



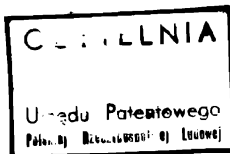
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 03.11.75 (P. 184463)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 23.10.76

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1978



Int. Cl.²
C01B 33/30

Twórcy wynalazku: Kazimierz Markiel, Jerzy Winnicki, Wojciech
Jerzykiewicz

Uprawniony z patentu: Główny Instytut Górnictwa, Katowice (Polska)

Sposób otrzymywania bentonów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania bentonów stosowanych jako środki tiksotropujące do farb i lakierów szczególnie okrętowych, jako środki zagęszczające dla smarów, past i emulsji, jako wypełniacze aktywne do kauczuku i tworzyw sztucznych, jako składnik płuczek wiertniczych oraz w chromatografii.

Znany sposób otrzymywania bentonów polega na reakcji wymiany jonowej pomiędzy rozcieńczonymi dyspersjami wodnymi montmorillonitu o uziarnieniu poniżej 2-ich mikronów z rozcieńczonymi wodnymi lub alkoholowymi roztworami soli amoniowych, przy korygowanym pH dyspersji montmorillonitowej.

Najczęściej stosuje się 5%-wą wodną dyspersję montmorillonitową z dodatkiem kwasu solnego dla uzyskania odpowiedniego pH, przy czym montmorillonit przed reakcją wymiany może być przeprowadzony w odmiannę sodową przez działanie na niego węglanem, pirofosforanem, cytrynianem, wersenianem sodowym lub innymi związkami sodu. Mieszaninę tę podgrzewa się do temperatury około 80°C, po czym przy intensywnym mieszaniu dodaje się uprzednio podgrzane do temperatury 80°C wodne roztwory trójmetylooktadecylochlorku, dwumetylodwuoktadecylochlorku, chlorku dwumetylobenzylloktadecyloamoniowego lub chlorku cetylopirydyniowego, zawierające od 25 do 50% izopropanolu. Reakcja biegnie według schematu: $K^+A^- + (NR_4)^+Cl^- = ANR_4 + K^+ + Cl^-$ gdzie K^+ = kationy wy-

2

mienne montmorillonitu: Al^{3+} , Mg^{2+} , Na^+ , Ca^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} . Mieszanie utrzymuje się do momentu wystąpienia koagulacji. Następnie mieszaninę filtruje się, a uzyskany benton suszy w temperaturze około 80°C. W skład produktu wchodzi szkielek glino-krzemianowy montmorillonitu oraz kationy organiczne soli amoniowej.

Przez rozcieńczenie wodą izopropanolowych roztworów soli amoniowych, po oddzieleniu bentonów w przesączu znajduje się mocno rozcieńczony izopropanol, którego ze względów ekonomicznych nie regeneruje się. Prowadzi to do strat rozpuszczalnika oraz do pojawienia się ścieków, co w konsekwencji obniża efekt ekonomiczny procesu.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie powyższych wad i niedogodności.

Sposobem według wynalazku benton otrzymuje się przez reakcję roztworów soli amoniowych z rozcieńczonymi dyspersjami wodnymi montmorillonitu o pH w zakresie 6-9, przy czym sole amoniowe przed wymieszaniem z rozcieńczonymi dyspersjami wodnymi montmorillonitu rozpuszcza się w ksylenie lub w toluenie. Ilość soli wynosi od 5 do 15 gramów na 100 mililitrów rozpuszczalnika.

Zastosowanie do reakcji roztworów soli amoniowych w rozpuszczalniku niemieszącym się z wodą powoduje, że reakcja wymiany jonowej biegnie na granicy faz, przy czym do warstwy organicznej przechodzi przereagowany benton, a do warstwy wodnej chlorki kationów nieorganicznych. Otrzy-

maną pastę zawierającą benton, rozpuszczalnik organiczny oraz część wody odsąca się i suszy, a opary z suszarki kondensuje. Kondensat rozwarstwia się, a zregenerowany rozpuszczalnik zwraca do procesu, co eliminuje ścieki izopropanolowe. Ponadto zastosowanie rozpuszczalnika organicznego zamiast wody do rozcieńczania soli amoniowych powoduje wzrost wydajności produktu z 1 m³ reaktora, co jest uzasadnione ich lepszą rozpuszczalnością w rozpuszczalnikach organicznych.

Przedmiot wynalazku zostanie bliżej przedstawiony w przykładach zastosowania poniżej.

Przykład 1. Wodną suspensję koncentratu montmorillonitowego rozcieńcza się wodą do zawartości fazy stałej 5% wagowych. 130,5 litrów 5%-tovej dyspersji montmorillonitowej miesza się z 6,8 litrami 0,1 normalnego HCl do pH 6,7 i podgrzewa do temperatury 80°C po czym intensywnie mieszając dodaje się 43,5 litra ksylenowego roztworu chlorku dwumetylodwustearylamoniowego, uprzednio podgrzanego do temperatury 80°C, zawierającego 10 gramów soli amoniowej na 100 mililitrów roztworu. Po dodaniu całości soli i dalszych 5 minutach mieszania następuje koagulacja, pastę zawierającą benton w rozpuszczalniku organicznym odsąca się od wody. Uzyskane 52,2 kilograma płacka filtracyjnego, suszy się w temperaturze 130°C, przy czym opary z suszarki skrapla się regenerując ksylen. Otrzymane 10 kilogramów bentonu, sproszkowuje się do granulacji poniżej 30 mikronów.

Przykład 2. Wodną dyspersję koncentratu montmorillonitowego rozcieńcza się wodą do zawartości fazy stałej 5% wagowych. 130,5 litrów 5%-tovej dyspersji montmorillonitu miesza się z 6,8 litrami 0,1 n HCl do pH = 6,7 i podgrzewa do temperatury 80°C, po czym intensywnie mieszając dodaje się powoli 87 litrów toluenowego roztworu chlorku dwumetylodwustearylamoniowego uprzednio pod-

grzanego do temperatury 80°C, zawierającego 5 gramów soli amoniowej na 100 mililitrów roztworu. Po dodaniu całości soli i dalszych 5 minutach mieszania następuje koagulacja, pastę zawierającą benton w toluenie odsąca się od wody. Uzyskuje się 92,5 kilograma płacka, który suszy się w temperaturze 130°C przy czym opary z suszarki skrapla się regenerując rozpuszczalnik. Ostatni etap suszenia prowadzi się pod próżnią 90%. Otrzymane 10 kilogramów suchego bentonu, sproszkowuje się do granulacji poniżej 30 mikronów.

Przykład 3. Zawiesinę wodną koncentratu montmorillonitowego o zawartości fazy stałej 5% w ilości 130,5 litra miesza się z 0,1 n HCl do pH=8,1; a następnie z 25,8 litrami ksylenowego roztworu chlorku trójmetylostearylamoniowego o stężeniu 10 g/100 ml, uprzednio podgrzanego do 80°C. Reakcję prowadzi się intensywnie mieszając w sposób wyżej opisany. Otrzymuje się 8,3 kg produktu.

Przykład 4. 130,5 litrów 5-cio procentowej dyspersji montmorillonitu doprowadza się 0,1 n HCl do pH=8, a następnie miesza z 25,6 litrami toluenowego roztworu chlorku trójmetylooleinoamoniowego zawierającego 100 g soli (litr, podgrzanego do 80°C. Dalsze postępowanie jest identyczne z opisany wyżej. Otrzymuje się 8,3 kg produktu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania bentonów przez reakcję roztworów soli amoniowych z rozcieńczonymi dyspersjami wodnymi montmorillonitu o pH w zakresie 6—9, **znamienny tym**, że sole amoniowe przed wymieszanym z rozcieńczonymi dyspersjami wodnymi montmorillonitu rozpuszcza się w ksylenie lub toluenie, przy czym ilość tych soli wynosi od 5 do 15 gramów na 100 mililitrów rozpuszczalnika.