



# PATENTNI SPIS BR. 9635

**Philadelphia Quartz Company Of California Ltd., Berkeley, U. S. A.**  
(Pronalazač: Baker L. Chester, Berkeley, U. S. A.).

Postupak za spravljanje kristalinskih alkalisilikathidrata.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 9133.

Prijava od 9 marta 1932.

Važi od 1 juna 1932.

Traženo pravo prvenstva od 18 jula 1931 (U. S. A.).

Najduže vreme trajanja do 31 avgusta 1946.

Ovaj se pronalazak odnosi na nove vrste kristalinskih alkalisilikathidrata kao trgovinskih proizvoda i na postupak za njihovo spravljanje. Pronalazak se bavi u prvom redu kristalinskim hidratima od natrium-silikata na pr. natrium-metasilikata; ali osnovi ovog pronalaska mogu se uopšte primeniti na dobijanje drugih hidrata od alkalisilikata tako na pr. natrium-disilikata, natrium-seskvisilikata, kalium-disilikata, litium-metasilikata i t. d. Ali pošto ovaj pronalazak specijalno treba da služi za spravljanje kristalinskih hidrata od natrium-silikata to je u nastavku opširnije opisana samo ova naročita grupa jedinjenja.

Kao što je prijavilac izložio u svom osnovnom patentu br. 9133 odnosi se naziv „natrium-silikat” na obično čvrste staklenaste proizvode sa različitom sadržinom natrium-oksida i siliciske kiseline ili vodenaste rastvore tih proizvoda. Ovi proizvodi obično ne sadrže manje od 1 ili  $1\frac{1}{2}$  deo siliciske kiseline ( $\text{SiO}_2$ ) na 1 deo natrium oksida. Njihovi rastvori su sirupaste žilave tečnosti, koje pod običnim uslovima imaju malu naklonost za kristalizaciju. I ako su neki kristalinski natrium-silikati bili nauci poznati već pre napred pomenutog patenta, pak nisu oni imali dosad u industriji onu važnost koja im pripada, naročito zbog poteškoća koje su postojale pri njihovom spravljanju u obliku, koji se u fizikalnom

pogledu može primiti, i pri opitima da se oni upotrebe u obliku, u kakvom su se dosad mogli dobiti.

U patentu br. 9133 opisan je jedan postupak za spravljanje alkalisilikathidrata, koji su podesni za upotrebu u trgovini. Taj se postupak sastoji u tome što se rastvori alkalisilikata sa tačno određenim sastavom dovode do kristalizacije i stvrdnjavanja u čvrste mase, koje se potom moraju samleti da bi se prevele u oblik podesan za upotrebu u trgovini.

Pre pronalaska ovog načina rada iskristalizirani su alkalisilikathidrati iz gustih osnovnih lužina, koje se teško mogu odvojiti od kristala u takvom obliku, da je dobijen proizvod bio sklon da se ugrudva u čvrste mase nepodesne za rukovanje. Dotad poznati proizvodi ove vrste imali su obeležje u znatnoj nepostojanosti koja je kako izgleda bila prouzrokovana nepravilnim stvrdnjavanjem nepotpuno uklonjene osnovne lužine ili pretvaranjem iz jednog oblika hidrata u drugi, i, ili zbog drugih uzroka. Tako je na pr. B. Bacon u brit. pat. spisu 24 226/1905 i Verrier u brit. pat. spisu 921/1908 g. opisao spravljanje čvrstih sameljivih masa od natrium-meta-silikathidrata. Ali i ove mase nisu ipak bile trajne zbog heterogenih mešavina kristala i još postojeće osnovne lužine odn. zbog mešavine različitih kristala i skoro nisu upotrebljeni u industriji.



