

ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

УДК 620.168.34:66.067

ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА ФИЛЬТРАЦИИ И ОЧИСТКИ  
 РАСТВОРОВ ДЕВЯТИВОДНОГО МЕТАСИЛИКАТА НАТРИЯ  
 С ПРИМЕНЕНИЕМ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ ФИЛЬТРУЮЩИХ  
 МАТЕРИАЛОВ И ОСАДИТЕЛЕЙ

М. С. МОВСЕСЯН

Институт общей и неорганической химии АН Армянской ССР, Ереван

Поступило 13 V 1977

Исследован процесс контрольной фильтрации растворов девятиводного метасиликата натрия (ДМН) для производства ереванитов. Показано, что при применении пресс-фильтров примеси быстро забивают поры фильтрующей перегородки и резко снижают производительность фильтра.

Для интенсификации процесса фильтрации и очистки растворов ДМН от примесей тяжелых металлов предложено применять вспомогательные фильтрующие материалы и осадители. При этом повышаются производительность фильтра, срок их службы и степень чистоты.

Схема фильтрация растворов через песочные фильтры внедрена на опытном заводе института и дает хорошие результаты.

Рис. 3, табл. 2, библиограф. ссылки 5.

Ереваниты являются комплексным сырьем для производства различных по составу и назначению стекол [1]. В производстве ереванитов при комплексной переработке нефелиновых сиенитов важным фактором является процесс контрольной фильтрации растворов ДМН, при котором удаляется значительная часть примесей, и этим улучшается степень чистоты полученных ереванитов.

Эти примеси в виде силикатов щелочных и щелочноземельных металлов попадают в ДМН при фильтрации автоклавной пульпы нефелиновых сиенитов. Не исключено также некоторое растворение минералов породы при автоклавной щелочной переработке при высоких температурах, которые, реагируя с  $\text{SiO}_2$  ионом, могут образовать простые и сложные силикаты в нерастворимом мелкодисперсном состоянии. Для удаления посторонних примесей из ДМН требуется применять особые методы. При контрольной фильтрации растворов ДМН с применением пресс-фильтров примеси быстро забивают поры фильтрующей перегородки (диагональ) и резко снижают производительность фильтра.

Лабораторные исследования показали, что частицы этих примесей при  $t=70^\circ$  в течение 50—55 мин. подвергаются ассоциации (укрупнению) и приблизительно в течение 70—80 мин. достигают своего максимума по величине и постепенно осаждаются в виде хлопьев. Процесс осаждения до полного осветления длится 1,5—2 суток. На опытном заводе института проводились полупромышленные опыты по контрольной фильтрации через рамный пресс-фильтр из нержавеющей стали (размер рам  $315 \times 315$  мм) с общей фильтрующей поверхностью  $1,19$  м<sup>2</sup>. В качестве фильтрующей перегородки использовали плотную хлопчатобумажную диагональ.

Растворы подавались на фильтрацию сразу же после их приготовления и после 2-дневной выдержки (с уд. весом  $1,22 \div 1,23$ , концентрацией  $\text{Na}_2\text{O}$  общ. =  $130$  г/л,  $\text{SiO}_2 = 125$  г/л при  $70^\circ$ ). Данные этих опытов представлены на рис. 1. Из кр. 2 видно, что изменение производительности фильтра во времени незначительно, и наклон кривой к оси абсцисс невелик, тогда как фильтрация указанных растворов без отстаивания идет с резким уменьшением производительности. Кр. 1 приближается к оси абсцисс уже после 20—30 мин. фильтрации, а производительность снижается от  $3,5$  до  $0,032$  м<sup>3</sup>/м<sup>2</sup>·час

