



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 2001479

(22) 13.11.2020

(46) Бюл. 170, 2021

(71)(73) Агенство ядерной и радиационной безопасности Национальной академии наук Таджикистана (TJ)

(72) Мирзоев Д.Х. (TJ); Мисратов Дж.А. (TJ); Каюмов А.М. (TJ); Давлатов Д.О. (TJ); Гафорзода С.М. (TJ); Джамолов Н.М. (TJ); Назаров К.М. (TJ); Азизов О.А. (TJ); Мирсаидов У.М. (TJ)

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЖИДКОГО СТЕКЛА ИЗ АЛЮМОСИЛИКАТНЫХ РУД**

(56) 1. Григорьев, П.Н. Растворимое стекло / П.Н. Григорьев, М.А. Матвеев. – М., 1956. – 443 с.

2. Патент РФ №2049060, дата подачи заявки 23.12.1992 г.

3. Авторское свидетельство СССР №1296509, 06.02.1985.

4. Авторское свидетельство СССР № 272273, С 01В 33/32, 1970.

5. Патент РФ №2285665, дата подачи заявки 20.10.2006 г.

6. Таук М.В., Николаева И.И. Способ получения жидкого стекла. Патент РФ RU 2480409 С1.

(57) Изобретение относится к получению жидкого стекла из алюмосиликатных руд, которое применяется в машиностроительной, химической, текстильной, бумажной и других отраслях промышленности.

Сущность изобретения заключается в том, что алюмосиликатное сырьё (нефелиновые сиениты, каолиновые глины, аргиллиты) измельчают до размера частиц 0,1 мм и проводят обжиг при температуре от 700 до 900 °С в течение 60 минут. Полученную шихту для удаления соединений алюминий и железа подвергают кислотному разложению в минеральных кислотах - HCl или H₂SO₄ при температуре 20-100°С в течение 60 минут. Затем пульпу фильтруют, и оставшийся осадок сушат при температуре 150-200°С. Кремнезёмный осадок после сушки смешивают с карбонатом натрия Na₂CO₃, помещают в печь и спекают при температуре 1000-1300°С и получают «стеклянную глыбу» состава: SiO₂ - 73-76%, Na₂O -20-23% или K₂O – 22-23%. Затем «стеклянную глыбу» растворяют в автоклаве в присутствии водяного пара при температуре 200°С и получают жидкое стекло.

Изобретение относится к получению жидкого стекла из алюмосиликатных руд, которое применяется в машиностроительной, химической, текстильной, бумажной и других отраслях промышленности.

Жидкое стекло успешно используется для изготовления силикатных красок, клеев, моющих и чистящих средств, в качестве защитного средства при обрезке и ранении деревьев. Жидкое стекло также применяется в мыловаренной, жировой, химической, машиностроительной, текстильной, бумажной промышленности, в том числе для производства картонной тары. В чёрной металлургии – как связующий материал для изготовления форм и стержней. В литейном производстве в качестве флотационного реагента, при обогащении полезных ископаемых и других целей.

При изготовлении жаростойких бетонов применяется натриевое жидкое стекло. Отношение количества молекул кремнезёма к количеству молекул оксида натрия называется модулем жидкого стекла, который для жаростойкого бетона должен находиться в пределах 2,4-3,0. Чем меньше модуль, тем больше в стекле оксида натрия и, следовательно, тем ниже огнеупорные свойства бетона.

Ниже приводим краткие характеристики способов получения жидкого стекла. Особое значение для получения жидкого стекла имеет силикатный модуль, который колеблется от 2,6 до 3,6.

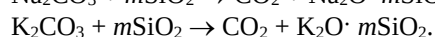
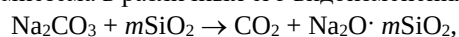
Способы производства растворимого стекла подразделяются на сухие и мокрые. Сухие способы основаны на получении расплавов щелочных силикатов при высокой температуре с последующим их охлаждением до стеклообразного состояния и растворением.

