

Wprowadzenie

Krzemiany, to sole słabego kwasu krzemowego i zasady. W skali przemysłowej produkowane są głównie krzemiany sodu i potasu. Do ich otrzymywania stosuje się dwie metody: klasyczną i bezpośrednią. Metoda klasyczna polega na wytwarzaniu tzw. szkliwa sodowego lub potasowego, poprzez stapianie w wysokich temperaturach piasku kwarcowego i węgla sodu lub potasu. Dobierając odpowiednio stosunek reagentów, można sterować składem stałego krzemianu. Ze szkliwa, po rozpuszczeniu w wodzie w temperaturze powyżej 150°C i korekcie modułu, uzyskuje się wodne roztwory krzemianów, tzw. szkło wodne sodowe o określonym stosunku molowym $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$. W metodzie bezpośredniej krzemiany sodu otrzymuje się w postaci roztworów w wyniku hydrotermalnej reakcji piasku kwarcowego z wodorotlenkiem sodu, przebiegającej pod podwyższonym ciśnieniem [1]. Podobnie wytwarzane jest szkło potasowe. Stałe krzemiany sodu lub potasu rozpuszczalne w wodzie uzyskuje się w wyniku odparowania, np. w suszarce rozpyłowej.

Syntetyczne krzemiany, to stałe kompozycje lub wodne roztwory kompozycji oligomerów anionów krzemionkowych SiO_2 połączonych z kationami metali, w głównej mierze sodu. Rozpuszczalne krzemiany sodu tworzą zazwyczaj stabilne roztwory wodne, jednak z chemicznego punktu widzenia nie mają one na ogół jednoznacznego składu, wykazują natomiast zdolność tworzenia trwałych struktur zespolonych, które są kompleksami zdefiniowanych krzemianów sodu i kwasu krzemowego. Skład ich jest różny i zmienia się w zakresie od 4 moli SiO_2 na 1 mol Na_2O do 1 mola SiO_2 na 4 mole Na_2O . Ogólny wzór chemiczny krzemianów sodu można przedstawić następująco:



Przy czym wartości x i y zmieniają się od 1 do 4 [1, 2].

Głównym parametrem pozwalającym rozróżnić poszczególne, np. krzemiany sodu, jest moduł krzemianowy, stanowiący iloraz molarowy udziału dwutlenku krzemu do tlenku sodu ($y:x$) w rozważanym układzie. Charakteryzowanie krzemianów sodu za pomocą modułu jest wystarczające, jednak dla dokładnego zdefiniowania krzemianów, umożliwiające określenie postaci w jakiej występuje (bezwodnej, uwodnionej, roztwór wodny), podaje się też, obok modułu, jedną ze współzależnych wielkości fizycznych: stężenie, gęstość lub lepkość [3, 4].

Jako nietoksyczne i przyjazne dla środowiska związki o unikalnych właściwościach fizykochemicznych znajdują różnorodne zastosowania w wielu gałęziach przemysłu. Ich zastosowanie zależy zarówno od modułu krzemianowego jak i postaci. W przeszłości krzemian sodu był powszechnie stosowany w przemyśle detergentów jako podstawowy składnik mydeł. Obecnie, wodne roztwory krzemianów sodu stosowane są do produkcji środków czystości, materiałów ogniotrwałych i ceramicznych. Wykorzystywane są również do klejenia i wybielania wyrobów w przemyśle papierniczym i płyt wiórowych, sporządzania mas formierskich w hutnictwie i odlewnictwie, uzdatniania wody. Służą jako dodatek uszczelniający do zapraw budowlanych. Stałe krzemiany stosowane są do produkcji przemysłowych środków myjących, myjąco-czyszczących i myjąco-dezynfekujących oraz jako składnik wyrobów chemii gospodarczej. Wykorzystywane są w produkcji różnych materiałów

kompozytowych, a także detergentów, farb i klejów [5÷8]. Stałe krzemiany sodu mogą pełnić również rolę aktywnych wypełniaczy środków piorących.

Krzemiany sodu należą do produktów masowych o szerokich zastosowaniach, do produkcji których konieczna jest jedynie podstawowa baza surowcowa: dwutlenek krzemu (SiO_2) w formie piasku kwarcowego oraz węgiel sodu (Na_2CO_3) [9]. Są również bezpieczne dla środowiska. Wymienione cechy, jak i rosnące zużycie krzemianów stanowią, że są one postrzegane jako produkty perspektywiczne o rosnącym znaczeniu gospodarczym.

