



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007145565/15, 07.12.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
07.12.2007

(45) Опубликовано: 10.06.2009 Бюл. № 16

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2058408 C1, 20.04.1996. RU 2097321
C1, 27.11.1997. RU 2286947 C2, 10.10.2005. US
5458864 A, 17.10.1995. JP 3257010 A,
15.11.1991. JP 3232714 A, 16.10.1991.

Адрес для переписки:

634050, г.Томск, пр. Ленина, 30, Томский
политехнический университет

(72) Автор(ы):

Дьяченко Александр Николаевич (RU),
Крайденко Роман Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

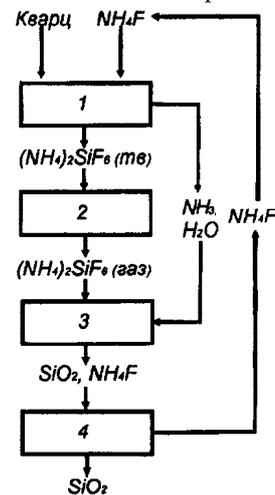
Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования Томский политехнический
университет (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической промышленности. Проводят механическое смешение исходного кремнийсодержащего сырья и фторида - гидродифторида аммония при комнатной температуре до прекращения выделения аммиака и воды. Полученную шихту нагревают до температуры 320-340°C до полного отделения газообразного гексафторсилката аммония. Гидролиз газообразного гексафторсилката аммония проводят орошением аммиачной водой. Предложенное изобретение позволяет получить диоксид кремния сорта «белая сажа»

непосредственно из газовой фазы. 1 ил.





FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C01B 33/12 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: **2007145565/15, 07.12.2007**

(24) Effective date for property rights:
07.12.2007

(45) Date of publication: **10.06.2009 Bull. 16**

Mail address:
**634050, g.Tomsk, pr. Lenina, 30, Tomskij
politekhničeskij universitet**

(72) Inventor(s):
**D'jachenko Aleksandr Nikolaevich (RU),
Krajdenko Roman Ivanovich (RU)**

(73) Proprietor(s):
**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija Tomskij
politekhničeskij universitet (RU)**

(54) SILICON DIOXIDE PROCESS

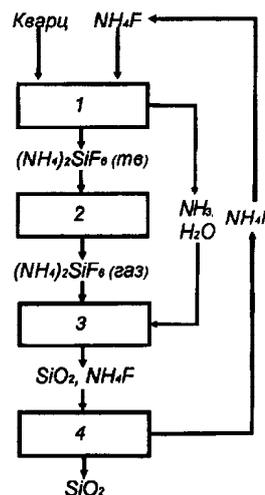
(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used in chemical industry. Siliceous feed stock and ammonium fluoride - hydrodifluoride are mechanically mixed at room temperature until ammonia and water precipitation is stopped. Prepared charge mixture is heated up to temperature 320 - 340°C to separate gaseous ammonium hexafluorosilicate completely thereafter hydrolysed with ammonia water irrigation.

EFFECT: gas-phase process of carbon white silicone dioxide.

1 dwg, 2 ex



RU 2 357 925 C1

RU 2 357 925 C1

Изобретение относится к области химической технологии неорганических веществ и может быть использовано в тех случаях, когда необходимо получить синтетический диоксид кремния, например, сорта «белая сажа».

Известен способ получения синтетического диоксида кремния действием кислот (H_2SO_4 , HCl) на силикат натрия, реже на другие растворимые силикаты [Химическая энциклопедия: В 5 т.: т.2 / Ред-кол.: Кнунянц И.Л. (гл. ред) и др. - М.: Сов. энцикл., 1990. - 671 с. (Статья «Кремния диоксид» на стр.518)]. Недостатком данного методом загрязненность полученного диоксида кремния SO_4^{2-} , Cl^- , Fe^{3+} , Al^{3+} , Ca^{2+} .

Известен способ обогащения природных минералов и руд химическим методом и может быть использован в тех случаях, когда основной балластной примесью является окись кремния. Способ обескремнивания включает смешение предварительно диспергированного продукта с твердым фторид - гидродифторидом аммония в массовом отношении (SiO_2 в сырье: фторид - гидродифторид аммония) равном 1:1,5-1:5,5 и последующую прокалку гомогенизированной смеси в интервале температур 100-500°C при градиенте подъема температур 5-10°C/мин. При охлаждении газовой фазы выделяется твердый продукт - десублимат, представляющий собою смесь кремнефторида и фторида - гидродифторида аммония. Десублимат является сырьем для получения фтористых соединений, в том числе и для получения фторид - гидродифторида аммония, который может быть подвергнут рециркуляции [патент №2226500]. Недостатком данного способа является многостадийность процесса, включающего стадии десублимации кремнийсодержащего продукта и его последующее растворение.

