

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **235383**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **409726**

(22) Data zgłoszenia: **07.10.2014**

(51) Int. Cl.

C01B 33/32 (2006.01)

B01J 3/04 (2006.01)

(54) **Instalacja do ciągłego wytwarzania sodowego szkła wodnego oraz sposób
otrzymywania sodowego szkła wodnego metodą hydrotermalną**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

11.04.2016 BUP 08/16

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

13.07.2020 WUP 09/20

(73) Uprawniony z patentu:

**PCC ROKITA SPÓŁKA AKCYJNA,
Brzeg Dolny, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

BARTOSZ BAŃKOWSKI, Wrocław, PL

(74) Pełnomocnik:

rzec. pat. Iwona Płodzich-Hennig

PL 235383 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest instalacja do ciągłego wytwarzania sodowego szkła wodnego oraz sposób otrzymywania szkła wodnego metodą hydrotermalną.

Szkło wodne sodowe, wodny roztwór krzemianów sodu, stanowi jeden z podstawowych surowców przemysłu chemicznego i spożywczego. Jest także szeroko wykorzystywany w branży budowlanej, metalurgicznej czy wydobywczej. Spośród szkieł wodnych, do których zaliczamy też szkła wodne potasowe (krzemiany potasu) czy szkła litowych i litowo-potasowych, szkła sodowe znalazły najwięcej zastosowań, a zapotrzebowanie na nie osiąga w Europie poziom około 1,5mln t/rok.

Podstawowym parametrem charakteryzującym szkła wodne jest moduł molowy. Jest to stosunek ilości moli ditlenku krzemu do ilości moli tlenu metalu alkalicznego. Szkła sodowe, których moduł mowy wynosi 3 i mniej, mają charakter alkaliczny. Szkła o modułach wyższych traktuje się jako neutralne.

Ciekle krzemiany sodu są produkowane dwoma metodami. Najpowszechniej stosowana jest metoda tradycyjna, zwana też metodą SKS – stałych krzemianów sodu. Polega ona na wytopianiu z piasku szklarskiego i odpowiednich topników stałego szkliva, a następnie rozpuszczaniu półproduktu w wysokociśnieniowym autoklawie za pomocą pary wodnej. Charakterystyczne dla tej metody jest duże zużycie energii (powyżej 5GJ na tonę produktu) oraz znaczna emisja dwutlenku węgla, który jest produktem rozkładu termicznego głównego topnika, jakim jest węglan odpowiedniego metalu alkalicznego (sodu lub potasu). Metodą tą otrzymuje się wszystkie rodzaje szkieł wodnych sodowych i potasowych.

Drugą metodą jest wspomniana na wstępie tzw. metoda chemiczna lub inaczej bezpośrednia czy też hydrotermalna. Metoda ta polega na otrzymywaniu krzemianu sodu bezpośrednio w reakcji ługu sodowego z wysokiej czystości ditlenkiem krzemu (piasek szklarski). Instalacje wykorzystujące metodę hydrotermalną mogą służyć jedynie do produkcji szkieł wodnych sodowych, a dodatkowym ograniczeniem jest fakt, że w bezpośredniej reakcji ługu i piasku można otrzymać szkła o module (stosunek stężeń SiO_2 do Na_2O) nie wyższym niż 2,5.

Jest to czynnik, który decyduje o stosunkowo niewielkim – w stosunku do metody SKS – wykorzystaniu potencjału technologii opartych o metodę hydrotermalną, gdyż szkła niskomodułowe mają też ograniczone zastosowania, głównie w produkcji chemii gospodarczej i metalurgii, podczas gdy szkła wysokomodułowe wykorzystywane są w produkcji krzemionek strąconych, koloidalnych czy też jako płuczki wiertnicze i komponenty klejów specjalistycznych.

Co jest jednak istotne, metoda hydrotermalna charakteryzuje się niższym zużyciem energii, ponieważ reakcja ługu sodowego z piaskiem jest reakcją silnie egzotermiczną, co przekłada się na zużycie energii po zainicjowaniu reakcji. Istotną zaletą jest też brak emisji ditlenku węgla dzięki wyeliminowaniu etapu wytopiania szkliva z udziałem węglanów.

Należy nadmienić, że w produkcji szkła wodnego zużycie energii jest głównym czynnikiem kosztotwórczym. Dlatego w przypadku szkieł do zastosowań nie wymagających wysokich modułów, metoda hydrotermalna stanowi ciekawą alternatywę dla metody tradycyjnej (SKS). Zwłaszcza, że instalacje do produkcji metodą hydrotermalną nie są skomplikowanymi instalacjami i używają podstawowe dla przemysłu media, tj. parę, wodę i azot. Niejednokrotnie instalacje takie powstają bezpośrednio przy wytwórniach, dla których szkło wodne jest surowcem.

