

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

291 120

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2000 - 628**

(22) Přihlášeno: **22.02.2000**

(40) Zveřejněno: **17.10.2001**

(Věstník č. 10/2001)

(47) Uděleno: **22.10.2002**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **11.12.2002**
(Věstník č. 12/2002)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 01 B 33/32

(73) Majitel patentu:

SILCHEM SPOL. S R. O., Ústí nad Labem, CZ;

(72) Původce vynálezu:

Antoš Petr Dr. Ing., Libochovany, CZ;
Grisa Vladimír, Ústí nad Labem, CZ;
Rudolf Miroslav, Ústí nad Labem, CZ;
Slavík Roman, Ústí nad Labem, CZ;
Vinš Oldřich Ing., Ústí nad Labem, CZ;
Miksa Čestmír Ing., Ústí nad Labem, CZ;

(54) Název vynálezu:

Způsob výroby roztoku křemičitanu sodného

(57) Anotace:

Způsob výroby roztoku křemičitanu sodného hydrotermální reakcí křemičité suroviny s roztokem hydroxidu sodného spočívá v tom, že aktivace křemičité suroviny je dosaženo přidavkem zbytkového podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny a vratného podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny, který je získán sedimentací.

CZ 291120 B6

Způsob výroby roztoku křemičitanu sodného

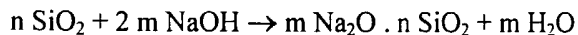
Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby roztoku křemičitanu sodného jednostupňovou hydrotermální syntézou z roztoku hydroxidu sodného a křemičité suroviny s vysokým obsahem oxidu křemičitého.

Dosavadní stav techniky

Výroba vodního skla jako taveniny se dnes provádí v podstatě stejným způsobem, jako jej objevil v roce 1818 von Fuchs. Získaná tavenina po ochlazení poskytuje sklovitou hmotu, která je za normálních podmínek ve vodě nerozpustná. K výrobě je třeba použít zvýšené teploty a tlaku, což se v průmyslové praxi provádí v rotačních autoklávech. Do autoklávu se nadávkuje množství sodno-křemičité frity dle kapacity autoklávu a potřebné množství vody. Navážka surovin odpovídá příslušnému typu vodního skla. Autokláv je za rotace natlakován vodní parou na tlak 0,4 až 0,6 MPa. Po několika hodinách je rozvařování skla skončeno, a tlakem v autoklávu je obsah autoklávu přetlačen do zásobníku na vodní sklo. Produktem je čirý roztok, který je možno dále zpracovat.

Alternativní technologický postup je metoda hydrotermální, která zahrnuje reakci křemičité suroviny s vysokým obsahem oxidu křemičitého, např. křemičitého písku s vysoce koncentrovaným roztokem hydroxidu sodného. Pro reakci se užívají stacionární míchané vertikální autoklávy. Rozpouštění písku se provádí za tlaku vodní parou o tlaku 1 až 2 MPa. Při použití běžných křemičitých písků je možno touto technologií dosáhnout pouze molárního poměru $[\text{SiO}_2]/[\text{Na}_2\text{O}] = 2, 0 \text{ až } 2, 6$. Reakce probíhá podle rovnice :



reakce probíhá ve srovnání s technologií ze sodno-křemičité frity obtížněji, část křemičitého písku nezreaguje a zůstává v produktu. Problém se řeší zvýšeným tlakem páry a tím i teploty (tlak cca 2 MPa a teplota přes 200 °C), nebo vysokým až několikanásobným přebytkem písku a nebo aktivací křemičité suroviny.

Při náhradě písku kvalitní surovinou dostatečně jemnou a s vysokým měrným povrchem jako je např. diatomit nebo tripolit, je možno dosáhnout molární poměr až 3,22. Patentová literatura se týká použití přírodních surovin (mimo písku) pro výrobu vodního skla. Výchozí křemičitou surovinou může být křemelina (SU 823 284, ES 2 029 418), crystobalit nebo tridymit (EP 363 197). Vodní sklo lze vyrábět také z vulkanického popela (SU 434 060) nebo jiných hlinito-křemičitanů (SU 1 296 509, SU 1 634 635). Na druhé straně, je možno na vodní sklo zpracovat některé odpadní, nebo druhotné suroviny, např. prach vznikající při rafinaci křemíku (JP 7 461 095; JP 76 119 400); odprachy z výroby ferrosilitin (JP 79 148 198); z výroby kaprolaktamu (DE 3 012 073), fluoridů (JP 59 195 518), fosforu (DD 227 417), nebo sklářské odpady (DE 4 019 789, SU 1 650 578). Ve většině případů se jedná o různé druhy křemičité suroviny rozpouštěné v alkáliích, v některých případech aktivované. Aktivaci křemičité suroviny pro hydrotermální postupy je možno provádět mechanicky, zejména mletím (DE 3 515 233), tepelným procesem (JP 70 29 580) nebo ultrazvukem (SU 480 644).