W zastosowaniach przemysłowych istotną cechą stałych krzemianów sodu jest rozmiar ziarna i gęstość nasypowa, które mają wpływ na ich zastosowania. Dla krzemianów sodu otrzymywanych na drodze suszenia rozpyłowego wymienione właściwości można zmieniać jedynie w określonym zakresie. Większe możliwości zmian tych parametrów można uzyskać na drodze granulacji. Stosowanie granulowanych krzemianów ogranicza ich pylenie, co przy ich wysokiej alkaliczności jest istotną cechą, wpływającą na ograniczenie narażenia ludzi. Większy rozmiar ziarna ma też wpływ na szybkość rozpuszczania krzemianów w kąpielach wodnych, a granulaty o określonym rozkładzie granulometrycznym i gęstości nasypowej, w mieszkach detergentowych są mniej podatne na segregację, tworząc mieszaniny o jednorodnym składzie.

Na rynkach światowych krzemiany sodu występują zarówno w formie pylistej, jak i granulowanej. Charakterystykę handlowych, granulowanych krzemianów sodu przedstawiono w Tablicy I.

Tablica I

Charakterystyka granulowanych krzemianów sodu

BRITESIL®	H 20	H 265 HP	H 265 LC
Moduł	2,0	2,65	2,65
Gęstość nasypowa, kg/m ³	825	725	500
Średni rozmiar, μm	700	700	450
Uziarnienie, μm			
> 16000	≤ 1	≤ 1	≤ 1
< 250	≤ 5	≤ 10	≤ 10

W dostępnej literaturze, głównie patentowej, przedstawiono wiele metod otrzymywania krzemianów sodu o określonym rozkładzie granulometrycznym. Stosowane powszechnie suszenie rozpyłowe pozwala uzyskać produkt, w zależności od czasu przebywania, o uziarnieniu < 250 μm i gęstości nasypowej powyżej 500 kg/m³ lub > 250 μm i gęstości nasypowej powyżej < 200 kg/m³ [10]. Zarówno uziarnienie, jak i gęstość nasypowa, zależy również od modułu krzemianowego i zawartości wody związanej. Inną metodą jest granulacja w granulatorze bębnowym lub wielopatkovym, w których można uzyskać granule o rozmiarze 0,2-2,0 mm [11, 12]. Przedstawione

metody granulacji krzemianów sodu mają ograniczony zakres otrzymywanych produktów. Metodą, która stwarza większe możliwości, jest granulacja ciśnieniowa. Pozwala ona w szerszym zakresie uzyskać granulaty o wymaganym uziarnieniu i gęstości nasypowej.

Granulacja proszków przez prasowanie (kompaktowanie), a więc zagęszczanie wskutek działania sił zewnętrznych, polega na tworzeniu zwartej struktury substancji za pomocą trwałych, kohezyjnych wiązań powstałych pomiędzy cząstkami po prasowaniu. Otrzymany w wyniku zagęszczania brykiet (płytką, wstęgą) poddaje się rozdrobieniu i kieruje do przesiewaczy w celu oddzieleniu określonej frakcji, będącej gotowym produktem. Mechanizm powstawania aglomeratów jest dosyć złożony i zależy od wartości siły prasowania. Podstawowy proces granulacji, realizowanej tym sposobem, składa się z następujących operacji: dozowanie i mieszanie składników (czasem wstępne zagęszczanie), prasowanie, rozdrabnianie, przesiewanie. Podziarno jest zwracane do miejsca mieszania, nadziarno do rozdrabniania. Zaletą metody prasowania jest to, iż przy braku wymagań dotyczących kształtu cząstek, może być stosowana z powodzeniem do prawie wszystkich materiałów [13].

Zasadniczym parametrem, który wpływa na gęstość i grubość końcową wypraski jest jednostkowy nacisk prasowania. Określeniu zależności związanych z rozkładami nacisków w strefie ściskania poświęcono wiele prac eksperymentalnych i teoretycznych. W praktyce zawsze zachodzi jednak konieczność empirycznego potwierdzenia tych zależności dla konkretnego materiału i konkretnego typu urządzenia prasującego. Podczas zagęszczania materiałów proszkowych w prasie matrycowej, wylączarce lub prasie walcowej następuje stopniowa zmiana gęstości nasypowej materiału 0 do gęstości struktury jednolitej w, przy czym materiał ma postać tabletki, włókna, płytki, taśmy itp. Podczas granulacji przez prasowanie na początku zagęszczania zachodzi odkształcenie struktury, polegające na wzajemnym przemieszczeniu, „przepakowaniu” cząstek i zniszczeniu najsłabszych cząstek. W tym czasie występują praktycznie tylko odkształcenia sprężyste. Ze wzrostem ciśnienia struktury zmniejszają się i przeważają wzajemne przemieszczenia cząstek (ściananie) powodujące ich częściowe zniszczenie, zmianę formy i porowatości wewnętrznej, zwiększenie liczby kontaktów i wielkości wiązań międzycząsteczkowych. Na skutek działania sił van der Waalsa i sił elektrostatycznych następuje połączenie cząstek. W ostatnim etapie prasowania zachodzi sprężyste i sprężysto-plastyczne sprężenie całego układu. Wzrasta liczba kontaktów pomiędzy chaotycznie rozłożonymi cząstkami i utrwala się nowa struktura materiału. Po wyjściu płytki ze strefy prasowania zachodzi sprężysta ekspansja, co daje minimalne zmniejszenie gęstości i wytrzymałości sprasowanego produktu. Wysokie ciśnienie, i podwyższona w strefie deformacji temperatura, mogą powodować stapanie materiału, co powoduje krystalizację roztopionych błonek i dodatkowo zwiększa wytrzymałość połączeń międzycząsteczkowych. Gotowy, granulowany produkt otrzymuje się w wyniku rozdrobnienia sprasowanego materiału i wydzieleniu właściwej frakcji. Końcowa gęstość sprasowanego materiału w ma wpływ na gęstość nasypową frakcji handlowej [14].