Prijavilac je sad našao postupak za spravljanje alkalisilikathidrata pomoću kog se uspeva da se proizvode kristali, koji nastaju zasebno odvojeni u osnovnoj lužini pa da se ovi od nje razdvoje pod takvim uslovima rada, da nastaje samo vrlo malo zadržavanja osnovne lužine a potom da se prionula osnovna lužina dovede sama većim delom do kristalizacije kao homogen dodatak tim kristalima. Na taj se način dobijaju proizvodi, koji su vrlo čisti, suvi, bez prašine, nisu lepljivi, ne zgrudvavaju se, pa imaju u glavnom i bez inače potrebnog mlevenja i/ili prosejavanja podjednaku veličinu. Prirodno je da se dobijeni proizvodi mogu naknadno i samleti ili prosejati kad su potrebna sitnija zrna, nego što se na podesan način mogu razdvojiti od osnovne lužine ili ako je u nekom slučaju ekonomičnije da se proizvode velika zrna pa da se ova naknadno samelju.

Nastavak, koji se odnosi na spravljanja natriumsilikathidrata služi za potpunije objašnjenje suštine ovog pronalaska.

Kad se natrium-metasilikat-hidrat ostavi da se iskristališe iz rastvora pri običnoj temperaturi, onda je zaostala osnovna lužina vrlo viskozna i gusta tako da su od nje razdvojeni kristali još mokri i lepljivi pa su zbog toga potpuno nesposobni za upotrebu kao trgovinski artikl. Sad je pronađeno da ove osnovne lužine koje su kod obične temperature vrlo viskozne i guste, postaju sasvim žitke pri višim temperaturama, tako da, kad se pusti da se kristališe naročiti hidrat pri temperaturi koja leži po mogućstvu blizu njegove tačke topljenja, kristali se mogu mehanički skloniti pri čemu na njima zaostaje znatno manji iznos osnovne lužine.

Osim toga pronađeno je, da je rastvorljivost natrium-metasilikata pri dotle povišenoj temperaturi toliko velika da osnovna lužina, koja je zaostala na kristalima sadrži vrlo mali višak vode, tako da se ta mala količina prionule osnovne lužine, kad se kristali razdvoje od osnovne lužine i ohlade na običnu temperaturu, skoro potpuno kristališe na površinama kristala. Kad se kristalna masa za vreme hlađenja održava u kretanju, onda nije potrebno naknadno mlevenje. Dobijeni proizvod je suv i labav (da se prosipati), nije sklon zgrudvavanju i slepljivanju dok se temperatura dobro održava ispod tačke topljenja čistog hidrata.

Kad se ova masa mora držati (hraniti) pod uslovima, koji se mogu približiti temperaturi pri kojoj su kristali razdvojeni od osnovne lužine, onda je za preporuku da se potpuno ukloni višak vlage koji prijanja uz kristale. Ovaj se višak vlage pojavljuje kao zasićen viskozni rastvor, koji

je sklon da prima vlagu iz vazduha, koja opet rastvara odgovarajući iznos kristalne mase pa pri višoj temperaturi obrazuje lepljivu masu, čije je izbegavanje do sad važno kao nemoguće. Ipak je pronađeno da se ovaj višak vlage može ukloniti, kad se temperatura kristala drži na visini blizu tačke topljenja dotičnog hidrata pa se pri toj temperaturi sprovodi vreo vazduh iznad kristala. Isto se dejstvo može postići takode kad se masa podvrgne vakuumu preimućstveno pri održavanju napred navedene temperature. U oba slučaja, t. j. bilo da je masa radi kristalizacije osnovne lužine na površinama kristala samo ohlađena, bilo da je zagrejana, kao napred opisano, pri čemu proizlazi kristalizacija rastvorenih delova osnovne lužine na površinama kristala, za preporuku je, da se kristali za vreme hlađenja i/ili sušenja održavaju u kretanju, tako da ne prionu jedan uz drugi. Ako se dozvoli da kristali prionu jedan uz drugi, onda se dobijena masa mora usitniti ili samleti da bi se dobio proizvod, sposoban za trgovinu.

S obzirom na prednje mogu se važnija obeležja ovog pronalaska svesti na sledeće tačke: 1. proizvodnja novog trgovinskog artikla u obliku tačno određenog alkalisilikat-hidrata, kao na pr. natrium-metasilikata, u obliku pojedinih delića ili agregata delića u glavnom u kristalnim površinama; 2. proizvodnja takvog proizvoda kao novog trgovinskog artikla u obliku delića skoro podjednake veličine; 3. spravljanje takvog proizvoda u čvrstom, labavom (prosipljivom) stanju bez prašine; 4) spravljanje takvog proizvoda, koji je praktički bez nečistoće i 5. spravljanje takvog proizvoda u obliku suvih, održljivih, neugrudljivih kristala ili kristalnih agregata.

Zatim obuhvata ovaj pronalazak izvode nje 1. postupka za spravljanje kristalinskih alkalisilikathidrata, kao na pr. natrium-metasilikata, pomoću kog se uspeva dobiti proizvod sa napred izloženim preimućstvenim svojstvima; 2. postupka, kojim se mogu dobiti kristalinski alkalisilikat-hidrati, kao na pr. natrium-metasilikat, koji nemaju prionulu osnovnu lužinu; 3. postupka navedene vrste, kojim se može osnovna lužina, koja nešto prijanja uz kristale prevesti u kristalni oblik; 4. postupka za spravljanje kristalinskih alkalisilikat-hidrata, kao na pr. natrium-metasilikata, velike čvrstoće i ravnomerne veličine zrna, koji je praktično bez prašine i bez neželjenih velikih delića. (Prašina alkalisilikat-hidrata nadražuje organe za disanje).

U vezi sa napred navedenim tačkama obuhvata ovaj pronalazak spravljanja kristala dotičnih silikata, koji su kristali sva-



ki za sebe postojani, i protivno od čvrstih kristalnih masa, koje se tek naknadno moraju samleti na željenu veličinu, kao što je to opisano u napred pomenutom ranijem patentu br. 9133. Drugim rečima ovaj pronalazak dovodi do dobijta kristala, koji su svaki za sebe postojani, koji su suvi pa zbog toga ne prijanjaju jedan uz drugi. Celj ovog pronalaska se sastoji u tome da se takvi kristali dobijaju protivno od čvrstih kristalnih masa, koje se, kao što je navedeno u napred pomenutom ranijem patentu, tek moraju usitniti. Zbog toga se ovim ima mogućnost da se kristali dobijaju u srazmerno jedinstvenoj veličini. Ovde leži znatno praktično preimućstvo kod tretiranja takvih materijala.

U nastavku je opisan jedan primer za izvođenje postupka prema ovom pronalasku, koji se može upotrebiti za spravljanje natrium-metasilikat-pentahidrata.

Spravi se vodenasti rastvor silikata od prilike ovog sastava:  $1 \text{ Na}_2\text{O} : 0.995 \text{ SiO}_2 : 5.9 \text{ H}_2\text{O}$ . Ovaj je rastvor nešto alkalniji od natrium-metasilikata a sadrži više vode od pentahidrata. Ovaj rastvor daje pri temperaturi vrenja gustoću oko  $59^\circ \text{Bé}$  (spec. tež. 1,692). Ovaj se rastvor može spraviti na proizvoljan način; ali je za preporuku da se doda rastvor kaustične sode (kalium-hidroksida) u rastvor natriumsilikata kakav je uobičajen u trgovini, pa da se zagreje do završetka pretvaranja i da se rastvor dovede na željenu koncentraciju.

Za izvođenje ovog postupka naročito je podesna naprava, koja se sastoji iz zatvorenog kotla za kristalizaciju sa mehanizmom za mešanje, koji se može polako pokretati i sa dvostrukim omotačem kroz koji se može sprovoditi voda ili druge materije za tačno održavanje temperature.

Kristalizacija natrium-metasilikat-pentahidrata može se onda postići time, što se temperatura tečnosti podešava na  $65^\circ \text{C}$  i što se pelcuje sa približno 5 kg. nekog podesnog sitno usitnjenog natrium-metasilikat-penta-hidrata na svakih 2000 kg. rastvora.

Zatim se pelcovan rastvor neprekidno meša na taj način, da je temperatura u celoj masi skroz podjednaka i da leži na stepenu, koji sprečava svako znatnije taloženje kristala. Kad se održavaju ovi uslovi onda ne igra ulogu tačan oblik naprave.

Pošto je so za pelcovanje dodata i dobro raspodeljena u tečnosti, onda se toj tečnosti oduzima toplota sprovođenjem vode određene temperature kroz dvostruki omotač kotla za kristalizaciju na taj način, da kristali pelcovanja rastu bez obrazovanja nekog većeg broja novih kristalnih klica, kakav bi slučaj bio kad bi se naglo snizila temperatura tečnosti. Odrede-

na metoda menjanja temperature zavisi više ili manje od konstrukcije upotrebljene naprave; podaci, koji su navedeni u nastavku za proces, koji je praktično izveden, mogu za to da važe kao primer: Posle pelcovanja pri  $65^\circ$  održavana je tečnost 10 časova pri toj temperaturi, pa je u dvadesetom času povišena na  $66^\circ$ , koja je temperatura održavana do četrdesetog časa. U pedesetom času spuštена je temperatura opet na  $65^\circ$  pa su kristali porasli na veličinu, koja je podesna za centrifugiranje.

Proces kristalizacije se može pratiti a brzina kristalizacije podešavati pomoću češćeg ispitivanja porasta kristala. U početnim stepenima mogu se ispitivati probe pod mikroskopom sa polariziranom svetlošću. Kad izgleda da se obrazovalo više kristalnih zrna, nego što je prema iskustvu pravilno, onda se može smanjiti oduzimanje toplote ili u nekim slučajevima tečnost malo i zagreјati. Posle približno 7 časova postižu kristali toliku veličinu, da se vide prostim okom, kad se neka proba guste mase nanese na komad stakla i ovaj drži naspram svetlosti. U ovakvom stanju oseća se tečnost pri trljanju među prste, kao izrazito zrnasta. U srazmeri kak kristali raste postaje masa приметно gušća. Kod napred navedenog primera primećeno je zguščavanje oko 24 časa posle pelcovanja. Od ovog trenutka može se posmatrati napredovanje kristalizacije uzimanjem malih proba pa njihovim centrifugiranjem radi ispitivanja. Kad je rastenje kristala napredovalo do tačke da je nastala gusta kaša, koja sadrži 40 ili više procenata svoje težine u kristalima, može se kaša na poznati način centrifugirati, pri čemu treba paziti da se izbegne svako znatno smanjivanje temperature. Za vreme centrifugiranja treba temperatura da leži ispod tačke topljenja kristala, koji se nalaze u osnovnoj lužini a u tim granicama da je po mogućstvu što viša, kako bi se zaostala osnovna lužina održavala dovoljno tečna. Za to se može upotrebiti svaka podesna vrsta kupovnih centrifuga. Kristali, koji su razdvoјeni u centrifugi, ostaju ovlašeni izvesnim ostatkom osnovne lužine, koji se ne može potpuno ukloniti centrifugiranjem. Ovi se kristali vade iz centrifuge pa se radi sprečavanja zgrudnjavanja pri polaganom kretanju hlade i/ili suše. Može se upotrebiti svaka proizvoljna metoda sušenja, tako na pr. upotreba vakuuma ili primena vazduha pri podesnim temperaturama, koje leže ispod tačke topljenja kristala. Time se prionula osnovna lužina dovodi do kristalizacije na površinama kristala, tako da se ona sjedinjuje s njima skoro kao jedan homo-



gen deo. Tako se dobije krajnji proizvod koji je suv, labav i koji se ne zgrudvava.

Kod napred opisanog načina rada može se postići kaša, koja sadrži između 40 do 50 težinskih procenata kristala u osnovnoj lužini. Kristali, koji se odvoje od osnovne lužine imaju posle hlađenja i/ili sušenja obeležje u skoro potpuno podjednako veličini, u nedostatku prašine i u sposobnosti za presipavanje.