Zwykle reakcja ługu sodowego z piaskiem kwarcowym prowadzona jest w autoklawach poziomych lub pionowych z mieszadłem. W pierwszej kolejności następuje załadunek mieszaniny surowców do reaktora i wytworzeniu zawiesiny piasku, a następnie do układu reakcyjnego doprowadza się parę, wytwarzając tym samym w reaktorze odpowiednie ciśnienie (powyżej 20 barg). Temperatura procesu to około 200–220°C. Podczas reakcji mieszanina jest mieszana poprzez obrót poziomego autoklawu, lub dzięki mechanicznemu mieszadłu w przypadku aparatu pionowego.

Poza tym, typowych sposobach wytwarzania szkła wodnego metodą okresową cząstki piasku uderzają o ściany reaktora, co w połączeniu z warunkami prowadzenia procesu (wysokie ciśnienie i temperatura) prowadzi do korozji i abrazji, które niszczą aparaturę. Przeciętna żywotność aparatów jest stosunkowo krótka, maksymalnie 8–10 lat. Oprócz tego, szkło wodne powstające w znany ze stanu techniki sposób wymaga przefiltrowania, które odbywa się po zakończeniu reakcji, rozładunku reaktora i rozprężeniu produktu.

Okresowa produkcja szkła wodnego pociąga za sobą powstawanie bardzo dużych strat ciepła i przestoje produkcyjne związane z załadunkiem surowca i wyładunkiem gotowego produktu. Mimo, iż większość instalacji do produkcji szkła wodnego jest wyposażona w wymienniki, które pozwalają odzyskać część ciepła poprzez częściowe ogrzewanie świeżym produktem kolejnej szarży surowców, jednak

jest to etap o ograniczonej wydajności i większość energii cieplnej jest bezpowrotnie tracona podczas rozprężania produktu przed etapem filtracji i wysyłką na magazyn, zwłaszcza, że, największe straty energii mają miejsce po zakończeniu reakcji, kiedy cała mieszanina poreakcyjna jest rozprężana.

W opisie wynalazku DE2826432 ujawniono sposób wytwarzania roztworów szkła wodnego poprzez reakcję drobnych pyłów (aerozoli po ekstrakcji stopów krzemu i żelazokrzemu), które gromadzą się w produkcji stopów krzemu i żelazokrzemu z wodnymi roztworami wodorotlenku metalu alkalicznego, polegający na traktowaniu drobnego pyłu 6 do 15% wag. wodnym roztworem metalu alkalicznego, gdzie roztwór wodorotlenku jest w autoklawie pod ciśnieniem rzędu 2,9–18,6 bara w temperaturach powyżej 120°C, dokładniej w temperaturze 120–190°C. Stosunek wagowy roztworu wodorotlenku metalu alkalicznego do stałego drobnego pyłu wynosi 2: 1 lub więcej, a otrzymany roztwór szkła wodnego jest następnie filtrowany.

Dokument RU2620659 ujawnia sposób wytwarzania ciekłego szkła obejmujący przygotowanie zawiesiny substancji amorficznej zawierającej krzemionkę w postaci pozostałości po kwasowym ługowaniu serpentynitu za pomocą roztworu wodorosiarczanu amonu. Surowiec wymaga obróbki wstępnej polegającej na rozdzieleniu przez separację magnetyczną cząsteczek zawierających żelazo, po czym dodaje się stały wodorotlenek sodu, a następnie powstają mieszaninę mieli się i aktywuje termicznie w temperaturze 175–200°C przez 20–30 minut. Następnie dodaje się gorącą wodę o temperaturze 58–68°C i miesza aż do otrzymania zawiesiny amorficznej substancji zawierającej krzemionkę w roztworze wodorotlenku sodu. Sposób prowadzi do uzyskania amorficznego krzemianu sodu w postaci suchego proszku, a nie szkła wodnego.

Dokument US5229055 ujawnia sposób wytwarzania bezpostaciowych krzemianów sodu o zawartości wody 0,3 do 6% wagowych i stosunku molowego $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ (1,9 do 2,8): 1 z roztworu szkła wodnego zawierającego co najmniej 20% wagowych substancji stałych. Według ujawnienia wodny roztwór szklany otrzymuje się w reakcji piasku kwarcowego z roztworem wodorotlenku sodu przy stosunku molowym $\text{SO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ wynoszącym (2,0 do 2,8): 1 w temperaturach od 180 do 240°C i ciśnieniach od 10 do 30 barów, przy czym w opisie nie ujawniono szczegółowo warunków przebiegu tego procesu. Wytworzone szkło wodne jest tylko półproduktem poddawany dalszej obróbce do uzyskania amorficznego krzemianu sodu w postaci suchego proszku, a nie roztworu szkła wodnego.

