

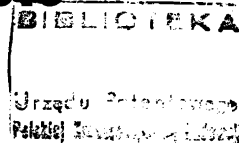
POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

48910



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Zgłoszono: 10. XII. 1962 (P 100 266)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 27. XI. 1964

Kl. ~~121, 38/01~~

121, 33/32

MKP C 01 b 3

UKD

Współtwórcy wynalazku: prof. dr Feliks Polak, doc. inż. Stefan Niementowski, dr inż. Jan Wilkosz

Właściciel patentu: Centralne Laboratorium Technologii Nafty, Kraków (Polska)

Sposób otrzymywania syntetycznych uwodnionych glinokrzemianów o właściwościach sit molekularnych

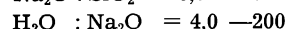
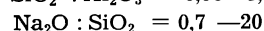
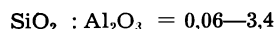
1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania syntetycznych uwodnionych glinokrzemianów, posiadających właściwości sit molekularnych, umożliwiające rozdzielanie cząsteczek o wymiarach do pięciu angstromów.

Znane dotychczas sposoby otrzymywania syntetycznych uwodnionych glinokrzemianów polegają na wprowadzeniu w reakcję w określonym stosunku glinianu sodowego lub wodorotlenku glinowego jako związków dostarczających Al_2O_3 , z kwasem krzemowym, szkłem wodnym lub z żelem krzemionkowym, które dostarczają SiO_2 , oraz z wodorotlenkiem sodowym. W zależności od stosunku $\text{SiO}_2 : \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{Na}_2\text{O} : \text{SiO}_2$ i $\text{H}_2\text{O} : \text{Na}_2\text{O}$ otrzymuje się uwodnione glinokrzemiany o różnych właściwościach sorbcyjnych.

Stwierdzono, że sam skład chemiczny uwodnionego glinokrzemianu nie warunkuje otrzymania produktu o pożądanych właściwościach sorbcyjnych. Istotne dla osiągnięcia zamierzonego celu jest jeszcze zachowanie w czasie reakcji określonych stężeń reagentów.

W celu otrzymania uwodnionego glinokrzemianu o wzorze $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ wykazującego dobre właściwości sorbcyjne przy zachowaniu stosunku



należy w takich warunkach poprowadzić reakcję,

2

ażby iloczyn stężeń liczony w molach reagujących składników na 100 g wody, wyrażony wzorem $(\text{Na}_2\text{O}) \cdot (\text{SiO}_2)^2 \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3)$ wynosił $1 \times 10^{-7} - 2,5 \times 10^{-4}$.

5 Stwierdzono ponad to, że dalszym warunkiem prawidłowego przebiegu procesu jest to, ażeby zawartość Al_2O_3 w reagującej mieszaninie nie przekraczała poza granice 1—15 g $\text{Al}_2\text{O}_3/100$ g roztworu.

10 Postępując sposobem według wynalazku do reakcji z kwasem krzemowym i wodorotlenkiem sodowym wprowadza się roztwór glinianu sodowego o stężeniu 25—50 g glinianu na 100 g roztworu, przy czym zawartość Na_2O wynosi 9—24 g/100 g roztworu.

Zachowując opisane warunki reakcji, otrzymuje się uwodnione glinokrzemiany o porach o średnicy nie większej niż 5 angstromów.

20 Przykład. Do 101,35 g roztworu koloidalnego spolimeryzowanego kwasu krzemowego zawierającego na 100 g roztworu 7,25 g SiO_2 wprowadza się przy intensywnym mieszaniu 0,5 g NaOH oraz 11,2 g roztworu wodnego glinianu sodowego o zawartości 27,3 g Al_2O_3 i 19,9 g Na_2O .

Ilość moli tlenków wprowadzonych do reakcji z poszczególnymi reagentami podana jest w poniższej tabeli.

30

Składniki mieszaniny reakcyjnej	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	SiO ₂	H ₂ O
	w molach/100 g wody			
101,35 g żelu kwasu krzemowego	—	—	0,123	5,222
0,5 g NaOH	0,006	—	—	0,006
11,2 g roztworu glinianu sodu	0,036	0,03	—	0,328
	0,042	0,03	0,123	5,556

Iloczyn stężeń obliczony w molach na 100 g wody wynosi: $(\text{Na}_2\text{O}) \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3) \cdot (\text{SiO}_2)^2 = 0,042 \cdot 0,03 \cdot 0,123^2 = 1,91 \cdot 10^{-5}$.

Mieszaninę tę ogrzewa się na łaźni wodnej przez czas około 50 godzin a potem odsącza i przemywa do pH poniżej 11, po czym suszy w temperaturze 105°C i aktywuje przez 3 godziny w temperaturze 350°C.

Otrzymany w ten sposób aktywowany glinokrzemian posiada dobre właściwości sorbcyjne gdyż chłonie 23,6% pary wodnej przy ciśnieniu p/ps = 0,05 i około 1,5% pary benzenu przy jej zawartości w powietrzu w ilości 15 mg/litr.

Przy sorbcji z mieszaniny alkoholu etylowego z benzenem zastosowano wzór Williamsa:

$$a = \frac{G}{m} \cdot \frac{g_0 - g}{100 - g}$$

w którym:

całkowita ilość zaabsorbowanej substancji w gramach na jeden gram suchego aktywowanego adsorbenta

G = masa mieszaniny alkoholu z benzenem użytej do sorbcji

m = masa adsorbenta aktywowanego

g_0 i g = ilość alkoholu kolejno przed i po adsorbcji, liczona w procentach wagowych. W tabeli podano wynik pomiarów,

z których wynika, że przy małych stężeniach alkoholu otrzymuje się po sorbcji prawie czysty benzen.

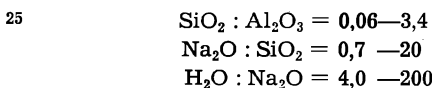
	G/m	g_0	g	a
5	1,81	3,39	0,24	0,057
	1,79	7,69	0,30	0,133
	1,78	11,42	2,42	0,164
	1,75	18,27	9,56	0,169

10 Przy sorbcji z mieszaniny n-heptanu z benzenem skład mieszaniny po sorbcji nie ulega zmianie, gdyż aktywowany glinokrzemian praktycznie biorąc nie chłonie benzenu ani n-heptanu.

15 Z tych pomiarów wynika, że pory mają średnicę nie większą niż cztery angstremy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania syntetycznych uwodnionych glinokrzemów o właściwościach sit molekularnych przez poddawanie reakcji glinianu sodowego, kwasu krzemowego i wodorotlenku sodowego, przy zachowaniu między reagentami stosunków:



znamienny tym, że reakcję prowadzi się przy takim stężeniu reagentów, ażeby iloczyn stężeń liczony w molach reagujących składników na 100 g wody, wyrażony wzorem $(\text{Na}_2\text{O}) \cdot (\text{SiO}_2)^2 \cdot (\text{Al}_2\text{O}_3)$ wynosił $1 \cdot 10^{-7} - 2,5 \cdot 10^{-4}$, przy czym stosuje się taki roztwór glinianu sodowego, w którym zawartość Al_2O_3 nie wykracza poza granice 1—15 g $\text{Al}_2\text{O}_3/100$ g wody.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że do reakcji wprowadza się roztwór glinianu sodowego o stężeniu 25—50 g glinianu na 100 g roztworu, przy czym zawartość Na_2O wynosi 9—24 g na 100 g roztworu.