Kao drugi primer za izvođenje ovog pronalaska opisać se spravljanje natrium-metasilikat-enahidrata  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ . Spravi se rastvor natrium-metasilikata ( $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ ) čija je koncentracija podešena na kakvih 42,6 Bé (spec. tež. 1,420) pri 100° C. Ovaj se rastvor potom ohladi na 45° C. Pri ovoj temperaturi može se eventualno, radi početka kristalizacije dodati izvesna količina sitno samlevenih  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  — kristala i da se dobro izmeša u mešavini. Obično je dovoljno 5 kg. soli za pelcovanje na 2000 kg. rastvora. Potom se pelcovan rastvor neprekidno dobro meša, dok se njegova temperatura postepeno smanjuje. Mera hlađenja može na pr. shodno da iznosi 0,2° C u času. Hlađenje se može u toj meri nastaviti 10 časova. Potom se može temperatura smanjivati u času za iznos od 0,1° C dok se ne postigne temperatura od 42° C. Sad treba da se održava ova temperatura i da se nastavi mešanje mase dok kristali ne poraste na željenu veličinu. Zatim se kristali mogu razdvojiti od osnovne lužine centrifugiranjem ili proizvodnim drugim mehaničkim sredstvima, pa potom bilo da se ohlade pri kretanju ili eventualno da se suše pri kretanju sprovođenjem nad njima vrele vazdušne struje od nekih 45° C. Dobijen proizvod sastoji se iz  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  kristala sa skoro podjednakom veličinom. Uglavnom se dobijaju izraziti podjednaki kristali, ali postojaće ipak nekoliko malih kristalnih agregata. U svakom slučaju delići imaju kristalni oblik a dobijen proizvod je suv i može se presipavati.

Pri izvođenju ovog pronalaska vrlo je važno da se temperatura osnovne lužine posle pelcovanja ne snizi suviše brzo. Utvrđeno je da iznos hlađenja, koji je naveden u napred opisanom primeru, daje odlične proizvode; ali prirodno je, da se tehnika kristalizacije može prema praksi i iskustvu znatno menjati. Tako će na pr. pristali rasti u tečnostima različite koncentracije i sastava, pri čemu se onda temperatura mora podešavati prema toj koncentraciji i tom sastavu.

Tačno podešavanje broja kristalizacionih klica je vrlo važno za postizanje proizvoda sa željenim svojstvima. Kad ovde postoji suviše klica, može kaša kristaliza-

cijom da postane vanredno gusta, ili čak čvrsta pre nego pojedini kristali poraste na željenu veličinu. Ali kad ovde ima malo klica, onda se trajanje kristalizacije nesrazmerno mnogo produžava pa su kristali skloni da postanu suviše veliki. Svakom stručnjaku je razumljivo da regulisanje ovog postupka zavisi samo od iskustva i sprema.

Zatim treba s tim u vezi primeniti da se kristalizacione klice, kad se one jednom obrazuju, mogu dovesti do porasta u određene kristale time što se rastvor polagano isparuje održavanjem temperature ispod tačke topljenja željenog hidrata. Ovo se može na shodan način izvesti u nekom vakuumskom kotlu za isparivanje. Ovaj način rada daje proizvod, koji je vrlo sličan onom dobijenom polaganim hlađenjem. Ali se može upotrebiti svaki od ova dva postupka.

Predviđeno je da se za izvođenje postupka prema ovom pronalasku mogu primeniti i druga sredstva i preduzimanja za regulisanje rastezanja kristala, broja obrazovanih kristalnih klica i veličine dobijenih kristala, koja su poznata stručnjacima iskusnim u kristalizacionoj tehnici. Tako se na pr. može nekom prethodno pelcovanom rastvoru dodati neki manje koncentrisan rastvor ili voda, tako da pod ovakvim uslovima rade već postojeće kristalne klice nastavljaju svoje rastezanje ali se ne obrazuju nove klice.

Zatim je predviđeno da se kristalna masa posle razdvajanja od osnovne lužine a pre sušenja i/ili hlađenja, kojima se izaziva kristalizacija osnovne lužine, radi uklanjanja prionule lužine može na podesan način ispariti tako na pr. upotrebom manje viskoznih silikatnih rastvora odn. silikatnih rastvora, koji imaju manju koncentraciju od osnovnih lužina ili pomoću drugih sredstava, koja su stručnjacima poznata.