Granulacje przez prasowanie prowadzi się na kompaktorach walcowych. Dobór odpowiedniego urządzenia uzależniony jest od właściwości sprasowanego materiału. Dalej przedstawiono instalacje granulacji krzemianów metodą prasowania, proponowane przez trzy wiodące światowe firmy.

Hosokawa Bepex GmbH [15] do granulacji krzemianów proponuje instalację, w skład której wchodzi następujące aparaty i urządzenia: zbiornik magazynowy surowca, zbiornik pośredni, podajnik dwuwalowy, kompaktor walcowy, młyn młotkowy, przesiewacz wibracyjny, młyn walcowy (rolkowy) do kruszenia nadziarna. Dodatkowo, instalacja wyposażona jest w szereg podajników/przenośników transportujących krzemian sodu pomiędzy operacjami, jak również międzyoperacyjnych zbiorników pośrednich. Głównymi elementami

instalacji są kompaktor walcowy i młyn młotkowy. Kompaktor walcowy (kompaktor® MS 36) jest wyposażony w dwa walce o długości 120 mm i średnicy 300 mm, mogące prasować krzemian sodu nawet pod ciśnieniem 360 kN. Uzyskane „brykiety” krzemianu sodu są następnie mielone za pomocą młyna młotkowego, obracającego się szybkością 950 obr/min. Zmielony materiał przesiewany jest na sitach wibracyjnych o żądanych rozmiarach oczek. Oddzielone nadziarno, po zmieleniu w kruszarce walcowej, kierowane jest na sita, natomiast podziarno zwracane jest ponownie do kompaktora.

Podstawowym urządzeniem w proponowanej przez **Powtec Maschinen und Engineering GmbH** [16] instalacji jest kompaktor walcowy typu RC 170. Krzemian sodu, doprowadzany poprzez zbiornik zasilający i podajnik ślimakowy, prasowany jest za pomocą dwóch walców o długości 65 mm i średnicy 170 mm pod naciskiem 1,4-17,8 kN/cm bieżącej długości walca. Sprasowany w kompaktorze krzemian sodu jest następnie mielony w zintegrowanym z kompaktorem młynie wirnikowym. Młyn ten składa się z dwóch wirników; każdy wyposażony jest w 6 tzw. palców rozdrabniających sprasowany krzemian. Za drugim wirnikiem umieszczone jest sito przepuszczające ziarno o maksymalnym rozmiarze pożądanym przez odbiorcę. Układ kompaktor-granulator sterowany jest za pomocą panelu sterującego, opcjonalnie wyposażonego w monitor kontrolny oraz interfejs umożliwiający zapis 100 różnych nastaw pracy kompaktora i granulatora. W dodatkowym wyposażeniu kompaktora znajduje się również separator podziarna wraz z układem pneumatycznego transportu podziarna do zbiornika zasilającego kompaktor. Proponuje się również odrębny klasyfikator ziarna, rozdzielający granulaty na różne frakcje według życzenia odbiorcy.

Freund Vector Corporation [17], proponuje pojedynczy aparat-kompaktor walcowy TFC-1230 typu „kombajn” umożliwiający kompaktowanie, granulację, przesiewanie oraz transport pneumatyczny krzemianu w jednym urządzeniu. Do kompaktora doprowadza się krzemian sodu poprzez zbiornik zasilający i podajnik ślimakowy. Kompaktor wyposażony jest w dwa walce o długości 120 mm i średnicy 300 mm, mogących prasować krzemian sodu z maksymalną siłą nacisku 29 ton. Do procesu granulacji proponuje się zintegrowany z kompaktorem młyn nożycowy, wyposażony w 16 noży, obracających się z szybkością do 3600 obr/min. Dla takiego układu kompaktor-granulator proponuje się opcjonalnie zintegrowany z całym urządzeniem przesiewacz podziarna, produktu oraz nadziarna wraz z układem pneumatycznego transportu poszczególnych frakcji do:

- zbiornika zasilającego kompaktor (nadziarno i podziarno) poprzez zbiornik pośredni
- zbiornika magazynowego (produkt).

Również i w tym wypadku instalacja wyposażona jest w panel sterujący, ułatwiający kontrolę i sterowanie procesem kompaktowania, oraz rozdrabniania.

Warto zauważyć, że zarówno propozycja firmy Powtec jak i Freund Vector Corporation ma, oprócz panelu sterowania, jeszcze jedną zaletę: rozmiar urządzenia. Zwarta budowa instalacji nie wymaga dużej kubatury pomieszczeń.

W Polsce stałe krzemiany sodu wytwarzane są tylko w procesie suszenia w suszarce rozpyłowej. Produkty jedyne krajowego producenta (Zakłady Chemiczne „Rudniki”) charakteryzują się ziarnem głównie poniżej 250 μm i gęstością nasypową od 100 do 700 kg/m^3 . Ze względu na rosnące zainteresowanie rynków krzemianami o większym ziarnie, w Oddziale Chemii Nieorganicznej „IChN” w Gliwicach Instytutu Nawozów Sztucznych prowadzono badania granulacji krzemianów sodu metodą prasowania. Badania podzielono na dwa etapy: pierwszy obejmował badania laboratoryjne, drugi badania na urządzeniach przemysłowych. W ramach niniejszej publikacji został opisany pierwszy etap badań. Przeprowadzone badania laboratoryjne miały na celu określenie podatności badanych krzemianów na prasowanie oraz ustalenie ciśnienia prasowania, w zależności od ich modułu i po-

czątkowej gęstości nasypowej [18]. Badania prowadzono w kierunku doboru urządzenia przemysłowego służącego do otrzymania granulatu krzemianu sodu (o różnych modułach) o gęstości nasypowej w zakresie 700-825 g/l i średnim rozmiarze ziarna wynoszącym 700 μm .

Badania laboratoryjne

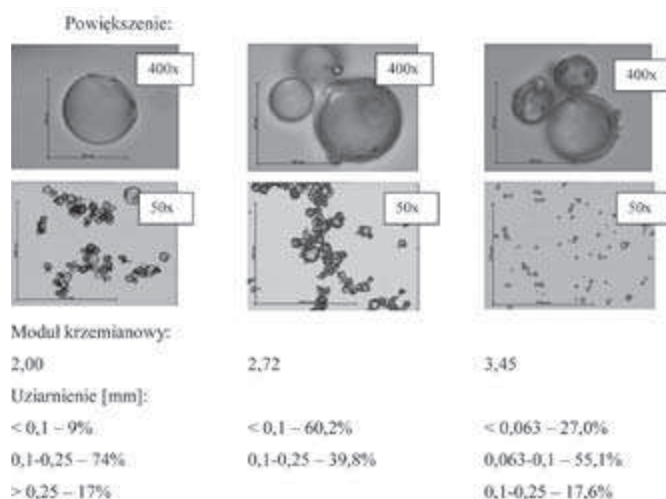
W badaniach granulacji stałych krzemianów sodu metodą prasowania stosowano trzy rodzaje stałych krzemianów wyprodukowanych w Zakładach Chemicznych „Rudniki” różniące się modulem, ciężarem nasypowym oraz uziarnieniem (Tab. 2). Stosowano produkty o nazwie 200 N 10; 265 N 50 oraz 340 N 60.

Tablica 2

Charakterystyka badanych krzemianów sodu

Lp.	Opis próbki	SiO ₂ , %	Na ₂ O, %	Modu ³ mowlowy $\pm 0,1$	Ciężar nasypowy ± 30 , g/l	Straty prażenia w 600°C, %
1.	Dwukrzemian sodu próbka I	56,9	29	2,00	104,2	15
2.	Krzemian sodowy próbka II	59,6	22,6	2,72	533,8	17,8
3.	Krzemian sodowy próbka III	63,2	18,9	3,45	605,5	16,8

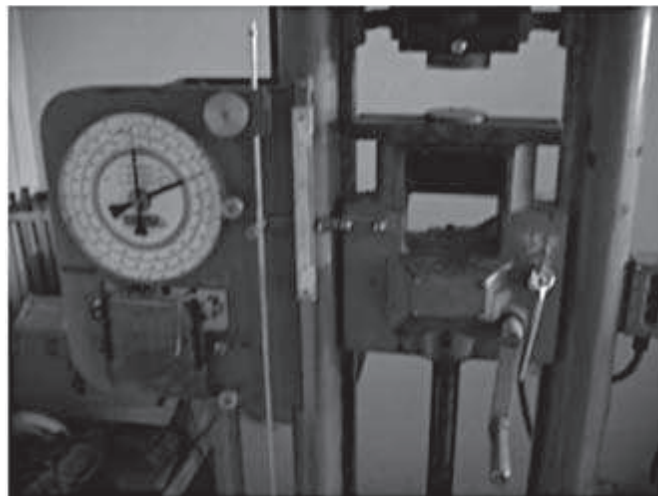
Stosowane w badaniach krzemiany sodu, to produkty suszenia rozpyłowego. Obserwacja mikroskopowa wykazała, że zawierają one ziarna o kształcie kulistym, co widoczne jest na zamieszczonych zdjęciach poniżej (Fot. 1).