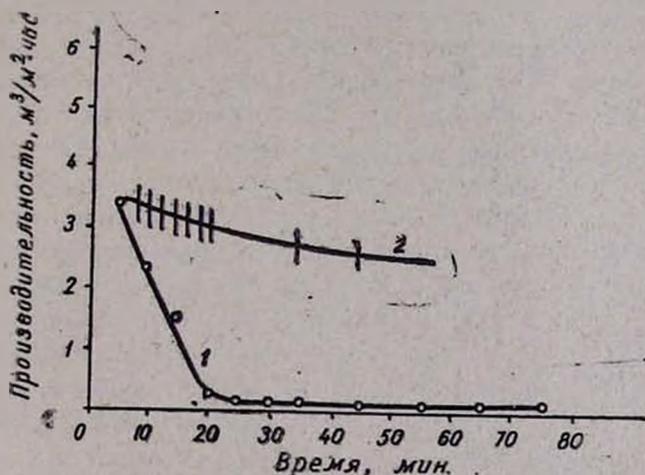


Рис. 1. Зависимость производительности рамного пресс-фильтра от времени: 1 — фильтрация растворов без отстаивания, 2 — фильтрация растворов с 2-дневным отстоем.

Исследования показали, что количество примесей в ДМН составляет  $0,06$ — $0,1\%$  в пересчете на  $100\%$  сухой метасиликат натрия.

Таблица 1

Химический анализ осадка, %

$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{R}_2\text{O}$	ппп + влага	Нерастворимый осадок при сплавлении
50,55	6,89	3,36	12,34	8,61	16,90	2,08

Как видно из табл. 1, примеси, содержащиеся в ДМН, являются в основном силикатами алюминия, железа, кальция, спектральный анализ которых показал, что, кроме указанных элементов, в нем присутствуют Mn — 0,03, Cr — 0,01 — 0,03, Ti — 0,1, Cu — 0,001, V — меньше 0,01%.

Нами были проведены лабораторные опыты по ускорению процесса осаждения примесей путем добавления в раствор ДМН осадителя—тонкодисперсного в агатовой ступке карбонизированного метасиликата кальция, окиси и карбоната кальция и осажденного мела.

Известно, что после растворения ДМН в растворе образуются чрезвычайно мелкие зародышевые кристаллы с размерами, характерными для коллоидных систем. Такие частицы долго не осаждаются.

Процесс укрупнения первичных частиц может протекать двумя путями. При этом получаются либо кристаллические, либо аморфные осадки. При образовании кристаллических осадков прибавление каждой порции осадителя не сразу вызывает образование зародышевых кристаллов и осаждаемое вещество некоторое время остается в пересыщенном растворе. Если прибавление каждой порции осадителя в раствор вызывает быстрое образование значительного количества мелких зародышевых кристаллов, которые, соединяясь в более крупные агрегаты, оседают на дно сосуда, то в таких случаях осадок получается аморфным в виде хлопьев. Последние имеют большую общую поверхность и поэтому могут адсорбировать различные посторонние примеси из раствора в осадок. Особенно легко образуют аморфные осадки малорастворимые вещества—силикаты алюминия, железа, кальция и т. п. Благодаря весьма малой их растворимости прибавление даже небольших количеств осадителя вызывает быстрое образование большого количества зародышей, которые ассоциируют мелкие инородные частицы, укрупняются и быстро осаждаются. Такими свойствами обладают тонкодисперсный карбонизированный метасиликат кальция (КМК), добавление которого в раствор вызывает укрупнение мелких аморфных частиц тонкодисперсного (в виде мути) осадка и ускоряет их осаждение.

Как следует из кривой рис. 2, скорость ассоциации частиц примесей повышается с увеличением количества добавляемого КМК. Если при добавлении 0,2 г КМК к 1 л раствора процесс ассоциирования частиц примесей осуществляется в течение 75 мин., то при добавлении 0,4—0,5 г указанное время сокращается до 25 мин. Дальнейшее увеличение количества осадителя приводит к незначительному сокращению экспозиции. Аналогичные данные получены при добавлении окиси кальция. Однако в этом случае процесс фильтрации протекает очень медленно, что объясняется, по-видимому, модификацией аморфного характера полученного силиката кальция.