Po sebi se razume može se tako spraviti polazni rastvor i tako izabrati so za pelcovanje, da se dobija svaki željeni hidrat. Napred su pentahidrat i enahidrat navedeni samo kao primeri. Kao važnu činjenicu treba imati u vidu da se kristalizacija mora izvesti dok osnovna lužina ima srazmerno malu viskozu i dok je rastvorljivost kristala srazmerno velika. Razdvajanje osnovne lužine vrši se preimućstveno pri skoro jednakoj temperaturi kao kristalizacija ili pri višoj temperaturi; ova je temperatura ipak najviše ograničena tačkom topljenja kristala, koji se nalaze u osnovnoj lužini. Kod pentahidrata navedenog u poslednjem primeru leži tačka topljenja kod 71,8° C (t. j. za čisto jedinjenje u vazduhu); pri tome je centrifugiranje izve-



deno otprilike kod 64° C. Drugi hidrati imaju druge tačke topljenja tako da ovde dolaze u obzir druge temperature kod izvođenja ovog postupka. Donje granice temperature za centrifugiranje može se odrediti bilo žilavošću osnovne lužine, bilo brzinom, kojom nastaju nove kristalne klice u svakom pojedinom slučaju ili pojavom druge čvrste faze.

Kod spravljanja drugih hidrata vrši se pelcovanje izvesnom količinom željenog kristalnog hidrata. U izvesnim slučajevima nije ipak potrebno da se doda nešto željenog kristalnog hidrata kao so za pelcovanje, pošto se po neki put kristalne klice obrazuju same. U ovim slučajevima je za preporuku da se od kristalizacije mase odvede tolike količine toplote, da se temperatura bilo održava na skoro podjednako visini, bilo samo postepeno smanjuje.

Zatim treba imati u vidu da napred opisani način rada dozvoljava znatne promene u koncentraciji polaznog rastvora, dok se ta koncentracija ne sme menjati kod postupka kod kog cela početna tečnost prelazi u krajnji proizvod tako na pr. kod spravljanja kristalizacionih masa, koje se moraju samleti.

Kod postupka prema ovom pronalasku dovodi se do kristalizacije samo čisto jedinjenje, tako da nečistoće, koje se eventualno nalaze u mešavini utiču samo na lužinu ali malo utiču na sastav kristala.

Po sebi se razume da može po neki put da bude preimućstveno da se male količine zaostale osnovne lužine dovedu potpuno ili delimično do kristalizacije tako, da nastane prethodno određena čvrsta faza, koja se razlikuje od osnovnih kristala. I pri tome se dobija masa, koja je čistija i dugotrajnija nego do sad poznati proizvodi.

Napominje se još da za izvođenje postupka prema ovom pronalasku nije uvek potrebno da se održava odnos od 1:1 za silicisku kiselinu i natriumoksid, nego može da bude preimućstveno da se kristalizacija vrši iz rastvora u kom je drukčiji odnos siliciske kiseline naspram natriumoksidu odn. nekom drugom alkalnom oksidu.

U izvesnim slučajevima mogu se pojaviti uslovi rada u kojima se ne može lako izvesti kristalizacija prionule osnovne lužine, posle mehaničkog razdvajanja glavne mase osnovne lužine, na napred opisan način hlađenjem i/ili sušenjem kristala, tako na pr. kad je glavna kristalizacija izvršena u naročito alkalnoj osnovnoj lužini ili kad su u osnovnoj lužini bile nečistoće. Takve se poteškoće mogu obično mimoći prekristalizacijom, kako bi se smanjila koncentracija nečistoće u

tečnosti, koja prijanja uz novoobrazovane kristale, ili isparavanjem kristalinskih delova rastvorom dotičnog hidrata ili rastvorom jednake vrste. Zaoštalost tečnosti za ispiranje može se posle prevesti u čvrsti odlik na način rada, koji su uobičajni za kristalizaciju osnovne lužine. Kod oba postupka dobijaju se prilično čisti proizvodi.