Fot. 1. Mikrofotografie krzemianów sodu o modułach: 2,0; 2,72; 3,45

Analiza granulometryczna badanych krzemianów i mikrofotografie ziaren wskazują na znaczne różnice w uziarnieniu. Największy udział grubszych frakcji, tj. > 0,1 mm występuje w krzemianie sodu o module 2,0. Jest to wynikiem, jak wskazują mikrofotografie, znacznego udziału zlepieńców, których obecność jest efektem wyższej higroskopijności i lepkości sprzyjających tworzeniu aglomeratów. Występowanie aglomeratów wpływa na gęstość nasypową, która wynosi ok. 100 kg/m³. Znacznie drobniejsze ziarna zawierały dwa pozostałe krzemiany, tj. o module 2,72 i 3,45 oraz wyższe gęstości nasypowe. Wynosiły one odpowiednio 533,8 i 605,5 kg/m³.

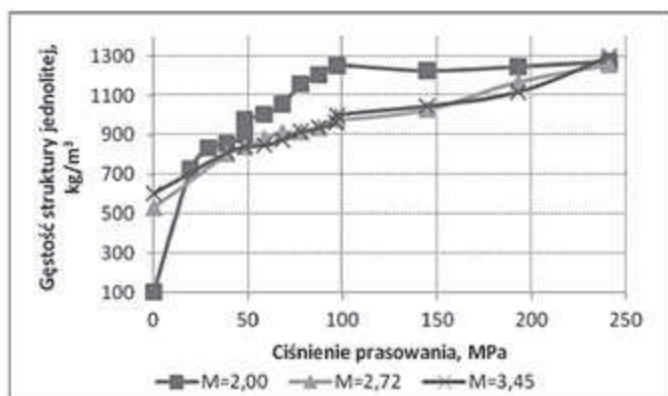
Badania laboratoryjne nad procesem granulacji metodą prasowania prowadzono w prasie matrycowej firmy AWPMA o zmiennym nacisku, maksymalnie do 10 t, i maksymalnej prędkości prasowania, 20 mm/min. Próbkę materiału o ściśle określonej masie umieszczono w formie i poddawano prasowaniu pod ciśnieniem w zakresie 10-240 MPa (Fot. 2).



Fot. 2. Prasa matrycowa oraz forma do prasowania

Podczas zagęszczania krzemianów sodu, pod wpływem nacisku, następowała stopniowa zmiana gęstości nasypowej materiału. Przy odpowiednio wysokim nacisku materiał przybierał postać trwałej tabletki. Otrzymane wypraski ważono oraz mierzono ich wysokość w celu wyznaczenia gęstości materiału po sprasowaniu tzw. gęstości jednolitej. Jest to stosunek masy tabletki do jej objętości i jest to wielkość zależna od zastosowanego nacisku. Uzyskane wyniki są średnią co najmniej z pięciu wartości. Trwałe tabletki łamano i kruszono. Uzyskany granulak o różnorodnym kształcie tzw. łamańców przesiewano na sitach w celu wyodrębnienia frakcji o wymaganym uziarnieniu. W wyodrębnionej frakcji oznaczano jej skład granulometryczny oraz gęstość nasypową. Przygotowanie takiej partii wymagało sprasowania dużo większej ilości materiału.

Aby określić ciśnienie prasowania, przy którym uzyskuje się strukturę na tyle zwartą, aby można było z niej uzyskać trwały granulak, badany materiał poddawano działaniom siły od 1 t do 10 t. Ciśnienie prasowania wyznaczano jako iloraz stosowanej siły nacisku i powierzchni, na jaką ona działała. Podczas zagęszczania krzemianów sodu, pod wpływem nacisku, następuje stopniowa zmiana gęstości nasypowej materiału w stanie naturalnym (ζ_0) do gęstości ζ_w – tzw. gęstości struktury jednolitej. Zmianę gęstości sprasowanej struktury obrazuje Rysunek 1.



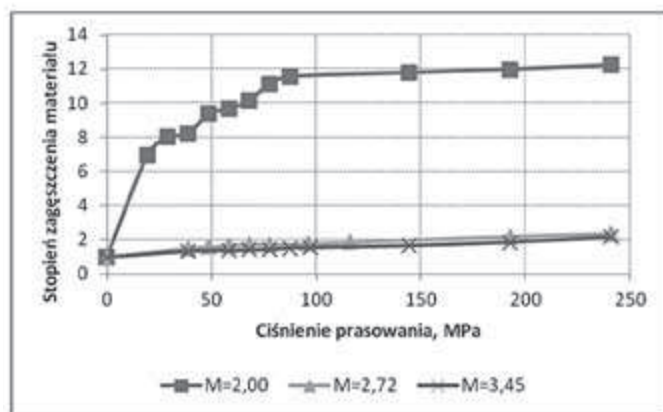
Rys. 1. Wpływ ciśnienia prasowania na gęstość struktury krzemianów sodu