W stanie techniki nie ujawniono rozwiązań dotyczących wytwarzania szkła wodnego metodą hydrotermalną w sposób, który umożliwiałby prowadzenie procesu w sposób bardziej ekonomiczny, zarówno pod względem zużycia energii jak i wydajności, stąd celem wynalazku jest opracowanie nowego sposobu produkcji szkła wodnego, metodą hydrotermalną, oraz instalacji do tego celu, które pokonają te problemy.

Przedmiotem rozwiązania według wynalazku jest instalacja do ciągłego wytwarzania sodowego szkła wodnego w oparciu o metodę hydrotermalną, gdzie piasek szklarski topi się w obecności ługu sodowego o temperaturze od 180 do 260°C pod ciśnieniem od 1,6 do 3 MPa, charakteryzująca się tym, że ma reaktor kolumnowy **1** składający się z części roboczej **1a** i części inercyjnej **1b**, gdzie część inercyjna **1b** umieszczona jest ponad częścią roboczą **1a**, przy czym średnica części inercyjnej **1b** jest większa od średnicy części roboczej **1a**, gdzie reaktor kolumnowy **1** połączony jest z pompą tłokową do zawieszin **2** przez część roboczą **1a** w układzie zasilania piaskiem od dołu lub przez część inercyjną **1b** w układzie zasilania piaskiem od góry

oraz reaktor kolumnowy **1** jest połączony w części roboczej **1a** z układem dostarczania strumienia ługu sodowego **3**, który ma wymiennik ciepła zasilany świeżym produktem z reaktora **4**, pompę zębatą **6**, wymiennik ciepła zasilany parą **5** oraz opcjonalnie reaktor kolumnowy **1** jest połączony z wymiennikiem ciepła **7** do wstępnego podgrzewania piasku kondensatem z wymiennika **5**, przy czym w reaktorze kolumnowym **1** średnica części inercyjnej **1b** jest większa od średnicy części roboczej **1a**, tak, że pole powierzchni przekroju poprzecznego reaktora kolumnowego **1** w części inercyjnej **1b** jest przynajmniej o 50% większe niż pole powierzchni przekroju poprzecznego części roboczej **1a**.

Do tej pory ciągłe podawanie tak trudnego w transporcie medium jak piasek było praktycznie niemożliwe. W toku prac badawczo-rozwojowych twórcy rozwiązania nieoczekiwanie odkryli, że odpowiedni efekt można uzyskać stosując siłowniki pneumatyczne lub specjalnej konstrukcji pompy do zawieszin, takie jak na przykład pompy tłokowe do zapraw i mieszanek betonowych stosowane w branży budowlanej (np. Putzmeister KOS 740). Dzięki zastosowaniu takich układów siłowników lub pomp piasek może być podawany podczas reakcji w sposób ciągły, bez zakłóceń.

Instalacja według wynalazku umożliwia prowadzenie procesu produkcji szkła wodnego w sposób ciągły. Do tego celu stosuje się reaktor kolumnowy **1** ze stałym złożem piasku, który jest w sposób ciągły

uzupełniany za pomocą pompy tłokowej do zawieszin i szlamów **2** (np. pompy Putzmeister KOS 740) lub jej odpowiednika, przy czym odbierany produkt przechodzi nierozprężony przez wymiennik ciepła **4** ogrzewając świeży surowiec.

Część robocza **1a** reaktora kolumnowego **1** pozbawiona jest półek sitowych utrzymujących złożę i filtrujących produkt, zaś część inercyjna **1b** stanowi wolną przestrzeń nad częścią roboczą.

Korzystnie w instalacji według wynalazku pole powierzchni przekroju poprzecznego części inercyjnej **1b** jest przynajmniej o 50% większe niż pole powierzchni przekroju poprzecznego części roboczej **1a**. Ze względu na to, że część inercyjna **1b** ma większą średnicę niż część robocza **1a**, prędkość przepływu mieszaniny reakcyjnej przez część inercyjną **1b** jest mniejsza, co ułatwia oddzielenie fazy ciekłej (produkt) od stałej (surowiec – piasek) i eliminuje potrzebę filtracji produktu. Produkt odbiera się od góry przelewem.

Instalacja według wynalazku charakteryzuje się tym, że reaktor kolumnowy **1** jest połączony z pompą tłokową do zawieszin **2** w układzie zasilania piaskiem od góry lub od dołu.