Stručnjacima će biti očigledno, da se izbor uslova rada za izvođenje postupka prema ovom pronalasku znatno olakšava obraćanjem pažnje na ravnoteže prema faznom pravilu. Na ovaj način izražavanje uopšte rečeno, obuhvata ovaj postupak za svaki sistem, koji se može izraziti dvema komponentama vode i alkoholnog silikata sa određenim odnosom siliciske kiseline na spram alkalnom oksidu sledeće tačke: 1) Spravljanje stabilnog vodenastog rastvora alkalnog silikata sa datim odnosom pri koncentraciji koja leži između dveju granica. Gornja granica koncentracije je određena tačkama nepromenljive mešavine, kod kojih može dotični hidrat, koji treba da se spravi da stoji u stabilnoj ravnoteži sa narednim nižim hidratom (ili jedinjenjem sa sličnim odnosom faznog pravila prema dotičnom hidratu) zajedno sa rastvorom i parom, a donja granica je određena tačkama, pri kojima može dotični hidrat da stoji u stabilnoj ravnoteži sa narednim višim hidratom (odn. jedinjenjem sa sličnim odnosom faznog pravila prema dotičnom hidratu) zajedno sa rastvorom i parom; 2) hlađenje tog rastvora do temperature, pri kojoj nastaje kristalizacija; 3) pelcovanje tog rastvora sa podesnom količinom sitnih zrna željenog hidrata da bi se izazvala kristalizacija tog hidrata; 4) odvođenje toplote pri istovremenom mešanju u takvoj meri, da se izazove skoro podjednako rastenje kristalnih klica; 5) mehaničko uklanjanje glavnog dela osnovne lužine kad kristali postignu željenu veličinu, i 6) izazivanje kristalizacije prionule osnovne lužine pri istovremenom kretanju kristala, tako da se osnovna lužina u glavnom pojavi kao homogeni dodatak ranije proizvedenim kristalima.

Kristalizacija se može izvesti i isparavanjem vode pošto je rastvor doveden na temperaturu, koja leži između dveju granica temperature, koje određuju područje stabilnosti dotičnog hidrata u ovom dvokomponentnom sistemu. Stručnjacima, koji su iskusni u teoriji i primeni faznog pravila će biti očigledno, da se ne mogu postaviti nikakvi opšti podaci o uslovima pod kojima se može proizvesti određeni hidrat, da bi se naveli uslovi, koji se pojavljuju kod kristalizacije nekog alkali-silikat-hidrata iz kompliciranih si-



stema od napred pomenutog dvokomponentnog sistema. Takvi slučajevi mogu nastati na primer kod sistema kod kog postoje znatne količine kuhinjske soli (NaCl) i/ili drugih nečistoća. Drugi slučaj može nastati kad je odnos siliciske kiseline naspram alkali-oksidu različit u polaznom rastvoru i u razdvojenim čistim kristalima. Napred navedeni primeri moraju se tretirati kao tri — ili višekomponentni sistemi. Kad radni uslovi ova oba primera postoje istovremeno u jednom sistemu, onda se ovaj mora tretirati kao četvoro — ili višekomponentni sistem.

Prema vrsti i koncentraciji a i količini nečistoće odn. prema odnosu siliciske kiseline naspram alkalioksida u polaznom rastvoru razni su granični uslovi i vreme, kod kojih se može dobiti određeno jedinjenje. Poznato je da na pr. višak alkali t. j. odnos malo siliciske kiseline naspram alkalioksida u određenim slučajevima, povećava brzinu rastezanja kristala. Ovaj se pronalazak odnosi na alkalisilikat-hidrate novih oblika, sposobnih za trgovinu kao i na postupak za njihovo spravljanje. Po sebi se razume da ovaj pronalazak nije ograničen na napred navedene oblike izvođenja, nego da se ovi u pojedinostima mogu menjati, a da se ne napušta suština ovog pronalaska.

#### Patentni zahtevi:

1) Postupak za spravljanje kristalnih alkalisilikat-hidrata, naročito natriumsilikat-hidrata kao na pr. natrium-metasilikat-hidrata iz rastvora alkalisilikata, naznačen time, što se rastvori alkalisilikata, u kojima molekularni odnos  $\text{SiO}_2$  naspram alkalioksida odgovara tom odnosu kod kristala, koji se imaju spraviti, podešavaju pri povišenim temperaturama otprilike na količinu vode potrebnu za hidrat, koji se ima spraviti, pa se ti rastvori pri temperaturi, koja leži malo ispod tačke topljenja željenog alkalisilikat-hidrata pri sasvim postepenom odvođenju toplote i pri višecasevnom dobrom mešanju, dovode do delimične kristalizacije i potom se iz obrazovane kristalne kaše pri održavanju pomenute temperature uklanjanja osnovna lužina na pr. centrifugiranjem, te se zatim dobijeni kristali suše.