Krzemian sodu o module 2,0 tworzył zwartą strukturę od ciśnienia 20 MPa, poniżej tego ciśnienia tabletki ulegały rozkruszeniu. Gęstość struktury rosła do ciśnienia ok. 100 MPa osiągając wartość 1200 kg/m³. Wzrost ciśnienia do 240 MPa nie wpłynął znacząco na zmianę gęstości. Znacznie wolniej wzrastała gęstość pozostałych krzemianów. Zwartą strukturę uzyskano przy wyższym ciśnieniu – 40 MPa. Ze wzrostem ciśnienia gęstość rosła znacznie wolniej. Gęstość zwartej struktury, porównywalną z gęstością krzemianu sodu o module 2,0, uzyskano dopiero przy ciśnieniu 240 MPa.

Miarą efektu prasowania jest stopień zagęszczenia (z) określający związek pomiędzy gęstością nasypową w stanie naturalnym (ζ_0), a gęstością struktury jednolitej (ζ_w) mającej postać:

$$z = \zeta_w / \zeta_0$$

Wyznaczając wpływ ciśnienia prasowania na stopień zagęszczenia materiału można określić ciśnienie, przy którym uzyskuje się zwartą strukturę, tj. wzrost ciśnienia nie wpływa na upakowanie struktury jednolitej. Wpływ stosowanego ciśnienia prasowania na stopień zagęszczenia dla badanych krzemianów przedstawia Rysunek 2.



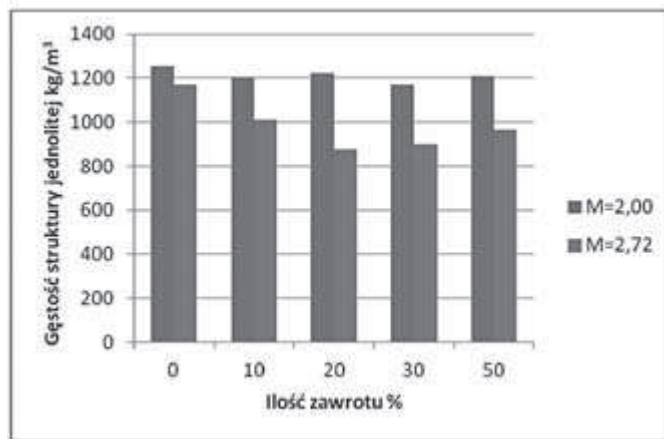
Rys. 2. Wpływ ciśnienia prasowania na stopień zagęszczenia krzemianów sodu

Pod wpływem prasowania stopień zagęszczenia badanych krzemianów wzrastał dla wszystkich stosowanych ciśnień. W przypadku krzemianu sodu o module 2,0 zauważalny jest dwunastokrotny wzrost stopnia zagęszczenia przy ciśnieniu prasowania wynoszącym już 97,2 MPa. Pod wpływem wyższego ciśnienia prasowania stopień zagęszczenia zmienił się tylko nieznacznie. Po rozdrobnieniu tabletek uzyskanych przy ciśnieniu 97,2 MPa otrzymano granulaty o wystarczającej wytrzymałości. Stąd dla krzemianów o module 2,0 można przyjąć, że jest to optymalne ciśnienie prasowania.

Dla badanych krzemianów sodu o wyższym module krzemianowym, stopień zagęszczenia zmienił się w zdecydowanie w mniejszym zakresie niż w przypadku krzemianu o module 2,0, jednak w całym zakresie badanych ciśnień miał tendencję wzrostową. Tabletki o wy-

starzającej wytrzymałości i zwartej strukturze uzyskano w zakresie ciśnienia 150 MPa. Przy ciśnieniu prasowania 144,5 MPa wzrost stopnia zagęszczenia dla krzemianu sodu o module 2,72 wyniósł 2,0, nieco mniejszy – 1,65, uzyskano dla modułu 3,45. Dalszy wzrost ciśnienia w zakresie 150-250 MPa powodował wzrost stopnia zagęszczenia jedynie o 0,36 dla modułu 2,72 i 0,5 dla modułu 3,45. Z przedstawionych danych wynika, że dla tych krzemianów sodu, o module w zakresie 2,72-3,45 można przyjąć, że ciśnienie 150 MPa jest ciśnieniem optymalnym, wystarczającym do uzyskania wyprasek o wystarczająco zwartej strukturze, które po rozdrobnieniu gwarantują otrzymanie granulatu o wymaganym uziarnieniu i wytrzymałości.