Reaktor kolumnowy **1** zasilany jest piaskiem od dołu lub od góry pompą tłokową do zawieszin **2** przez możliwie najkrótszy i prosty rurociąg, dzięki czemu minimalizuje się tarcia i opory a tym samym zwiększa się żywotność orurowania. W układzie dostarczania ługu sodowego **3** ług sodowy po wejściu do węzła produkcji tłoczony jest pompą zębatą **6** najpierw do wymiennika ciepła **4** zasilanego wychodzącym z reaktora świeżym, gorącym produktem, przez co ług sodowy ogrzewany jest do temperatury około 120–180°C. Następnie podgrzany surowiec dogrzewany jest w drugim wymienniku **5** zasilanym parą i pod ciśnieniem wtłaczany jest od dołu reaktora **1**. Ług sodowy przechodząc przez złożę piasku reaguje z krzemionką, przy czym wysokość części roboczej reaktora **1a** jest tak dobrana, że mieszaniny reakcyjnej nie trzeba cyrkulować. Następnie, po przejściu przez złożę surowy produkt przechodzi przez część inercyjną reaktora **1b**. W tym czasie poderwane przez surowy produkt stałe cząstki piasku dekantują, a od góry reaktora kolumnowego **1** odbiera się klarowny produkt finalny, który następnie przechodzi przez wymiennik ciepła **4**, a następnie po rozprężeniu do ciśnienia atmosferycznego, trafia do magazynu. Kondensat parowy wychodzący z wymiennika **5** może służyć do wstępnego podgrzewania piasku przed wejściem do części reakcyjnej reaktora **1a**.

Schemat instalacji do wytwarzania szkła wodnego sposobem według wynalazku przedstawiono na rysunku, na którym **Fig. 1** przedstawia schemat instalacji dla procesu prowadzonego we współprądzie, zaś **Fig. 2** przedstawia schemat instalacji dla procesu prowadzonego w przeciuprądzie.

Kolejnym przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania szkła wodnego sodowego w oparciu o metodę hydrotermalną w sposób ciągły ze stałym złożem piasku pod ciśnieniem od 1,6 do 3 MPa i w temperaturze od 180 do 260°C charakteryzujący się tym, że prowadzi się go w reaktorze kolumnowym **1** ze stałym złożem piasku o wysokości złoża od 5 do 14 m, gdzie do reaktora kolumnowego **1** od dołu wprowadza się strumień ługu sodowego **3** o natężeniu przepływu przez reaktor wynoszącym od 1,5 do 3 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora, a produkt końcowy odbiera się przelewem z górnej części reaktora **1**, przy czym zasilanie piaskiem odbywa się od góry lub od dołu reaktora **1**.

W sposobie według wynalazku natężenie przepływu ługu sodowego przez reaktor kolumnowy wynosi od 1,9 do 2,5 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora, korzystniej 2,0 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora.

W korzystnym wariantcie sposobu według wynalazku wysokość złoża piasku w reaktorze kolumnowym **1** wynosi od 5 do 14 m, korzystniej od 6 do 12 m, bardziej korzystnie od 7 do 10 m.

W sposobie według wynalazku roztwór ługu podawany jest pompami o wysokości podnoszenia pozwalającej wytworzyć w układzie ciśnienie rzędu 20–25 barg.

W sposobie według wynalazku, dzięki zoptymalizowanym parametrom procesu produkt końcowy uzyskuje pożądane wartości kluczowych parametrów (stężenie tlenków sodu i krzemu oraz moduł molowy) odpowiednie dla szkła wodnego o modułach molowych od 1,7 do 2,5 już po jednorazowym przejściu ługu przez złożę piasku. Dodatkowo, dzięki temu, że sposób według wynalazku nie wymaga recyrkulacji mieszaniny reakcyjnej przez złożę piasku, znacząco poprawia się wydajność procesu produkcyjnego.

Ponadto, użycie odpowiedniej konstrukcji reaktora (przestrzeń nad złożem umożliwiającą rozdział faz) produkt uzyskiwany sposobem według wynalazku nie wymaga dodatkowego oczyszczania na drodze filtracji. Oprócz tego, sposób według wynalazku eliminuje konieczność szarżowego rozprężania produktu co powoduje znaczne zmniejszenie zużycia energii. W trakcie prac badawczo-rozwojowych uzyskano o 15 do 42% mniejsze zużycie pary w stosunku do powszechnie stosowanych rozwiązań, co

osiągnięto dzięki maksymalnemu wykorzystaniu w sposobie według wynalazku entalpii reakcji wodorotlenku sodu z ditlenkiem krzemu. Ciepło reakcji zużywane jest w maksymalnym stopniu do podgrzewania surowców wchodzących do układu reakcyjnego.