Изучен также характер отстоя ассоциированных частиц [2—4]. Установлено, что они уплотняются за 15 мин. при скорости отстоя

0,6—0,8 м/час. Но такая скорость довольно низка, что приводит к усложнению технологического процесса.

Опыты показали, что несмотря на то, что скорости ассоциации и отстаивания частиц примесей намного возрастают по отношению к растворам без добавления КМК, часть хлопьев после их осаждения плавает в растворе и для полного их отстоя требуется 1,5—2 суток.

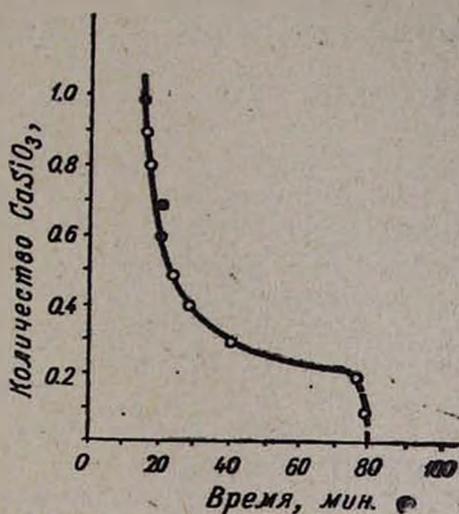


Рис. 2. Зависимость времени укрупнения частиц примесей в растворе ДМН от количества добавляемого КМК.

Для полного улавливания и удаления указанных частиц примесей из растворов ДМН и увеличения производительности фильтров можно применять вспомогательные фильтрующие материалы. Хороший вспомогательный фильтрующий материал должен образовать на фильтре очень пористый осадок. Частицы кварцевого песка, диатомита и вспученного перлита имеют шарообразную форму, что препятствует плотному прилеганию их друг к другу [5]. Слой вспомогательно фильтрующего материала на фильтре образует поры (свободное пространство), которые составляют 85—90% общего объема. Это не только позволяет вести фильтрацию с большой первоначальной скоростью, но и обеспечивает пространство для улавливания фильтрующихся твердых веществ, сохраняя одновременно большую часть каналов открытыми для протекания жидкости. Последнее имеет важное значение для фильтрации растворов ДМН, что увеличивает производительность фильтра, продлевает срок фильтрации и обеспечивает необходимую чистоту фильтрата. В качестве вспомогательного фильтрующего материала нами выбран кварцевый песок ввиду того, что он не загрязняет растворы различными примесями.

Проводились работы по определению оптимального количества намывного слоя при фильтрации. Опыты показали, что слой кварцево-

го песка высотой 6—7 см обеспечивает нормальную технологическую скорость фильтрации и требуемую степень чистоты.

Для сравнения в лабораторных условиях была проведена фильтрация указанных растворов через слой кварцевого песка (высота 6—7 см) и плотную фильтрующую бумагу (синяя лента). При проведении опытов использовались дистиллированная и питьевая вода. Были проведены анализы фильтрата и очищенного ДМН. В фильтрате определены железо (с помощью прибора ФЭК-56) и кальция (пламенно-фотометрически).

Полученные осадки ДМН были подвергнуты спектральному анализу.

Опыты показали, что количество железа от 0,01% в исходном ДМН после его очистки понижается до 0,003 и Al — от 0,02 до 0,001—0,003%, т. е. ~в 10 раз. При применении дистиллированной и питьевой воды в фильтрации через слой кварцевого песка и плотную фильтрующую бумагу содержание железа в ДМН не меняется. Однако при увеличении количества добавляемого метасиликата кальция в фильтрате ДМН содержание железа увеличивается от 0,0081—0,0088 до 0,0099—0,012%.

Проведенные опыты показали, что на производстве песчаные фильтры могут дать хорошие результаты.