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu je způsob výroby roztoku křemičitanu sodného z koncentrovaného roztoku hydroxidu sodného a křemičité suroviny s vysokým obsahem oxidu křemičitého (90 až 100 % hmotn. SiO_2), kde aktivace křemičité suroviny je dosaženo kombinací zbytkového podílu a vratného podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny.

Do zbytkového podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny ve výši 2 až 50 % hmotn. z celkové vsázky se předloží 20 až 50 % hmotn. z celkové vsázky křemičité suroviny s obsahem 90 až 100 % hmotn. oxidu křemičitého, 20 až 50 % hmotn. z celkové vsázky roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 30 až 50 % hmotn. NaOH , 0 až 20 % hmotn. z celkové vsázky vody a 2 až 50 % hmotn. z celkové vsázky vratného podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny. Reakce probíhá po dobu 2 až 24 hodin za tlaku vodní páry 0,6 až 1,6 MPa a teploty 130 až 250 °C. Roztok křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny v množství 50 až 100 % hmotn. z celkové vsázky se zpracuje sedimentací a sediment v množství 2 až 50 % hmotn. z celkové vsázky se použije jako vratný podíl roztoku křemičitanu sodného s nezreagovanou křemičitou surovinou. Veškerý nebo část roztoku křemičitanu sodného s nezreagovanou křemičitou surovinou se zpracuje dekantacím odstředováním. Fugát je roztok křemičitanu sodného o složení 10 až 18 % hmotn. oxidu sodného, 24 až 40 % hmotn. oxidu křemičitého, molárním poměru $[\text{SiO}_2]/[\text{Na}_2\text{O}] = 1,5$ až 2,5 a hustotě 1,3 až 1,7 g.cm^{-3} .

25 Přehled obrázků na výkresech

Obrázek 1 : Technologické schéma výroby roztoku křemičitanu sodného

Seznam vztahových značek :

- 30
- 1 zásobník roztoku hydroxidu sodného
 - 2 odvažovací zásobník písku
 - 3 tenzometrické váhy
 - 4 autokláv
 - 35 5 kondenzační zásobník brýdových par
 - 6 zásobník oteplené vody
 - 7 expandér
 - 8 sedimentační zásobník
 - 9 zásobník roztoku křemičitanu sodného
 - 40 10 dekantací odstředivka
 - 11 zásobník fugátu