W sposobie według wynalazku ogrzewanie ługu sodowego dozowanego w sposób ciągły do procesu odbywa się m.in. przy wykorzystaniu wymiennika ciepła zasilanego gorącym produktem wychodzącym z reaktora 4, przy czym do ogrzewania ługu sodowego stosuje się produkt nierozprężony (będący pod ciśnieniem procesowym).

W sposobie według wynalazku finalne dogrzewanie wstępnie podgrzanego gorącym produktem ługu sodowego zasilającego reaktor kolumnowy 1 następuje w wymienniku ciepła zasilanym parą 5 albo poprzez bezpośredni dostrzyk pary wodnej do ługu sodowego dozowanego do reaktora.

W sposobie według wynalazku po zakończeniu upłynniania krzemionki mieszanina przechodzi przez wymiennik płaszczowo-rurowy. Wymiennik ten służy do wstępnego podgrzania podawanego w sposób ciągły roztworu ługu sodowego. Po wstępnym podgrzaniu ług sodowy może przejść przez drugi wymiennik ciepła zasilany parą lub para może być w sposób ciągły wstrzykiwana do roztworu ługu sodowego. Na tym etapie surowiec podgrzewany jest do temperatury 200–230°C.

Dzięki ciągłemu podgrzewaniu dozowanego surowca przez produkt o temperaturze rzędu 200–230°C, zużycie pary na dogrzanie ługu do odpowiedniej temperatury jest znacznie mniejsze niż w przypadku reakcji prowadzonych okresowo, gdzie możliwości wykorzystania ciepła reakcji są ograniczone do momentu, w którym następuje wyładowanie szarży po zakończeniu reakcji. Wykorzystanie entalpii reakcji ługu sodowego z krzemionką oraz ciepła generowanego przez produkt końcowy do wstępnego podgrzewania surowców przed reakcją oraz prowadzenie procesu w sposób ciągły prowadzi do znacznych oszczędności w zużyciu pary, a tym samym osiąga się znaczącą energooszczędność sposobu według wynalazku. Zużycie pary w sposobie według wynalazku ogranicza się do podgrzania ługu sodowego i piasku od temperatury uzyskanej podczas wstępnego ogrzewania surowców wychodzącym z reaktora produktem do temperatury reakcji. Dodatkowo, kondensat parowy po wymianie ciepła może posłużyć do dalszego odzysku ciepła i ogrzewać ług w zbiorniku buforowym ługu lub piasek, co dodatkowo przyczyni się do minimalizacji zużycia energii w sposobie według wynalazku.

W sposobie według wynalazku zasilanie piaskiem odbywa się od góry lub dołu reaktora 1.

Istotną zaletą opisywanego sposobu według wynalazku jest to, że produkt odbierany jest przelewem w górnej części aparatu kolumnowego, a roztwór ługu podawany jest do reaktora od dołu. Dzięki takiemu rozwiązaniu nie ma potrzeby stosowania półek sitowych, które w tradycyjnie prowadzonych sposobach wytwarzania szkła wodnego są narażone na zniszczenie wskutek abrazji, a ich uszkodzenie wiąże się z koniecznością zatrzymania produkcji. Rezygnacja z półki sitowej w sposobie według wynalazku daje możliwość przedłużenia czasu między przeglądami okresowymi instalacji do produkcji szkła wodnego sposobem według wynalazku. Dodatkowo, ze względu na fakt, iż półki sitowe zatrzymują ziarna krzemionki jedynie powyżej rozmiaru otworów stosowanej w procesie półki, część nierozpuszczonego piasku o ziarnach mniejszych niż otwory w półce sitowej przedostaje się do mieszaniny reakcyjnej i przed wysłaniem produktu do magazynu musi zostać oczyszczony poprzez filtrację.

W rozwiązaniu według wynalazku wodorotlenek sodu reaguje z krzemionką powodując rozpuszczanie ziaren piasku, i gdy piasek jest podawany w przeciwnym kierunku, ziarna, które częściowo już uległy rozpuszczeniu są przytrzymywane przez świeżo napływający od góry materiał. Piasek może być też dozowany od dołu reaktora we współprądzie do ługu sodowego. Nad złożem piasku znajduje się przestrzeń służąca jako rozdzielnica fazy stałej od cieklej. Ta część aparatu ma większą średnicę niż część, w której znajduje się złożo piasku, dzięki czemu prędkość przepływu mieszaniny reakcyjnej jest około dwukrotnie mniejsza niż w części roboczej. Pozwala to na swobodne opadanie nierozpuszczonych ziaren krzemionki, przez co wychodzący z reaktora produkt nie musi być filtrowany.