На основе лабораторных опытов были проведены полупромышленные испытания песчаных фильтров на опытном заводе института путем применения кварцевого песка, заранее обработанного 5—10% раствором HCl.

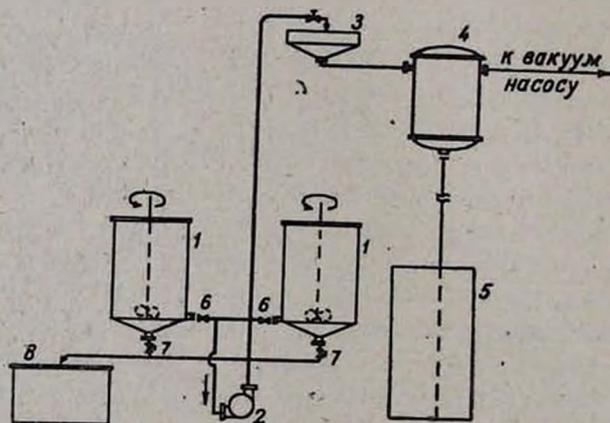


Рис. 3. Схема полупромышленной установки фильтрации растворов ДМН через кварцевый песочный фильтр.

Согласно схеме (рис. 3), два реактора (1) емкостью по 3 м<sup>3</sup> имеют конические днища, в нижней части которых установлены отводные штуцера с кранами (7) для отвода осадков нежелательных примесей в отстойник (8). В нижней цилиндрической части реактора (1) ус-

тановлены штуцера с кранами (6) для подачи раствора ДМН центробежным насосом (2) на фильтр (3).

В реакторах (1) готовится раствор  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  с концентрацией 600 г/л и подогревается до 70°. Затем добавляется КМК в количестве 0,4 г/л раствора. После добавления КМК раствор в течение 15—20 мин. перемешивается. Прекращение перемешивания дает возможность укрупнения и осаждения частиц в конической части реактора, откуда и отводятся в отстойник (8). В период фильтрации раствора одного реактора к фильтрации подготавливается второй реактор, обеспечивающий непрерывность процесса. Данные по фильтрации приведены в табл. 2.

Таблица 2

Время зам., мин	Объем фильтрата, л	Производительность фильтра, м <sup>3</sup> /м <sup>2</sup> ·час	Примечание
0	—	—	Общая продолжительность фильтрации — 9 час
20	281,0	8,47	
40	204,8	6,14	Поверхность фильтра 0,1 м <sup>2</sup>
60	166,4	4,99	
80	140,8	4,22	Толщина слоя песка 6—7 см
100	115,2	3,45	
120	115,2	3,45	Температура раствора в процессе фильтрации 70°, вакуум 0,7 атм
140	115,2	3,45	
160	102,4	3,07	
180	102,4	3,07	
200	89,6	2,69	
220	89,6	2,69	
240	89,6	2,69	
260	83,2	2,49	
280	83,2	2,49	
300	83,2	2,49	
320	83,2	2,49	
340	76,8	2,30	
360	76,8	2,30	
380	76,8	2,30	
400	76,8	2,30	
420	70,4	2,21	

В течение 9-часовой фильтрации производительность фильтра уменьшается с 6 до 2 м<sup>3</sup>/час·м<sup>2</sup> тогда как при фильтрации через пресс-фильтр без добавки осадителя через 12—15 мин. производительность от 3 доходит до 0,6—0,5 м<sup>3</sup>/час·м<sup>2</sup>. Кроме того, недостатком пресс-фильтров является и то, что при фильтрации растворов под давлением 1,5—2,5 атм изгибается диагональ, расширяются проходы; мелкие частицы, переходя в фильтрат, загрязняют раствор. По этой схеме на опытном заводе отфильтрованы сотни кубических метров растворов и из них получены ереваниты.