При мокрых способах различные формы кремнезёма растворяются в едких щелочах с непосредственным получением растворов щелочных силикатов (жидкое стекло) без предварительной варки стекловидных щелочных силикатов (глыбы, гранулы) [1].

К сухим способам производства жидкого стекла относятся карбонатный, сульфатный, карбонатно-сульфатный, бисульфатный, нитратный, щелочной и сульфидный способы.

К мокрым способам относятся щелочной, электролитический, сульфидный, карбидный, а также способ получения из кремния и силицидов. Кроме того существуют несколько прочих способов получения растворимого стекла, такие как: хлоридный (способ возгонки) и кремнефторидный.

Известен карбонатный способ получения жидкого стекла [1]. Данный способ является наиболее старым, теоретически и практически хорошо изученным и имеющим наибольшее применение в промышленности. Основан такой способ на взаимодействии при высоких температурах щелочных карбонатов Na_2CO_3 и K_2CO_3 и кремнезёма в различных его видоизменениях.



Известен способ получения жидкого стекла, при взаимодействии предварительно измельченного или фракционированного кварцевого песка с раствором гидроксида натрия при температуре 100-250°C под давлением в автоклавах и продолжительности процесса от 1 до 12 часов [2].

Недостатком данного способа являются необходимость предварительного размола кварцевого песка, высокая энергоёмкость процесса за счёт высокой температуры и длительности процесса варки жидкого стекла, необходимость использования автоклавного оборудования, что усложняет процесс, а также необходимость нахождения месторождений кварца высокой чистоты, запасы которого не бесконечны.

Известен способ получения жидкого стекла путём растворения в щелочах природного кремнезёмсодержащего сырья, содержащего аморфный кремнезём [3]. Способ включает обработку алюмосиликатного материала водным раствором щелочи, в качестве алюмосиликатного материала используют смесь перлита и диатомита, которую предварительно обрабатывают минеральной кислотой, затем отделяют кремнезёмсодержащий осадок и подвергают его порционно-ступенчатой обработке щелочью при соотношении жидкой и твердой фаз (2,5-5):1 и температуре 70-100°C.

Недостатками известного способа являются длительность варки стекла, сложность аппаратного оформления процесса за счёт многократной порционно-ступенчатой обработки смеси перлита и диатомита щелочью.

Известен способ получения жидкого стекла, заключающийся в сплавлении щелочесодержащих компонентов (кальцинированная сода, поташ, сульфат натрия) и молотого кварцевого песка в силикат-глыбу при 1300-1400°C и дальнейшем его растворением в автоклавах при 150-175°C и 0,4-0,8 Мпа в течение 4-6 ч [4].

Недостатком этого способа является трудоёмкость процесса, необходимость сложного технологического оборудования и большого расхода энергии.

Известен способ получения жидкого стекла [5], включающий смешивание кремнезёмсодержащего вещества и гидроксида натрия, гидротермальную обработку полученной суспензии, отделение непрореагировавшего остатка, концентрирование жидкого стекла, в качестве кремнезёмсодержащего вещества используют остаток после выщелачивания природного сырья минеральной кислотой, в частности, аморфный диоксид кремния, образующийся при выщелачивании серпентинита соляной кислотой. Гидротермальную обработку суспензии аморфного диоксида кремния в растворе гидроксида натрия с концентрацией 100-150 г/дм³ осуществляют при температуре 90-95°C, атмосферном давлении в течение 0,25-1,0 часа. Для получения жидкого стекла используют сухой аморфный диоксид кремния, содержащий 84,4% SiO_2 , остальные примеси соединений Mg, Ca, Fe, Al, Cl⁻.

Основным недостатком известного способа является проведение гидротермальной обработки суспензии кремнезёма в растворе щелочи при температуре 90-95°C вследствие недостаточной высокой активности диоксида кремния.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности является способ получения жидкого стекла [6], включающий смешивание кремнезёмсодержащего вещества, полученного при кислотном выщелачивании природного минерального сырья, и раствора гидроксида натрия, гидротермальную обработку суспензии, отделение непрореагировавшего остатка, концентрирование раствора жидкого стекла. В качестве кремнезёмсодержащего вещества при осуществлении данного способа используют промытый кремнезёмный осадок, содержащий не менее 70% аморфного кремнезёма в сухом веществе, образующийся при разложении нефелинового концентрата азотной кислотой, который смешивают с раствором гидроксида натрия с концентрацией 5-45%, гидротермальную обработку полученной суспензии проводят при температуре 40-80°C, непрореагировавший минеральный остаток после отделения промывают водой с возвратом промывной воды в процесс.

Недостатком этого способа является сложный технологический процесс и большого расхода энергии.

Целью изобретения является получение жидкого стекла высокого качества из местных сырьевых алюмосиликатных руд (нефелиновых сиенитов, каолиновых глин, аргиллитов и др.) при непосредственном взаимодействии руды с содой (Na_2CO_3) при температуре 1000-1300°C, предварительно удаляя из сырья соединения алюминия и железа (которые используются, как коагулянты для очистки вод).

Сущность изобретения заключается в том, что алюмосиликатное сырьё (нефелиновые сиениты, каолиновые глины, аргиллиты) измельчают до размера частиц 0,1 мм и проводят обжиг при температуре от 700 до 900 °C в течение 60 минут. Полученную шихту для удаления соединений алюминий и железа подвергают кислотному разложению в минеральных кислотах - HCl или H_2SO_4 при температуре 20-100°C в течение 60 минут.

Формула изобретения

1. Способ получения жидкого стекла, включающий смешивание кремнезёмсодержащего вещества, полученного при кислотном разложении природного минерального сырья, и щелочных соединений, **отличающийся тем, что** алюмосиликатное сырьё измельчают до размера частиц 0,1 мм и проводят обжиг при температуре от 700 до 900°C в течение 60 минут, полученную шихту для удаления соединений алюминий и железа подвергают кислотному разложению в минеральных кислотах - HCl или H_2SO_4 при температуре 20-100°C в течение 60 минут, затем пульпу фильтруют и оставшийся осадок сушат при температуре 150-200°C,

Затем пульпу фильтруют, и оставшийся осадок сушат при температуре 150-200°C. Кремнезёмный осадок, образующийся при разложении алюмосиликатов минеральными кислотами, содержит аморфный кремнезём, массовая доля которого в сухом веществе кремнезёмного осадка составляет не менее 70%, и минералы, нерастворимые в минеральных кислотах.

Кремнезёмный осадок является полидисперсным продуктом, состоит из тонкодисперсных частиц аморфного кремнезёма, размер которых не превышает 70 мкм, и более грубодисперсных частиц минералов, размер которых может достигать 300 мкм. Кремнезёмный осадок после сушки смешивают с карбонатом натрия Na_2CO_3 , помещая в печи и спекают при температуре 1000-1300°C и получают «стеклянную глыбу» состава: SiO_2 - 73-76%, Na_2O - 20-23 %, или K_2O - 22-23 %. Затем «стеклянную глыбу» растворяют в автоклаве в присутствии водяного пара при температуре 200°C и получают жидкое стекло.

Содержание оксидов калия и кальция в руде улучшает качество получаемого жидкого стекла.

Технологическая схема получения жидкого стекла приведена на Фиг. 1

Пример 1

200 г нефелинового сиенита обжигают при температуре 700-900°C, обрабатывают серной кислотой (106 мл) для удаления соединений железа и алюминия. Осадок с содержанием SiO_2 (107 г), Na_2O (12 г), K_2O (14,3 г) смешивают с Na_2CO_3 . Нагревают в печи до 1000-1300°C. Получают «стеклянную глыбу» состава: SiO_2 - 74%, Na_2O - 22%, или K_2O - 23%.

Стеклянную глыбу растворяют в автоклаве в присутствии водяного пара (200°C), получая жидкое стекло.

Пример 2

200 г аргиллита обжигают при температуре 700-900°C, обрабатывают серной кислотой (194 мл) для удаления соединений железа и алюминия. Осадок с содержанием SiO_2 (85,72 г), Na_2O (0,2 г), K_2O (5,9 г) смешивают с Na_2CO_3 . Нагревают в печи до 1000-1300°C. Получают «стеклянную глыбу» состава: SiO_2 - 75%, Na_2O - 23%, или K_2O - 22%.

Стеклянную глыбу растворяют в автоклаве в присутствии водяного пара (200°C), получая жидкое стекло.

кремнезёмный осадок после сушки смешивают с карбонатом натрия, помещают в печь и спекают при температуре 1000-1300°C и получают «стеклянную глыбу» состава: SiO_2 - 73-76%, Na_2O - 20-23 % или K_2O - 22-23%, затем «стеклянную глыбу» растворяют в автоклаве в присутствии водяного пара при температуре 200°C и получают жидкое стекло.

2. Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** в качестве алюмосиликатного сырья используют каолиновые глины.

3. Способ по пункту 1, **отличающийся тем, что** в качестве алюмосиликатного сырья используют минерал аргиллита.

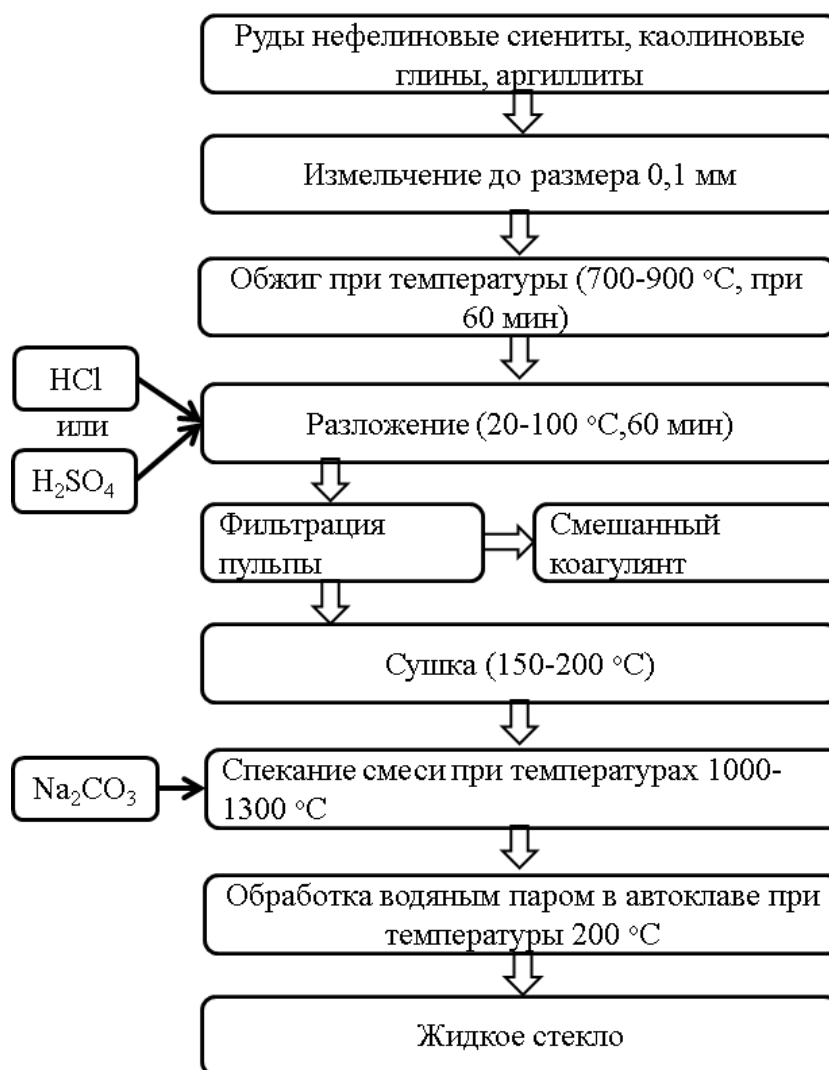


Рис. 1

Компьютерный набор: Ризоева С.Р.