2) Postupak prema zahtevu 1, naznačen time, što se rastvori alkalisilikata, koji su podešeni na željenu sadržinu vode pelcuju kristalima u sitnom obliku, koji imaju isti sastav kao hidrat, koji se ima spraviti, pri temperaturi, koja leži malo ispod tačke topljenja hidrata, koji se ima spraviti, pa se masa neprestano dobro meša pri održavanju navedene temperature.

3) Postupak prema zahtevima 1 i 2, naznačen time, što se dobijeni kristali raz-

dvojeni od osnovne lužine pri polaganom kretanju suše pod vakuumom ili pomoću vazdušne struje, čija temperatura leži ispod tačke topljenja dotičnog hidrata.

4) Postupak prema zahtevima 1 do 3, naznačen time, što se za spravljanje natrium-metasilikat-pentahidrata uspostavi vodenasti rastvor silikata sa približnim sastatom  $1 \text{ Na}_2\text{O}:0,995 \text{ SiO}_2:5,9 \text{ H}_2\text{O}$ , ovaj rastvor pri kakvih  $65^\circ\text{C}$  pelcuje kristalinskim natrium-metasilikat-pentahidratom pa se pri neprestanom mešanju više časova održava na podjednako temperaturi i potom se postepeno nastala viskozna kristalna kaša otprilike pri istoj temperaturi centrifugira ili na drugi način razdvoji od osnovne lužine, te se dobijeni kristali osuše shodno pri polaganom kretanju.

5) Postupak prema zahtevima 1 do 3, naznačen time, što se za spravljanje natrium-metasilikata-enahidrata rastvor natrium-metasilikata, čija je koncentracija uspostavljena na nekih  $42,6^\circ$  Baumé (spec. tež. 1,420) pri  $100^\circ\text{C}$ , ohladi na  $45^\circ\text{C}$  pa posle pelcovanja sitno samlevenim kristalima  $\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  pri neprestanom mešanju sasvim polako (otprilike za  $0,1^\circ\text{C}$  na čas) još više ohladi dok temperatura ne dođe do kakvih  $42^\circ\text{C}$ , te se pri toj temperaturi produži dotle mešanje, dok kristali ne postignu željenu veličinu, pa se potom pri otprilike jednakoj temperaturi osnovna lužina ukloni centrifugiranjem ili drugim mehaničkim sredstvima, a dobijeni kristali se osuše kod nekih  $45^\circ\text{C}$  shodno pri kretanju.

6) Postupak prema zahtevima 1 do 5, naznačen time, što se kristalizacija alkalisilikatnog rastvora prekine kad nastane viskozna kaša, koja sadrži oko 40 do 50 težinskih procenata kristala, pa se onda kristali odvoje i osuše na naveden način.

7) Postupak prema zahtevima 1 do 6, naznačen time, što se alkalisilikatni rastvor, koji je uspostavljen na željenu sadržinu vode i koji je zagrejan na temperaturu malo nižu od tačke topljenja hidrata, koji se ima spraviti, čim se u njemu obrazuju kristalne klice, polako isparuje pri održavanju ove temperature, shodno u nekom vakuumskom kotlu za isparavanje pa se kristalizacija prekine čim kristali postignu odmerenu veličinu.

8) Postupak prema zahtevima 1 do 7, naznačen time, što se dobijeni kristali posle razdvajanja od osnovne lužine, ispiraju nekim alkalisilikatnim rastvorom nešto slabije koncentracije.

9) Postupak prema zahtevu 1 do 8, naznačen time, što se za kristalizaciju upotrebljava alkalisilikatni rastvor, koji sadrži nešto više alkalioksida, nego što odgovara molekularnom odnosu  $\text{SiO}_2$  na-



spram alkalioksidu kod kristala, koji se imaju spraviti.

10) Postupak prema zahtevima 1 do 9, naznačen time, što se upotrebljava 5 delova soli za pelcovanje na 2000 delova rastvora.

11) Postupak prema zahtevima 1 do 10, naznačen time, što se osnovna lužina odvojena od kristala potpuno ili delimično dovoni do kristalizacije hladenjem.