Wynalazek jest przedstawiony bliżej w przykładach wykonania, które nie ograniczają jego zakresu.

Przykład 1

Przygotowano instalację pilotażową składającą się z reaktora rurowego o średnicy wewnętrznej 90 mm oraz wysokości części roboczej 12 m, dwóch wymienników płaszczowo-rurowych oraz pompy ługu i siłownika hydraulicznego do wprowadzania piasku do reaktora.

Reaktor zasypano piaskiem szklarskim tak, że wysokość złoża wynosiła około 11 m. Układ zasilano ługiem sodowym, którego natężenie przepływu na początku procesu wynosiło 60 kg/h, stężenie ługu w przeliczeniu na Na₂O wynosiło 21,4% wagowych. Piasek podawano od góry reaktora, wtłaczając go do układu za pomocą siłownika hydraulicznego z szybkością 25,5 kg/h. Roztwór wodorotlenku sodu

podawano do reaktora od dołu, w przeciwnym kierunku do przepływu piasku. Na etapie rozruchu instalacji roztwór ługu podgrzewany był w wymienniku zasilanym parą, a mieszanina reakcyjna wychodząca z reaktora była cyrkulowana aż do uzyskania przez mieszaninę odpowiedniej temperatury (180°C). Następnie przerywano cyrkulację i produkt reakcji po wyjściu z reaktora kierowano do wymiennika, gdzie następowało podgrzewanie wchodzącego do układu reakcyjnego ługu sodowego, po czym gotowy produkt rozprężano w sposób ciągły przy pomocy zaworu redukcyjnego i kierowano do zbiornika, w którym magazynowano gotowy produkt. W procesie utrzymywano temperaturę 200°C i ciśnienie w zakresie 2,55–2,7 MPa. Czas przebywania mieszaniny reakcyjnej w reaktorze wynosił 28 minut. Syntezę prowadzono przez 5 godzin, odbierając próbki produktu od momentu ustabilizowania się parametrów procesu. Odbierano 86 kg produktu/ godzinę. Łącznie w procesie zużyto 48–51 kg/h pary o ciśnieniu 1,5 MPa i temperaturze około 260°C.

Otrzymane szkło wodne miało następujące parametry:

parametr	Wartość
stężenie Na ₂ O	14,1 do 14,94 %
stężenie SiO ₂	29,82 – 30,06 %
suma tlenków	43,92 – 45,02%
moduł molowy	1,96 – 2,003

Przykład 2

Reakcję prowadzono w instalacji opisanej w przykładzie 1.

Reaktor zasypano piaskiem szklarskim tak, że wysokość złoża wynosiła 8 m. Temperatura procesu wynosiła 230°C, a ciśnienie utrzymywano na poziomie 2,55–2,7 MPa. Wartości natężenia przepływu surowców utrzymano na tym samym poziomie jak w przykładzie 1. W procesie zużyto od 52 do 56 kg pary na godzinę. Otrzymane szkło wodne miało następujące parametry:

parametr	Wartość
stężenie Na ₂ O	14,2 do 15,01 %
stężenie SiO ₂	29,92 – 30,17 %
suma tlenków	44,34 – 45,18%
moduł molowy	2,0

Przykład 3

Reakcję prowadzono w instalacji opisanej w przykładzie 1.

Reaktor zasypano piaskiem szklarskim tak, że wysokość złoża wynosiła 8 m. Temperatura procesu wynosiła 230°C, a ciśnienie utrzymywano na poziomie 2,55–2,7 MPa. Natężenie przepływu roztworu wodorotlenku sodu utrzymywano na poziomie 45 kg/h. Czas przebywania w reaktorze wynosił 36–37 min. Szybkość dozowania piasku pozostała na tym samym poziomie co w poprzednich dwóch przykładach. W procesie zużyto od 44 do 47 kg pary na godzinę. Otrzymane szkło wodne miało następujące parametry:

parametr	Wartość
stężenie Na ₂ O	13,57 do 13,73 %
stężenie SiO ₂	36,02 – 36,19 %
suma tlenków	49,59 – 49,92%
moduł molowy	2,47

Przykład 4

Reakcję prowadzono w instalacji opisanej w przykładzie 1.