Таким образом, применением вспомогательных фильтрующих материалов и осадителей ускоряется процесс отстаивания примесей,

продлевается срок службы фильтра на 1—3 суток, повышается степень чистоты выработанных ереванитов.

**ՖԻԼՏՐՄԱՆ ՊՐՈՑԵՍԻ ԻՆՏԵՆՍԻՖԻԿԱՑՈՒՄԸ ԵՎ ԻՆՔ ՋՐԱՆՈՑ  
ՆԱՏՐՈՒՄԻ ՄԵՏԱՍԻԼԻԿԱՏԻ ԼՈՒԾՈՒՅԹՆԵՐԻ ՄԱՔՐՈՒՄԸ ՕՃԱՆԴԱԿ  
ՖԻԼՏՐՈՂ ՆՅՈՒԹԵՐԻ ԵՎ ՆՍՏԵՑՈՒՑԻՉՆԵՐԻ ՕԳՆՈՒԹՅԱՄԲ**

Մ. Ս. ՄՈՎՍԵՍՅԱՆ

Ուսումնասիրված է ինը շրանոց նատրիումի մետասիլիկատի լուծույթների կոնտրոլ ֆիլտրման պրոցեսը երևանիտների արտադրության համար: Ցույց է տրված, որ ինը շրանոց մետասիլիկատի կոնտրոլ ֆիլտրման ժամանակ, օգտագործելով մամլիչ-ֆիլտրեր, շատ արագ փակվում են ֆիլտրող միջնորմի անցքերը և խիստ ընկնում է ֆիլտրի արտադրողականությունը:

Ֆիլտրման պրոցեսի ինտենսիֆիկացման և ինը շրանոց նատրիումի մետասիլիկատի լուծույթների ծանր մետաղների խառնուրդներից մաքրման համար առաջարկված է օգտագործել օժանդակ ֆիլտրող և նստեցնող նյութեր: Դրանով բարձրացվում է ֆիլտրի արտադրողականությունը, երկարացվում նրա ծառայության ժամկետը և աճում նյութի մաքրության աստիճանը:

Ավագի ֆիլտրներով լուծույթների ֆիլտրման սխեման ներդրված է ինստիտուտի փորձնական գործարանում և տալիս է լավ արդյունք:

**INTENSIFICATION OF THE FILTRATION PROCESS AND  
PURIFICATION OF SODIUM METASILICATE SOLUTIONS  
CONTAINING NINE MOLECULES OF WATER USING AUXILIARY  
FILTERING MATERIALS AND PRECIPITANTS**

M. S. MOVSESIAN

The control filtration process of sodium metasilicate solutions containing nine molecules of water for the production of erevanites was investigated. It was shown that on using press filters in this process the pores of the filtering partition are quickly closed and the filter efficiency is reduced abruptly. Auxiliary filtering materials and precipitants were suggested for the intensification of the filtration process and purification of sodium metasilicate solutions containing nine molecules of water from admixtures. This raised the filter efficiency, prolonged the service period and increased the degree of purity.

The filtration scheme of solutions using sand filters is already functioning at the experimental plant of our Institute.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. М. Г. Манвелян, Тр. Всесоюзн. совещания по химии и технологии глинозема, Изд. РНТИ СНХ Арм.ССР, Ереван, 1964, стр. 30.
2. Руководство к практическим занятиям в лаборатории по процессам и аппаратам химической технологии, под ред. П. Г. Романкова, Изд. «Химия», М.—Л., 1964, стр. 97.
3. А. М. Плановский, Р. М. Рамм, С. Э. Коган, Процессы и аппараты химической технологии, Изд. «Химия», М., 1966, стр. 243.
4. К. Ф. Павлов, П. Г. Романков, А. А. Москов, Примеры и задачи по курсу процессов и аппаратов в химической технологии, Госхимиздат, Л., 1959, стр. 91.
5. P. W. Leppla, *Industrial and Engineering Chemistry*, 54, 40 (1962).