

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

81209

Patent tymczasowy dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 21.11.1970 (P. 144557)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 05.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.10.1975

Kl. 12i, 33/12

MKP C01b 33/12

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego  
ul. ...

Twórcy wynalazku: Aurelia Woźnicka, Zygmunt Kunert

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Chemiczne „Rudniki”,  
Rudniki Częstochowskie (Polska)

## Sposób wytwarzania krzemionki aktywnej o wysokim stopniu dyspersji

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania krzemionki aktywnej o dużym stopniu dyspersji, stosowanej jako napełniacz do mieszanek gumowych. Polega on na strącaniu krzemionki z wodnych roztworów krzemianu sodowego za pomocą kwasu siarkowego, w obecności jonów wapnia i/lub magnezu.

Znany sposób otrzymywania krzemionki aktywnej polega na wprowadzeniu roztworu krzemianu sodowego, o zawartości 120 g  $\text{SiO}_2$ /l do 2% roztworu krzemianu sodowego ogrzanego do temperatury 90–95°C, a następnie zakwaszeniu całości 0,36 n roztworem kwasu siarkowego do uzyskania pH = 10,3. Do otrzymanego roztworu dodaje się chlorku wapnia, celem wytrącenia osadu składającego się z krzemionki i krzemianu wapnia. Na osad ten działa się następnie kwasem solnym w celu usunięcia z niego wapnia, po czym przemywa go i suszy. Uzyskany produkt charakteryzuje się małą dyspersją oraz znaczną zawartością cząstek zolu i żelu.

Celem wynalazku jest usunięcie tej wady, a zadaniem technicznym, które należy rozwiązać – opracowanie sposobu otrzymywania krzemionki aktywnej o dużym stopniu dyspersji, wolnej od cząstek zolu i żelu. Według wynalazku opiera się on na znanej metodzie strącania krzemionki z wodnego roztworu krzemianu sodowego za pomocą kwasu siarkowego, w obecności jonów wapnia i/lub magnezu. Nieoczekiwany efekt uzyskano dozując równocześnie wodny roztwór krzemianu sodowego o stosunku molowym  $\text{SiO}_2$  do  $\text{Na}_2\text{O}$  = 3–3,3 i zawartości 10–20%  $\text{SiO}_2$  oraz rozcieńczony kwas siarkowy o zawartości 3,5–12%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , przy pH 8–10 do ogrzanego do temperatury 65–100°C wodnego roztworu rozpuszczalnych w wodzie soli wapnia i/lub magnezu dla siarczanu magnezu o zawartości 1–3%  $\text{Ca}^{2+}$ , lub 0,6–3,6%  $\text{Mg}^{2+}$ , lub 0,8–2,8%,  $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$  w przeliczeniu na 100% wprowadzonego  $\text{SiO}_2$  po czym do mieszaniny reakcyjnej wprowadza się dodatkowo kwas siarkowy do uzyskania pH 6–7 a następnie wytrącony osad oddziela się przemywa go i suszy. Stwierdzono ponadto wyraźny wpływ ilości stosowanych jonów Ca i/lub Mg na własności otrzymywanej krzemionki, zwłaszcza na jej ciężar nasypowy. I tak, przy tych samych parametrach reakcji, podwyższenie dodatku tych jonów o 50% powoduje zmniejszenie ciężaru nasypowego o około 20%, natomiast zmniejszenie dodatku tych jonów o 50% powoduje wzrost ciężaru nasypowego o około 20%.

Opisany sposób gwarantuje otrzymanie krzemionki aktywnej o pożądanym stopniu dyspersji, nie zawierającej zolu ani żelu. Umożliwia on ponadto regulowanie ciężaru nasypowego otrzymywanego produktu.

**Przykład I.** Do reaktora o pojemności 200 l, zaopatrzonego w mieszadło propelerowe o 2800 obr/min, ogrzewanego przeponowo, wprowadza się 50 l wody, a następnie rozpuszcza w niej 200 g  $\text{CaCl}_2$ . Roztwór ogrzewa się do  $70^\circ\text{C}$ , po czym dozuje do niego 14 litrów roztworu krzemianu sodowego o stosunku molowym  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 3,2$  i 20% zawartości  $\text{SiO}_2$  oraz 50 l kwasu siarkowego 4,3%. Podczas dozowania utrzymuje się temperaturę mieszaniny reakcyjnej  $70^\circ\text{C}$  i  $\text{pH} = 9$ . Dozowanie obu reagentów trwa 15 minut, po czym dozuje się jeszcze kwas siarkowy zakwaszając mieszaninę do  $\text{pH} = 6,7$ . Otrzymaną zawiesinę filtruje się, przemywa dwukrotnie do zawartości 0,05% Na i suszy w temperaturze  $110^\circ\text{C}$ . Uzyskana krzemionka posiada następujące własności: masę nasypową materiału 100 g/dcm<sup>3</sup>, chłonność oleju 350 cm<sup>3</sup>/100 g, powierzchnię właściwą 250 m<sup>2</sup>/g.

**Przykład II.** Wprowadzając do wody 600 g  $\text{Mg SO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  zamiast 200 g  $\text{CaCl}_2$  przy niezmiennych pozostałych parametrach procesu otrzymuje się produkt o własnościach takich samych jak w przykładzie I.

**Przykład III.** Wprowadzając do wody 90 g  $\text{CaCl}_2$  i 267 g  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  zamiast 200 g  $\text{CaCl}_2$  przy niezmiennych pozostałych parametrach procesu otrzymuje się produkt o własnościach takich samych jak w przykładzie I.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania krzemionki aktywnej o wysokim stopniu dyspersji przez działanie kwasem siarkowym na wodny roztwór krzemianu sodowego w obecności jonów wapnia i/lub magnezu i następnie odsączenie, przemywanie i suszenie wytrąconego osadu, znamienny tym, że roztwór krzemianu sodowego o stosunku molowym  $\text{SiO}_2 : \text{Na}_2\text{O} = 3-3,3$ , korzystnie 3,3 o zawartości  $\text{SiO}_2$  10-20%, korzystnie 13% i rozcieńczony kwas siarkowy o zawartości 3,5-12%  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , korzystnie 6,5% dozuje się równocześnie przy  $\text{pH} = 8-10$ , korzystnie  $\text{pH} = 9$  do ogrzanego do temperatury  $65-100^\circ\text{C}$  wodnego roztworu rozpuszczalnych w wodzie soli wapnia i/lub magnezu, albo wodnego roztworu, siarczanu magnezu o zawartości 1-3%, korzystnie 2%  $\text{Ca}^{2+}$  lub 0,6-3,6%, korzystnie 1,6%  $\text{Mg}^{2+}$  lub 0,8-2,8% korzystnie 1,8%  $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$  w przeliczeniu na 100% wprowadzonego  $\text{SiO}_2$  po czym do mieszaniny reakcyjnej wprowadza się dodatkowo kwas siarkowy do uzyskania  $\text{pH} = 6-7$ , a następnie wytrącony osad oddziela się przemywa go i suszy.