Reaktor zasypano piaskiem szklarskim tak, że wysokość złoża wynosiła 11 m. Temperatura procesu wynosiła 250°C, a ciśnienie utrzymywano na poziomie 2,0–2,1 MPa. Natężenie przepływu roztworu wodorotlenku sodu utrzymywano na poziomie 45 kg/h. Czas przebywania w reaktorze wynosił 36–37 min. Szybkość dozowania piasku pozostała na tym samym poziomie co w poprzednich przykładach. W procesie zużyto od 45 do 49 kg pary na godzinę. Otrzymane szkło wodne miało następujące parametry:

parametr	Wartość
stężenie Na ₂ O	13,39 do 13,65 %
stężenie SiO ₂	35,92 – 36,01 %
suma tlenków	49,31 – 49,66%
moduł molowy	2,44 – 2,47

Zastrzeżenia patentowe

1. Instalacja do ciągłego wytwarzania sodowego szkła wodnego w oparciu o metodę hydrotermalną, gdzie piasek szklarski topi się w obecności ługu sodowego o temperaturze od 180 do 260°C pod ciśnieniem od 1,6 do 3 MPa, **znamienna tym**, że ma reaktor kolumnowy (1) składający się z części roboczej (1a) i części inercyjnej (1b), gdzie część inercyjna (1b) umieszczona jest ponad częścią roboczą (1a), przy czym średnica części inercyjnej (1b) jest większa od średnicy części roboczej (1a), gdzie reaktor kolumnowy (1) połączony jest z pompą tłokową do zawieszin (2) przez część roboczą (1a) w układzie zasilania piaskiem od dołu lub przez część inercyjną (1b) w układzie zasilania piaskiem od góry oraz reaktor kolumnowy (1) jest połączony w części roboczej (1a) z układem dostarczania strumienia ługu sodowego (3), który ma wymiennik ciepła zasilany świeżym produktem z reaktora (4), pompę zębatą (6), wymiennik ciepła zasilany parą (5) oraz opcjonalnie reaktor kolumnowy (1) jest połączony z wymiennikiem ciepła (7) do wstępnego podgrzewania piasku kondensatem z wymiennika (5), przy czym w reaktorze kolumnowym (1) średnica części inercyjnej (1b) jest większa od średnicy części roboczej (1a), tak, że pole powierzchni przekroju poprzecznego reaktora kolumnowego (1) w części inercyjnej (1b) jest przynajmniej o 50% większe niż pole powierzchni przekroju poprzecznego części roboczej (1a).
2. Sposób wytwarzania sodowego szkła wodnego metodą hydrotermalną w sposób ciągły pod ciśnieniem od 1,6 do 3 MPa i w temperaturze od 180 do 260°C **znamienny tym**, że prowadzi się go w reaktorze kolumnowym (1) ze stałym złożem piasku o wysokości złoża od 5 do 14 m, gdzie do reaktora kolumnowego (1) od dołu wprowadza się strumień ługu sodowego (3) o natężeniu przepływu ługu sodowego przez reaktor wynoszący od 1,5 do 3 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora, a produkt końcowy odbiera się przelewem z górnej części reaktora (1), przy czym zasilanie piaskiem odbywa się od góry lub od dołu reaktora (1).
3. Sposób według zastrz. 2 **znamienny tym**, że natężenie przepływu ługu sodowego przez reaktor wynosi od 1,9 do 2,5 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora, korzystnie 2,0 kg/s na każdy 1 m² powierzchni przekroju poprzecznego reaktora.
4. Sposób według zastrz. 2 lub 3 **znamienny tym**, że wysokość złoża piasku w reaktorze wynosi od 6 do 12 m, korzystnie od 7 do 10 m.
5. Sposób według któregokolwiek z poprzednich zastrzeżeń **znamienny tym**, że produkt końcowy uzyskuje się po jednorazowym przejściu ługu przez złożę piasku.
6. Sposób według któregokolwiek z poprzednich zastrzeżeń **znamienny tym**, że ogrzewanie ługu sodowego dozowanego w sposób ciągły do procesu odbywa się m.in. przy wykorzystaniu wymiennika ciepła zasilanego gorącym produktem wychodzącym z reaktora (4), przy czym do

ogrzewania ługu sodowego stosuje się produkt nierozprężony (będący pod ciśnieniem procesowym).

7. Sposób według zastrz. 6 **znamienny tym**, że finalne dogrzewanie wstępnie podgrzanego gorącym produktem ługu sodowego zasilającego reaktor (1) następuje w wymienniku ciepła zasilanym parą (5) albo przez bezpośredni dostrzyk pary do mieszaniny reakcyjnej.