Příklad

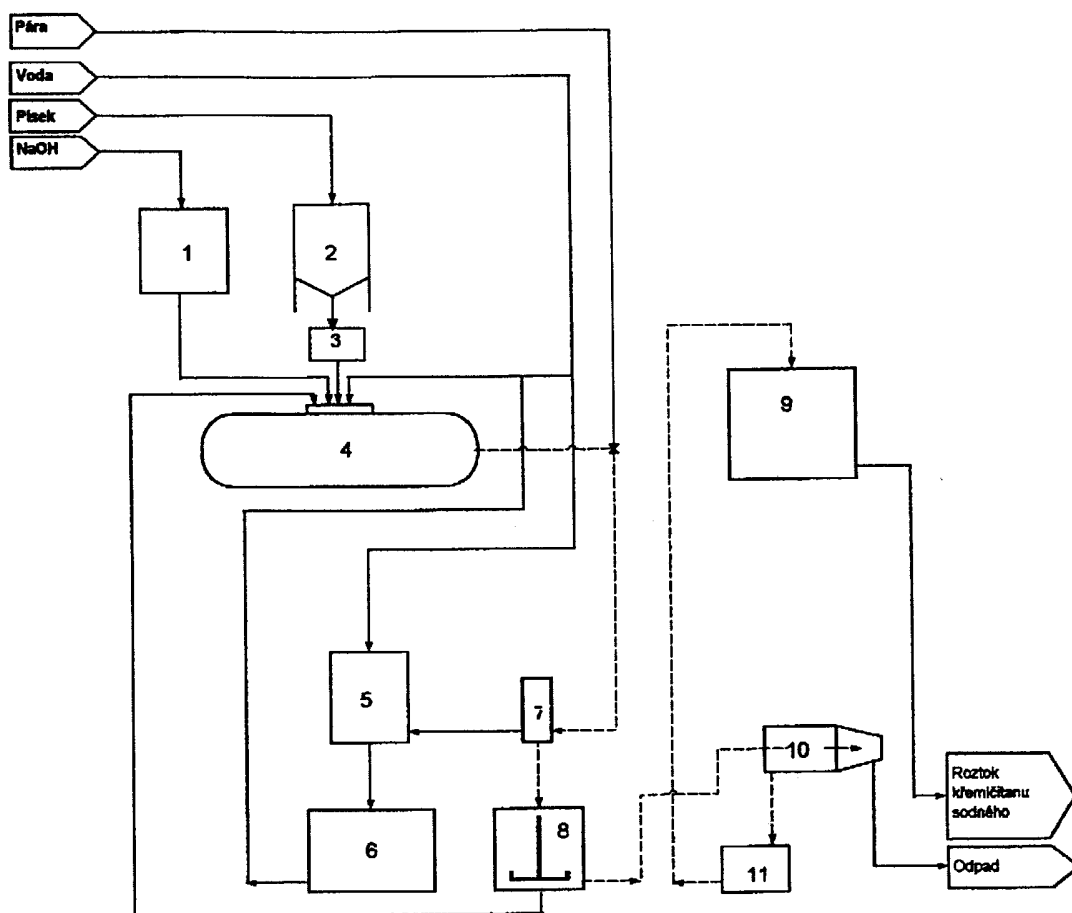
Do autoklávu 4 se zbytkem produktu (roztok křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny) o hmotnosti 1351 kg bylo z odvažovacího zásobníku písku 2 po odvážení na tenzometrických vahách 3 nadávkováno 4000 kg křemenného písku s obsahem 98,5 % hmotn. oxidu křemičitého, ze zásobníku hydroxidu sodného 1 bylo načerpáno 5040 kg roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 49,5 % hmotn. NaOH a ze zásobníku oteplené vody 6 bylo načerpáno 2000 l vody. Ze sedimentačního zásobníku 8 bylo načerpáno 507 kg sedimentu. Autokláv 4 byl uzavřen a vodní parou natlakován na tlak 0,78 MPa. Poté byl uzavřen vstup páry a autokláv 4 byl míchán. V průběhu reakce vzrostl tlak na 1,0 MPa. Reakce byla ukončena po čtyřech hodinách a část obsahu autoklávu v množství 11 613 kg byla zbytkovým tlakem vytlačena přes expandér 7 do sedimentačního zásobníku 8 tak, aby zůstatek produktu v autoklávu činil 1 351 kg. Expanze páry byla vedena z expandéru 7 do kondenzačního zásobníku 5, kde zkondenzovalo 1765 kg páry. Oteplená voda byla z kondenzačního zásobníku čerpána do zásobníku oteplené vody 6. Ze sedimentačního zásobníku 8 bylo 507 kg produktu odčerpáno zpět do autoklávu 4 pro výrobu další šarže a zbytek byl zpracován na dekantální odstředivce 10. Nezreagovaný odstředěný písek byl jako odpad uložen na skládce odpadů. Odstředěný produkt byl čerpán přes zásobník fugátu 11 do zásobníku roztoku křemičitanu sodného 9. Výsledný produkt měl koncentraci 16,66 % hmotn. oxidu sodného, 33,3 % hmotn. oxidu křemičitého, molární poměr 2,07 a hustotu 1,61 g.cm⁻³.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby roztoku křemičitanu sodného reakcí křemičité suroviny o obsahu 90 až 100 % hmotn. oxidu křemičitého s roztokem hydroxidu sodného o koncentraci 30 až 50 % hmotn. po dobu 2 až 24 hodin za tlaku 0,6 až 1,6 MPa a teploty 130 až 250 °C, **v y z n a č u j í - c í s e t í m**, že do zbytkového podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny ve výši 2 až 50 % hmotn. z celkové vsázky se předloží 20 až 50 % hmotn. z celkové vsázky křemičité suroviny s obsahem 90 až 100 % hmotn. oxidu křemičitého, 20 až 50 % hmotn. z celkové vsázky roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 30 až 50 % hmotn. NaOH, 0 až 20 % hmotn. z celkové vsázky vody a 2 až 50 % hmotn. z celkové vsázky vratného podílu roztoku křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny.
2. Způsob výroby roztoku křemičitanu sodného dle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že roztok křemičitanu sodného s obsahem nezreagované křemičité suroviny se zpracuje sedimentací a sediment se použije jako vratný podíl roztoku křemičitanu sodného.

1 výkres

Obrázek 1 : Technologické schéma výroby roztoku křemičitanu sodného



Konec dokumentu