию до 70 °С и смешивают с безводным NaOH в количестве, при котором силикатный модуль смеси лежит в диапазоне от 1,7 до 3,6, далее осуществляют синтез, непрерывно перемешивая смесь при атмосферном давлении в течение 15-18 мин до достижения ею температуры 90-92 °С, а затем охлаждают и фильтруют полученный продукт.

Изобретение относится к способам получения натриевого жидкого стекла, широко используемого в строительной и химической отраслях, в производстве бумаги, картона, моющих средств, силикатных красок и др.

Традиционным способом получения жидкого стекла является так называемый дуплекс-способ, сущность которого состоит в получении силикат-глыбы на первом этапе путем варки исходной шихты в стекловаренной печи и охлаждения расплава в воде с дальнейшим ее растворением в автоклавах при температуре 140-160 °С в атмосфере водяного пара с давлением 0,4-0,6 МПа в течение 3-6 ч [1].

Недостатки данного способа: большие затраты энергии - до 400 кг условного топлива на 1 т продукта, использование дорогостоящего и опасного оборудования - автоклавов и стекловаренных печей, сложные условия труда, неблагоприятная экологическая обстановка.

С целью снижения затрат разрабатываются одностадийные способы производства жидкого стекла. Так, известен способ прямого растворения кварцевого песка в едком натре с получением жидкого стекла [2]. Недостатки способа - необходимость тонкого измельчения кварцевого песка, использование высоких значений параметров тепловой обработки в автоклавах (давление 2,5-2,9 МПа, температура 200-220 °С), увеличение количества отвальных шламов.

С целью снижения уровня технологических параметров производства жидкого стекла предпочтительно вместо кристаллических разновидности кремнезема использовать аморфные виды сырья, например кремнегель - многотоннажный отход химических производств, содержащий до 90-92 % тонкодисперсного аморфного кремнезема.

Основной проблемой, препятствующей разработке эффективных технологий на основе кремнегеля, является его высокое водосодержание и пассивное состояние кремнезема, частицы которого сильно агрегированы и окружены мощными водными оболочками, в которых размещаются примесные катионы. В итоге, реакция с едким натром при синтезе растворимых силикатов практически не протекает при $t < 100$ °С. С целью активации кремнезема предложены различные способы:

а) термическая активация сушкой до влажности 15-17 %, в результате которой разрушаются водные оболочки [3]. Однако высокие затраты энергии при сушке (более 300 кВт·ч/т) приводят к потере интереса к кремнегелю как сырью для многотоннажных производств;

б) химическая активация [4-6] - обработка кремнегеля различными реагентами с целью удаления примесей (соединений алюминия и фтора). При этом одновременно активируется кремнезем вследствие перестройки водных оболочек. Недостатком процесса в этом случае является многостадийность, усложнение технологического цикла, наличие фторсодержащих сточных вод.

Наиболее близким к предлагаемому изобретению является способ [7], в котором кремнегель подвергается обработкой 40 %-ным раствором гидроксида натрия при нагревании в течение 35-60 мин, охлаждается и отделяется продукт от осадка.

Задачей настоящего изобретения является создание точности и упрощение технологического цикла, а также снижение потребления энергии.

Поставленная задача достигается тем, что способ получения натриевого жидкого стекла, при котором фторсодержащий кремнегель с влажностью 60-70 % обрабатывают ультразвуком, нагревают полученную диспергированную суспензию до 70 °С и смешивают с безводным NaOH в количестве, при котором силикатный модуль смеси лежит в диапазоне от 1,7 до 3,6, далее осуществляют синтез, непрерывно перемешивая смесь при атмосферном давлении в течение 15-18 мин до достижения ею температуры 90-92 °С, а затем охлаждают и фильтруют полученный продукт.

При обработке кремнегеля ультразвуком одновременно протекает два процесса:

а) переход кремнегеля в суспендированное состояние, что является необходимым условием для последующей реакции его с едким натром. Разжижение происходит за счет перехода части связанной воды кремнегеля в свободное состояние. В итоге до 25 % свободной влаги в кремнегеле может быть удалено без затрат энергии простой декантацией. Таким образом решается вторая проблема кремнегеля - высокое водосодержание;

б) диспергация кремнегеля под действием ультразвука с уменьшением максимального размера частиц с 200 до 50-60 мкм. Это свидетельствует об агрегированном строении частиц кремнезема в кремнегеле, что является причиной пассивности. В ходе ультразвукового воздействия увеличивается поверхность материала, разрываются химические связи, возрастает поверхность контакта на границе твердое-жидкое, то есть протекает процесс активирования кремнегеля.