Rysunki

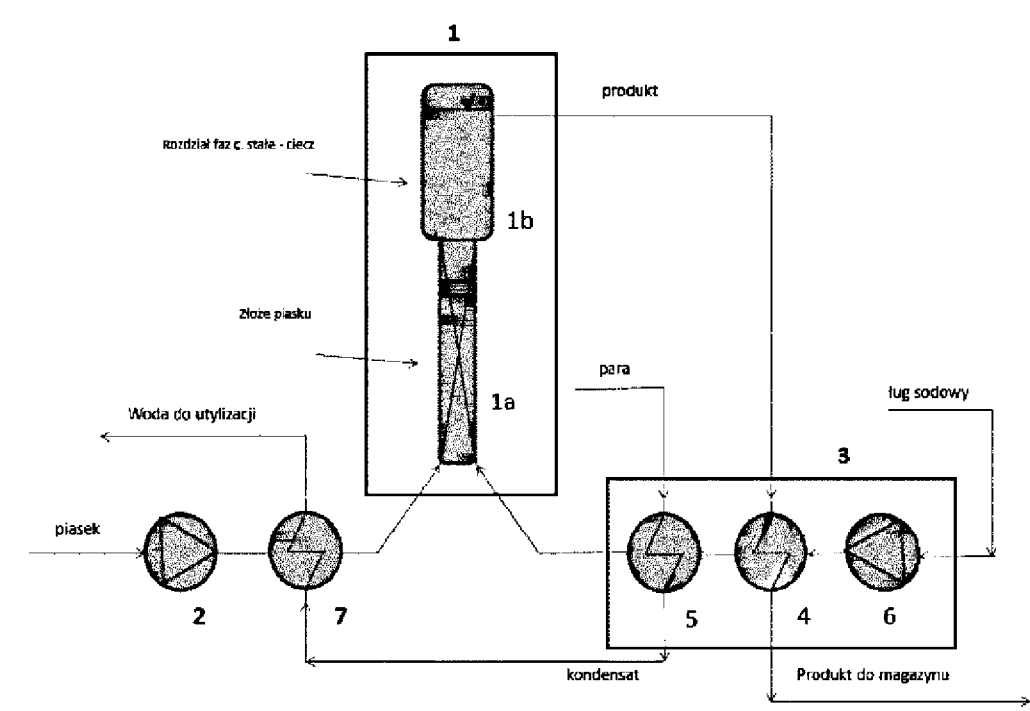


Fig.1

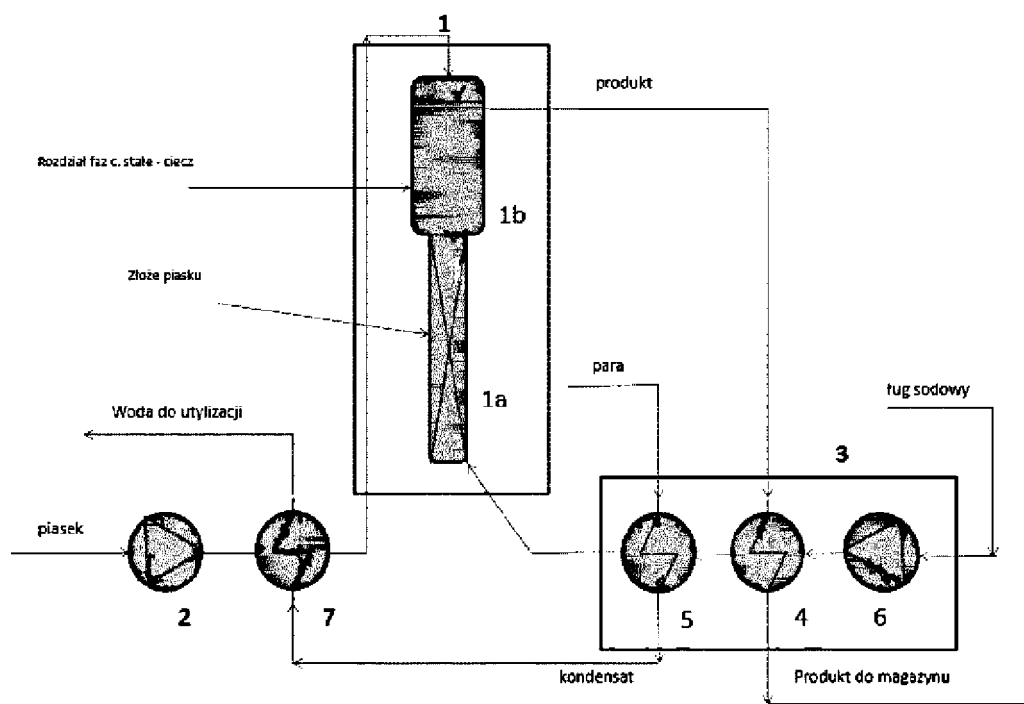


Fig.2