



Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 21.08.1972 (P. 157370)

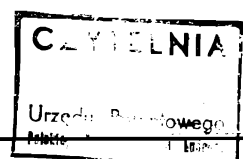
Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 20.03.1975

Kl. 22f,1/28

MKP C09c 1/28



Twórca wynalazku: Aurelia Woźnicka

Uprawniony z patentu tymczasowego: Zakłady Chemiczne „Rudniki”,
Rudniki k. Częstochowy (Polska)

Sposób wytwarzania aktywnych napelniaczy krzemionkowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania aktywnych napelniaczy krzemionkowych, stosowanych do gum mikroporowatych, przez działanie alkaliem na wodną zawiesinę fluorokrztmianu sodowego.

Znany sposób otrzymywania aktywnej krzemionki stosowanej jako napelniacz, polega na neutralizacji kwasu fluorokrztmianowego lub fluorokrztmianu sodowego wodnym roztworem węgla sodowego, wodorotlenku sodowego, amonowego lub innego wodorotlenku. Głównym produktem tego procesu są fluorki metali alkalicznych, natomiast krzemionka stanowi odpad, który trzeba dopiero przerobić na formę aktywną, stosowaną jako napelniacz do gumy. Wymaga to między innymi wielokrotnego przemyciwania, w celu usunięcia związków fluoru, co powoduje powstawanie znacznych ilości wód odpadowych, nie nadających się do wykorzystania.

Celem niniejszego wynalazku jest usunięcie podanych wyżej niedogodności, a postawionym do rozwiązania zagadnieniem technicznym — opracowanie sposobu otrzymywania krzemionki aktywnej stosowanej jako napelniacz, bezpośrednio z fluorokrztmianu, bez konieczności dodatkowej przeróbki.

Według wynalazku sposób ten polega na działaniu na wodną zawiesinę fluorokrztmianu sodowego stężonym, wodnym roztworem krztmianu sodowego.

Proces przebiega w reaktorze, do którego wprowadza się równocześnie wodną zawiesinę, zawiera-

2

jącą 2—3% fluorokrztmianu sodowego i wodny roztwór krztmianu sodowego zawierający 18—30% dwutlenku krztmu, utrzymując temperaturę mieszaniny reakcyjnej w granicach 75—90°C oraz jej pH w zakresie 7—11,5. W tych warunkach następuje strącanie dwutlenku krztmu, które prowadzi się do momentu uzyskania w roztworze zawartości 3,7—4,7% krztmionki.

Tak wytrąconą krztmionkę oddziela się od roztworu powstałego fluorku sodowego przez filtrację, następnie zarabia ją na pulę z wodą odmineralizowaną (o twardości w stopniach niemieckich: około 2°) w stosunku objętościowym krztmionki do wody około 1 : 2, ponownie filtruje i suszy w temperaturze nie przekraczającej 300°C.

Oddzielony w I filtracji roztwór fluorku sodowego przerabia się na fluorokrztmian sodowy np. przez dodanie kwasu fluorokrztmianowego lub wysycanie czterofluorkiem krztmu i zawraca częściowo do procesu. Natomiast II filtrat, uzyskany podczas oddzielania krztmionki ze wspomnianej pulpy, zawraca się do reaktora, przed wprowadzeniem do niego następnej porcji fluorokrztmianu sodowego i krztmianu sodowego.

Krztmionka otrzymana w opisanym procesie posiada własności aktywnych napelniaczy krztmionkowych i w tej postaci może być stosowana do gum.

Sposób przewiduje ponadto wykorzystanie w procesie roztworów otrzymywanych podczas filtracji,

co eliminuje kłopoty związane z usuwaniem odpadów.