W granulacji metodą prasowania występuje pewna część materiału niespełniająca wymagań w zakresie rozkładu granulometrycznego. Jest to podziarno uzyskane po oddzieleniu produktu właściwego. Dla ograniczenia strat, materiał ten, zwykle po wymieszaniu z surowcem, wprowadzany jest do kompaktora. Zawrót ten może wpływać niekorzystnie na proces granulacji, dlatego w ramach badań sprawdzono również wpływ obecności dodatku już sprasowanego materiału do surowca poddawanego prasowaniu (symulacja zawrotu w procesie realizowanym przemysłowo). Do surowca dodawano pokruszone podziarno w ilości 10, 20, 30 i 50%, a następnie prasowano pod optymalnym ciśnieniem wyznaczonym powyżej. Badania ograniczono do dwóch modułów: 2,0 i 2,72. Na wykresie (Rys. 3) przedstawiono wpływ podziarna na gęstość struktury jednolitej krzemianów.



Rys. 3. Wpływ ilości zawracanego podziarna na gęstość struktury jednolitej


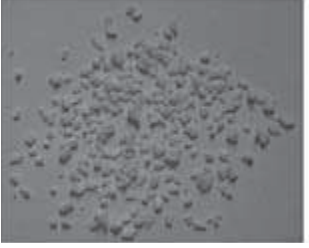
Z otrzymanych wyników można wnioskować, iż ponowne użycie sprasowanych i rozdrobnionych cząstek krzemianu sodu o module 2,0 nie wpływa znacząco na gęstość struktury jednolitej, nawet przy zawrocie dochodzącym do 50%. Dla krzemianu o wyższym module dodatek zawrotu wpływa na spadek gęstości struktury jednolitej dochodzący do ok. 20%. Tak znaczny spadek ma negatywny wpływ na wytrzymałość otrzymanych tabletek i produktów ich rozdrabniania. W tym przypadku możliwy zawrót, to maksymalnie 10%. Stosowanie większego zawrotu wpłynie na zbyt duże obniżenie gęstości sprasowanego materiału.

Wyznaczono również gęstości nasypowe oraz rozkład granulometryczny granulatów krzemianów sodu o module 2,0 i 2,72 otrzymanych po rozdrobnieniu wyprasek. Uzyskane wyniki zaprezentowano w Tabelcy 3.

Przeprowadzone testy laboratoryjne umożliwiły otrzymanie granulatów o gęstościach nasypowych w zakresie 0,62-0,68 g/cm³ i średnim rozmiarze ziarna 0,8-0,25 mm. Parametry te dla badanych krzemianów sodu miały zbliżony zakres, pomimo znacznych różnic w gęstościach nasypowych stosowanych materiałów. W przeprowadzonych badaniach nie osiągnięto założonej gęstości nasypowej krzemianów, tj. powyżej 700 kg/m³. Podwyższenie gęstości nasypowej można uzyskać stosując kondycjonowanie poprzez nadanie granulom bardziej obłych kształtów.

Tablica 3

Charakterystyka otrzymanych granulatów

Granulat – gęstość nasypowa 0,6215 g/cm ³ Moduł – 2,00	Granulat – gęstość nasypowa 0,6810 g/cm ³ Moduł – 2,72
	
> 2 mm – 5,23%	> 2 mm – 7,8%
2-1,6 mm – 18,45%	2-1,6 mm – 11,7%
1,6-0,8 mm – 23,08%	1,6-0,8 mm – 35,4%
0,8-0,25 mm – 29,09%	0,8-0,25 mm – 13,7%
0,25-0,2 mm – 11,83%	0,25-0,2 mm – 9,6%
< 0,2 mm – 11,6%	< 0,2 mm – 21,8%

Zastosowanie metody prasowania w granulacji krzemianów sodu o modułach krzemianowych od 2,0 do 3,45 pozwala uzyskać granulaty o dowolnym wymiarze ziarna i wymaganych gęstościach nasypowych, co umożliwia producentom krzemianów dostosowywanie się różnych wymagań odbiorców.

Na podstawie uzyskanych wyników badań laboratoryjnych możliwy jest wstępny dobór urządzeń dla instalacji przemysłowej.

Wnioski

Przeprowadzone testy laboratoryjne granulacji krzemianów sodu przez prasowanie pozwoliły na wyciągnięcie następujących wniosków:

