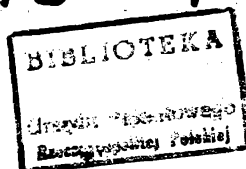


Opublikowano dnia 25 czerwca 1954 r.

URZĄD PATENTOWY



C016 33/14

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35857

Instytut Chemii Ogólnej

(Warszawa, Polska)

120,33/14
Rl. 12i, 38/03

Sposób wytwarzania drobnoporowatego żelu krzemionkowego

Udzielono patentu z mocą od dnia 31 stycznia 1952 r.

Jak wiadomo, żel krzemionkowy otrzymuje się zwykle przez zakwaszenie szkła wodnego mocnym kwasem, np. kwasem solnym, przy czym według patentu niemieckiego nr 544 868 zaleca się nadać galarecie podczas kurczenia się wartość P_H poniżej 6, najkorzystniej 2—4. Według zaś patentu niemieckiego nr 626 272 galarecie $Si(OH)_4$ przed ukończeniem kurczenia się zaleca się nadać wartość P_H poniżej 2. Według patentu Stanów Zjednoczonych Ameryki nr 1 900 859 hydrożel należy przemywać gorącą wodą, przy czym w celu otrzymania żelu drobnoporowatego należy stosować wodę o niższej temperaturze, w celu zaś otrzymania żelu o dużych porach — wodę o wyższej temperaturze.

Jak wykazały przeprowadzone próby wytwarzania żelu, zwłaszcza w ilościach znacznych, według wspomnianych powyżej patentów nie osiąga się wyników pożądaných.

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest prof. dr Feliks Polak w Krakowie.

Stwierdzono, że otrzymuje się bardzo chłonny drobnoporowaty żel krzemionkowy, jeśli stężenie szkła wodnego i kwasu solnego dobrać tak, aby po ich zmieszaniu zestalenie nastąpiło nie wcześniej niż po 6 godzinach i nie później niż po 70 godzinach. Czas, po jakim zestalenie następuje, zależy od stężenia szkła wodnego, stężenia kwasu solnego i ilości kwasu w stosunku do szkła. Okazało się korzystne tak dobrać stężenie szkła wodnego, aby po wprowadzeniu do kwasu zawartość SiO_2 w 100 ml cieczy wahała się w granicach od 7 do 10 g. Niższa zawartość SiO_2 nie jest korzystna, ponieważ przy suszeniu zużywa się dużo ciepła na odparowanie wody; przy bardziej stężonych roztworach w czasie dodawania szkła wodnego do kwasu może nastąpić wytrącenie się odrazu galaretowatej krzemionki. Kwasu dodaje się w małym nadmiarze w stosunku do ilości potrzebnej do zobojętnienia Na_2O , znajdującego się w szkłe wodnym. Ilość kwasu potrzebnego, aby zestalenie nastąpiło po upływie 6, a nie później niż po 70 godzinach, ustala się we

wstępnych próbach. Ponadto stwierdzono, że mieszaninę szkła wodnego i kwasu należy pod suszać w temperaturze poniżej 50 °C w warstwach o grubości 3,5—6 cm, przy czym okazało się, że im czas zestalania jest dłuższy, tym grubość warstwy może być większa, najkorzystniej jednak nie należy przekraczać powyżej podanych grubości warstw.

Po zestaleniu utworzony żel krzemionkowy przemywa się wodą, przy czym żel należy uprzednio zwilżyć wodą przez jej rozpylenie.

Przykład. 2650 ml szkła wodnego o zawartości 26,3 % SiO_2 i 7,3 % Na_2O i ciężarze właściwym 1,33 rozcieńcza się wodą do 5300 ml. Otrzymany roztwór wlewa się powoli, mieszając stale, do 6000 ml roztworu kwasu solnego, otrzymanego przez rozcieńczenie 1 części objętościowej HCl o ciężarze właściwym 1,192 siedmioma częściami objętościowymi wody. Otrzymaną mieszaninę wylewa się na blachy tak, aby grubość warstwy nie przekroczyła 4 cm. Czas zestalania wynosi 48 godzin.

Żel na blachach pod susza się, przepuszczając nad nim ciepłe powietrze w ten sposób, żeby temperatura masy suszonej wynosiła około 45 °C. Po zestaleniu i ochłodzeniu żel zwilża się wodą rozpyloną, a następnie przemywa wodą dopóty, aż próba na jon chlorowy da wynik ujemny. Po przemyciu żel suszy się początkowo w temperaturze 50 °C, a następnie w temperaturze 200 °C. W ten sposób otrzymuje się 1235 cm^3 żelu twardego o drobnych porach.

Zaletą opisanego zwilżenia wodą przez jej rozpylanie jest tworzenie się niewielkiej ilości pyłu, mianowicie ilość żelu rozdrobnionego, o wielkości ziarn przechodzących przez sito o wiel-

kości oczek 1 mm, nie przekracza wtedy 10 %; jeżeli podsuszony żel zestalony przemywa się wodą bez poprzedniego rozpylania wody, wytwarza się wówczas znacznie więcej silnie rozdrobnionego materiału, który nie nadaje się do praktycznego wykorzystania. 1 cm^3 żelu, otrzymywanego sposobem według wynalazku, pochłaniania w temperaturze pokojowej ze strumienia powietrza nasyconego w 75 % parą wodną, przepływającego z prędkością 1 l/min/ cm^2 przekroju przy grubości warstwy chłonej równej 4 cm, 105 mg pary wodnej, przy czym skuteczność pochłaniania pary wodnej wynosi co najmniej 99,5 %, to znaczy pozostaje nie więcej niż 0,5 % pary wodnej nie pochłoniętej.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania drobnoporowatego żelu krzemionkowego przez traktowanie szkła wodnego kwasem solnym, znamienny tym, że stężenie szkła wodnego i kwasu dobiera się na podstawie wstępnych prób tak, aby zestalanie żelu trwało co najmniej 6, a najwyżej 70 godzin, przy czym zestalanie to przeprowadza się w warstwach o grubości 3,5—6 cm, podsuszając masę w temperaturze poniżej 60 °C.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że otrzymywany hydrożel zwilża się wodą przez jej rozpylanie, a następnie przemywa wodą, po czym podsusza się w temperaturze 60 °C do zestalania i suszy ostatecznie w temperaturze wyższej.

Instytut Chemii Ogólnej

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych