

Винахід належить до способів одержання осажденного кремнеземного наповнювача і може знайти застосування в хімічній промисловості у виробництві кремнеземних наповнювачів.

Відомо спосіб одержання осажденного кремнеземного наповнювача, коли, наприклад, спочатку до розведеного розчину силікату натрію протягом 21 хвилини додають розчин сірчаної кислоти, потім додають ще сірчаної кислоти до досягнення рН суміші до 7,5, після чого додають концентрований розчин силікату натрію та сірчаної кислоти протягом 30 хвилин, фільтрують суспензію, промивають і сушать осад. /Див., наприклад, з. ФРН № 3014007, МПК C09C 1/30, оп. 1980/.

Важкою відомого способу є складна технологія через застосування двох розчинів силікату натрію різних концентрацій.

За прототип обрано спосіб одержання осажденного кремнеземного наповнювача шляхом осадження з розчину силікату натрію концентрацією 20 - 150г/л двоокису кремнію сильною мінеральною кислотою, який здійснюється з перемінною швидкістю і не менш ніж у дві стадії з подальшою фільтрацією суспензії, промиванням і сушінням осаду /Див., наприклад, пат. США № 4251281. МПК C01B 33/18 оп. 1981/.

Широкі межі варіювання концентрації розчину силікату натрію /20 - 150г/л призводять до одержання продукту з великим інтервалом питомої поверхні за методом БЕТ, який дорівнює 80 - 320м²/г. Це є важкою відомого способу, оскільки застосування такого продукту, наприклад, як посилюючого наповнювача полімерів, потребує істотного коректування компонентів полімерів у процесі їх виготовлення.

В основу винаходу покладено задачу створити спосіб одержання осажденного кремнеземного наповнювача, який дає змогу, з одного боку, спростити технологію, а з іншого - одержати наповнювач з певною активністю часток з питомою поверхнею, яка характеризується в межах 160 - 190м²/г.

Поставлене завдання вирішується тим, що у способі одержання осажденного кремнеземного наповнювача, що пропонується, шляхом його осадження з розчину силікату натрію мінеральною кислотою, який здійснюється у дві стадії з подальшою фільтрацією суспензії, промиванням та сушінням осаду кремнезему, згідно з винаходом, на першій стадії осадження кислоту додають до досягнення 39 - 48% порогу коагуляції, в ус другій стадії - до 78 - 89% порогу коагуляції.

Спосіб одержання осажденного кремнеземного наповнювача, що пропонується, відрізняється від прототипу тіш, ще:

на першій стадії осадження кислоту додають до досягнення 39 - 48% порогу коагуляції;

на другій стадії - до 78 - 89% порогу коагуляції.

Виходиш з описаного рівня техніки впливає, що вказані різниці є новими.

Як показали дослідження, проведені авторами, можливе гелеутворення у процесі осадження двоокису кремнію з розчину силікату натрію призводить до одержання продукту, подібного до сілікагелю, з жорсткою структурою часток з високою питомою поверхнею, які погано розподіляються в полімері у процесі змішування. Наші встановлено, що, аби уникнути цього, слід здійснювати осадження в умовах, які виключають гелеутворення. Частина луку Na₂O у розчині силікату натрію, яка умовно називається вільною, сприяє стабілізації розчину, перешкоджаючи переходу колоїдного розчину в гель. Кількість цього стабілізуючого луку у розчині є порогом коагуляції. Поступова, у дві стадії, нейтралізація луку у розчині силікату натрію з урахуванням порогу коагуляції призводить до одержання продукту з стабільною структурою часток, що характеризується заданими межами питомої поверхні.

Спосіб здійснюють таким чином.

В реактор з мітелкою заливають розчин силікату натрію. Нагрівають розчин і при перемішуванні приливають концентровану сірчану кислоту до досягнення порогу коагуляції 39 - 48%. Після цього припиняють подачу кислоти на 10 хвилин, протягом яких вміст реактора перемішують. Потім знову додають сірчану кислоту до досягнення порогу коагуляції 78 - 89%. Після 20-хвилинної зупинки при перемішуванні реакційну масу підкислюють до рН2,5 - 3,0. Протягом усього процесу осадження підтримують температуру 85°C.

Одержану суспензію осаженного двоокису кремнію фільтрують, осад на фільтрі промивають водою, висушують і подрібнюють.

Спосіб пояснюється такими прикладами.

Приклад 1. В реактор з мішалкою, що обігрівається, заливають 2,5л розчину силікату натрію щільністю 1,075г/см³ /масова частка Na₂O - 2,44 % SiO₂ - 6,3%/ . Нагрівають до 85°C і при перемішуванні приливають концентровану сірчану кислоту до досягнення порогу коагуляції розчину, який дорівнює 39% /1-ша стадія осадження/. Після цього припиняють подачу кислоти на 10 хвилин, протягом яких вміст реактора перемішують. Потім знову додають сірчану кислоту до досягнення порогу коагуляції 78% /2-га стадія осадження/. Після 20-хвилинної зупинки, при перемішуванні реакційну масу підкислюють до показника рН2,5 - 3,0. Протягом цього процесу осадження підтримується температура 85°C, Одержану суспензію осаженного двоокису кремнію фільтрують, осад на фільтрі промивають водою, висушують і подрібнюють. Готовий продукт має питому поверхню /за методом БЕТ/ 190м²/г, насипну щільність 245г/л, показник рН - 6,0.

Приклад 2. Початковий розчин силікату натрію щільністю 1,085г/л /вміст Na₂O - 2,24% SiO₂ - 6,45%/ . Температура у процесі осадження підтримується такою, яка дорівнює 80°C. На першій стадії осадження сірчана кислота додається до досягнення порогу коагуляції 48%, на другій стадії - 89%, Тривалість переливів у подачі кислоти і подальша обробка суспензії осаженного двоокису кремнію є аналогічними прикладу 1. Готовий продукт має питому поверхню 160м²/г, насипну щільність 200г/л, показник рН - 7,5.

Дані за іншими прикладами наведено у таблиці.

Таблиця

№ прикладу	Концентрація розчину силікату натрію, температура осадження	Поріг коагуляції		Показники якості готового продукту		
		1-ша стадія	2-га стадія	Питома пов-ня, м ² /г	Насипна щільність г/л	Показник рН

3	За прикладом 1	44	83	172	233	7,2
4	За прикладом 2	42	87	166	208	7,1
5	За прикладом 1	36	75	153	216	6,8
6	За прикладом 2	54	93	203	232	6,6
7	За прикладом 1	35	80	150	223	6,7
8	За прикладом 2	40	73	145	210	7,3

Як видно з наведених у таблиці прикладів, додержання умов осадження двоокису кремнію при значеннях порогу коагуляції на першій стадії в межах 39 - 48%, а на другій стадії в межах 78 - 89% дає змогу одержати продукт з стабільною питомою поверхнею, яка дорівнює 160 - 190м²/г.

Якщо на першій стадії поріг коагуляції є меншим 39%, питома поверхня готового продукту - менше 160м²/г, що недостатньо для активного наповнювача.

При перевищенні порогу коагуляції на першій стадії більше 48%, питома поверхня готового продукту є більшою – 190м²/г, /що утруднює його рівномірний розподіл в полімерах у процесі змішування/.

Якщо на другій стадії поріг коагуляції є меншим 78%, то одержуваний продукт має також низьку питому поверхню.

Якщо на другій стадії поріг коагуляції перевищує 89%, то продукт має високу питому поверхню.

Техніко-економічні переваги способу, що заявляється, у порівнянні зі способом-прототипом полягають в одержанні наповнювача з заданою питомою поверхнею у межах 160 - 190м²/г при спрощеній технології.