1. Krzemiany sodu o modułach w zakresie 2,0-3,45 pod wpływem nacisku tworzą zwarte struktury. W zakresie ciśnienia prasowania 10 ÷ 240 MPa następuje wzrost stopnia zagęszczenia dla wszystkich badanych alkalicznych krzemianów.
2. Gęstość struktury dla krzemianu sodu o module 2,0 i niskiej początkowej gęstości nasypowej rosła do ciśnienia ok. 100 MPa, osiągając wartość 1200 kg/m³. Wzrost ciśnienia do 240 MPa nie wpłynął znacząco na zmianę gęstości.
3. Dla krzemianów sodu o wyższej gęstości nasypowej i modułach 2,72-3,45 zwiększanie ciśnienia prasowania powodowało znacznie wolniejszy wzrost stopnia zagęszczenia. Gęstość zwartej struktury, porównywalną z gęstością krzemianu sodu o module 2,0, uzyskano dopiero przy ciśnieniu 240 MPa.
4. Optymalne ciśnienie prasowania krzemianu sodu o module 2 i niskiej gęstości nasypowej – 100 kg/m³, to 100 MPa, a dla krzemianów o wyższym module i gęstościach 500-600 kg/m³ wynosi ono ok. 150 MPa.
5. Przeprowadzając symulację nie stwierdzono znaczącego wpływu zawrotu podziarna do surowca poddawanego prasowaniu (dla krzemianu sodu o module 2,0, nawet przy zawrocie dochodzącym do 50%). Dla krzemianów o wyższym module dodatek zawrotu wpływał na spadek gęstości struktury jednolitej dochodzącym do ok. 20%. Zawrót podziarna, który nie spowoduje znaczącego obniżenia gęstości struktury, to maksymalnie 10%.
6. Uzyskane w badaniach gęstości nasypowe granul są nieznacznie niższe od wymaganej wielkości. Parametr ten może być skorygowany na instalacji przemysłowej lub przez zastosowanie procesu kondycjonowania.

7. Otrzymane wyniki pozwalają na dobór urządzeń przemysłowych do granulacji dwukrzemianów sodu jako głównego produktu, z jednoczesną możliwością otrzymania krzemianów sodów o innych module i gęstościach nasypowych.

Literatura

1. Handke M.: Krystalochemia krzemianów. Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków 2008.
2. Stechman M., Różycka D., Franc B., Ciba L.: Badania nad otrzymywaniem uwarstwionych krzemianów sodu do środków piorących. Praca niepublikowana 1994-1995.
3. Katalog środków antykorozyjnych w układach wodnych. Biuro Wydawnicze „Chemia”, Warszawa 1973.
4. Augustyn W., Grobelny M.: Chemik 1957, **10**, 262.
5. Ainsworth S.I.: Soaps and detergents. Europ. Chem. News 1994, **72**, 4, 34-9.
6. Chem. Business 1992, **14**, 7-8; wg Przem. Chem. w Świecie 1992, **12** (353), 4.
7. Koźlak W.: Szklą wodne sodowe. [dostęp: 14 marca 2012]. <http://srodowisko.ekologia.pl/technologie/Szklą-wodne-sodowe,866.html>
8. Koźlak W.: Szklą wodne sodowe. Ekologia 2007, **5**, 40-42.
9. Koźlak W.: Wiad. Chem. 2005, cz. I, **59** (9-10), 791; Wiad. Chem. 2006, cz. III, **60** (9-10), 655.
10. Patent US 5229095, 1993: Process for producing amorphous sodium silicate.
11. Patent US 3687640, 1972: Agglomerating alkali metal silicate by tumbling and rolling while heating and cooling.
12. Patent US 5340559, 1994: Granular alkali metal silicate production.
13. Klasiński P.W., Griszajew I.G.: Podstawy techniki granulacji. WN-T, Warszawa 1989.
14. Walawska B., Musioł M.: Badania nad granulacją drobnokrystalicznych nawozów. IChN 2004, praca niepublikowana.
15. Strona internetowa firmy Hosokawa Bepex GmbH [dostęp: 14 marca 2012]. <http://www.bepexhosokawa.com/>
16. Strona internetowa firmy Powtec Maschinen und Engineering GmbH [dostęp: 14 marca 2012]. <http://www.powtec.de/>
17. Strona internetowa firmy Freund Vector Corporation [dostęp: 14 marca 2012]. <http://www.freund-vector.com/>
18. Kuździał E., Kwiecień J.: Badania nad intensyfikacją technologii produkcji krzemianów sodu i potasu oraz ich mieszanin. IChN 2011, praca niepublikowana.

Mgr inż. Ewa KUŹDŹAŁ – ukończyła wydział Chemiczny Politechniki Śląskiej w Gliwicach (2007). Jest asystentem w Oddziale Chemii Nieorganicznej w Gliwicach Instytutu Nawozów Sztucznych. Specjalność – technologia chemiczna i ochrona środowiska.

Kontakt: e-mail: ewa.kuzdzal@ichn.gliwice.pl

Dr inż. Barbara WALAWSKA – absolwentka Wydziału Technologii i Inżynierii Chemicznej Politechniki Śląskiej. Obecnie jest adiunktem w Oddziale Chemii Nieorganicznej „IChN” w Gliwicach Instytutu Nawozów Sztucznych. Specjalność – technologia nieorganiczna i ochrona środowiska.

Dr inż. Jacek KWIECIEŃ – jest adiunktem w Instytucie Nawozów Sztucznych Oddział Chemii Nieorganicznej w Gliwicach. Uzyskał tytuł magistra inżyniera w 1993 r. na Politechnice Śląskiej w Gliwicach, i tytuł doktora nauk technicznych w 2001 r. na Politechnice Wrocławskiej. Zainteresowania naukowe – odzysk azotu i fosforu ze ścieków komunalnych i przemysłowych.