Przykład I. Do wygumowanego reaktora o pojemności 500 l wyposażonego w mieszadło propelerowe o 1500 obr/min. wprowadza się 55 l filtratu otrzymanego w drugiej filtracji krzemionki (lub wody w przypadku zakładania szarży po raz pierwszy) i ogrzewa go do temperatury 80°C. Następnie uruchamia się mieszadło i do reaktora dozuje w ciągu 20 minut 50 litrów krzemianu sodowego o zawartości 20,3% SiO_2 , 6,7% Na_2O i o gęstości 1,3 g/cm³, oraz 238 kg 2,5% wodnej zawiesiny fluorokrzanu sodowego, utrzymując pH zawiesiny w wartości 9,5. Po zakończeniu dozowania wytrącony osad krzemionki oddziela się w urządzeniach filtracyjnych, otrzymaną mokłą krzemionkę kieruje się do repulpatora, do którego wprowadza się 150 l wody, i po wymieszaniu ponownie filtruje. Osad krzemionki suszy się w suszarce tunelowej w temperaturze nie przekraczającej 300°C.

Otrzymany produkt posiada następujące własności:

Zawartość SiO_2	— 85—90%
Zawartość Na	— 0,5—0,7%
Zawartość Cu	— 0,001—0,002%
Zawartość Mn	— 0,001—0,002%
Zawartość Fe	— 0,03—0,04%
Zawartość wilgoci w 105°C	— 4—7%
Straty prażenia w 65°C	— 14—16%
Ciężar właściwy materiału nasypanego	— 100—120 g/dm ³
Ciężar właściwy materiału utrzęsionego	— 260—280 g/dm ³
Pozostałość na sicie o boku oczka 0,063 mm	— 0,3—0,4%
Pozostałość na sicie o boku oczka 0,125 mm	— 0,0%
Chłonność wody	— 180—190 cm ³ /100 g
Chłonność oleju	— 180—200 g/100 g

Filtrat I w ilości około 255 l, zawierający 2,6% NaF miesza się z 52 kg 20% H_2SiF_6 . Po ochłodzeniu

otrzymanej zawiesiny do 20°C wytrącony osad fluorokrzanu sodowego oddziela się przez filtrację. Uzyskuje się około 68 kg mokrego fluorokrzanu sodowego. Dwie trzecie tego produktu przemycwa się wodą i suszy w suszarce tunelowej w temperaturze nie przekraczającej 300°C.

Otrzymany suchy fluorokrzan sodowy ma następujący skład:

Na_2SiF_6	— 96,0 — 98,0%
wolny SO_2	— 1,5 — 2,0%
Fe	— 0,03— 0,05%

Pozostałą $\frac{1}{3}$ ilości mokrego fluorokrzanu sodowego miesza się z filtratem uzyskanym podczas sączenia zawiesiny fluorokrzanu i zawraca do reaktora, do wytrącania nowej porcji krzemionki z roztworu krzemianu sodowego.

Przykład II. Do wygumowanego reaktora, zawierającego filtrat lub wodę odmineralizowaną, jak w przykładzie I, dozuje się w ciągu 20 minut 59,5 l krzemianu sodowego o zawartości 20,3% SiO_2 , 6,7% Na_2O i o gęstości 1,3 g/cm³, oraz 280 kg 2,5% wodnej zawiesiny fluorokrzanu sodowego, utrzymując pH strącanej zawiesiny w wartości 11,5. Dalej postępuje się jak w przykładzie I, otrzymując produkt o własnościach podanych w przykładzie I.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania aktywnych napełniaczy krzemionkowych przez alkalizowanie wodnej zawiesiny fluorokrzanu sodowego, **znamienny tym**, że do wodnej zawiesiny zawierającej 2—3%, korzystnie 2,5% fluorokrzanu sodowego wprowadza się stężony roztwór krzemianu sodowego, zawierający 18—30%, korzystnie 26% dwutlenku krzemu, w temperaturze 75—90°C, do uzyskania pH w granicach 7—11,5, korzystnie 9, po czym wytrącony osad dwutlenku krzemu oddziela, przemycwa i suszy w znany sposób.