Получаемый эффект во многом схож с таковым, получаемым в ходе механоактивации кремнегеля, однако сопровождается меньшими затратами энергии (~ 5,5 кВт·ч/т), вместо 16 кВт·ч/т активированной суспензии за счет снижения продолжительности активации (2-4) мин. Кроме того, создаются предпосылки для создания поточности производства жидкого стекла за счет использования проточных ванн для ультразвуковой обработки кремнегеля, снижается потребность в площадях для размещения оборудования в виду малых габаритов ультразвуковых ванн.

Предлагаемый способ реализуется следующим образом: исходными компонентами для синтеза жидкого стекла являются кремнегель - отход производства фтористого алю-

BY 22980 C1 2020.06.30

миния с влажностью 60-70 % (без предварительного обезвоживания) и безводный NaOH, например чешуйчатый. Исходный кремнегель подвергался диспергации в течение 2-4 мин в ультразвуковой ванне при рабочей частоте ультразвуковых колебаний $22 \pm 1,5$ кГц. Полученная текучая суспензия диспергированного кремнезема самотеком подается в реактор либо предварительно подвергается декантации с случае необходимости снижения водосодержания реакционной смеси (кремнегель + NaOH). Температура в реакторе повышается до 70 °С за счет системы подогрева, после чего в реактор дозируется (по массе) безводный NaOH в заданном соотношении к SiO_2 , причем система нагрева отключается. Процесс синтеза жидкого стекла протекает без нагрева, при этом температура смеси возрастает до $90-92$ °С за счет экзотермического процесса растворения NaOH в воде. Продолжительность синтеза, протекающего при атмосферном давлении, 15-18 мин. Готовый продукт охлаждается в металлической емкости, отстаивается и фильтруется.

Изобретение поясняется следующим примером.

Пример 1.

В качестве исходного компонента берут фторсодержащий кремнегель следующего состава, мас. %: SiO_2 23,26; AlF_3 5,22; H_2SiF_6 1,22; H_2O 70,0 % в количестве 2000 гр и подвергают его ультразвуковой обработке частотой 26 кГц и мощностью 100 Вт. После чего дозируют в смеситель, вводят дополнительно воду 65 мл, нагревают до $70-75$ °С и выключают нагрев. Далее в суспензию добавляют 50 гр чешуйчатого гидроксида натрия. Синтез осуществляют при непрерывном перемешивании в течение 15-18 мин, причем температура смеси поднимается до 92 °С за счет экзотермических процессов. Полученную пульпу охлаждают и фильтруют. Соотношение содержания компонентов в продукте синтеза, мас. %: SiO_2 24,8; Na_2O 10,2; H_2O 66,1. Силикатный модуль полученного жидкого стекла 2,5 при плотности $1,38$ кг/м³.

Таким образом, синтезируются композиции с силикатным модулем в интервале 1,7-3,6 плотностью $1,26-1,525$ г/см³. Примечание: суспензия активированного кремнегеля декантируется при получении жидкого стекла с модулем более 3,2 и плотностью выше $1,4$ г/см³. При получении жидкого стекла с низкими плотностью и модулем вода дополнительно вводится в реактор.

Заявляемый способ может быть использован в условиях ОАО "Домановский производственно-торговый комбинат", ОАО "Гомельский химический завод", а также на предприятиях в РФ и Украины - отходом производства которых является фторсодержащий кремнегель.

Источники информации:

1. Корнеев В.И., Данилов В.В. Жидкое и растворимое стекло. - СПб., 1996. - С. 131, 132.
2. Патент РФ 2049060, МПК С 01В 33/32.
3. Гузман И.Я. Химическая технология керамики. - М., 2003. - С. 106-114.
4. Мамченко Е.А., Цветкова А.Д., Збигнев В., Акаев О.П. Вестник КГУ им. Н.А. Некрасова. - 2013. - № 6. - С. 7-77.
5. Мурашкевич А.Н., Жарский И.М. Кремнийсодержащие продукты комплексной переработки фосфатного сырья. - Минск: БГТУ, 2002. - 389 с.
6. Мартиросян Г.Г., Саркизова Ю.С., Анакчян Э.Н. Технология переработки фторсодержащего кремнегелевого отхода // Хим.пром. - 1990. - № 3. - С. 32-35.
7. BY 11706, МПК С 01В 33/00, 2009 (прототип)