Известен способ, прототип, получения тонкодисперсного диоксида титана высокой чистоты, диоксида кремния высокой чистоты и легированного оксида железа из титансодержащего сырья. Сущность изобретения: путем фторирования минерального сырья гидродифторидом аммония, термообработки перфторированной массы с разделением продуктов фторирования и последующего гидролиза выделенного фтораммониевого комплекса титана получают диоксид титана. Гидролизом шлама получают оксид железа. Обработкой выделенного конденсата гексафторсиликата аммония аммиачной водой получают диоксид кремния [патент №2058408].

Недостатком способа является то, что процесс фторирования исходного сырья происходит в одном аппарате. При нагревании смеси фторида - гидродифторида аммония с рудой происходит разжижение реагирующей среды с последующим налипанием продуктов реакции на стенки аппарата, приводящее к невозможности выгрузки продукта из аппарата и соответственно невозможности промышленного внедрения.

Задачей настоящего изобретения является разработка промышленного способа получения диоксида кремния сорта «белая сажа».

Технологическая последовательность операций показана на чертеже. Поставленная задача решается тем, что предварительно диспергированное исходное кремнийсодержащее сырье механически смешивают с фторидом - гидродифторидом аммония в смесителе 1. При комнатной температуре начинается процесс взаимодействия диоксида кремния, находящегося в исходной руде, механическое перемешивание способствует увеличению поверхности реагирования и интенсифицирует процесс. В результате реакции образуется твердый гексафторосиликат аммония $(NH_4)_2SiF_6$, и газообразные аммиак NH_3 и вода H_2O . Образующиеся в результате реакции NH_3 и H_2O поступает в абсорбер 3, где

происходит конденсация газов и получение аммиачной воды. Полученную в смесителе 1 шихту нагревают в сублиматоре 2 до температуры 320-340°C и выдерживают до полного сублимационного отделения гексафторосиликата аммония. Гексафторосиликат аммония по обогреваемому трубопроводу поступает в абсорбер 3, где происходит его орошение аммиачной водой, при этом происходит образование твердого диоксида кремния и раствора фторида аммония. Твердый оксид кремния отделяется от раствора фторида аммония на фильтре 4. Раствор фторида аммония упаривается, твердый фторид аммония поступает на разложение новой партии кварца.

Отличительными признаками изобретения является проведение процесса в двух последовательных аппаратах - смесителе 1, где происходит химическая реакция, и сублиматоре 2, где происходит испарение гексафторосиликата аммония. Это позволяет избежать разжижение реагирующей массы. Вторым отличительным признаком является гидролиз гексафторосиликата аммония непосредственно из газовой фазы, что позволяет избежать стадии десублимации гексафторосиликата аммония и его механический перенос в аппарат, где происходит стадия растворения и аммиачного гидролиза.

Пример 1

Навеску кремнийсодержащего сырья (кварца) массой 20 г смешивают с 62,7 г гидродифторида аммония и подвергают механическому перемешиванию в корундовой ступе до прекращения выделения аммиака. Полученную шихту переносят в герметичный корундовый тигель с обогреваемой газоотводной трубкой и выдерживают в печи при температуре 330°C, происходит сублимация гексафторосиликата аммония. Газообразный гексафторосиликат аммония по обогреваемой до температуре 330°C трубке направляют в абсорбционную колонку на орошение аммиачной водой. На выходе из абсорбционной колонки получается пульпа, состоящая из оксида кремния и раствора фторида аммония. Полученную пульпу переносят на фильтр и отделяют твердый остаток, представляющий собой диоксид кремния. Масса полученного диоксида кремния после сушки и прокаливания составила 19,76 г.

Пример 2

Отличается от примера 1 тем, что в качестве вскрывающего реагента использовали фторид аммония в количестве 81,4 г. Масса полученного диоксида кремния составила 19,75 г.

Формула изобретения

Способ получения диоксида кремния, включающий фторирование исходного кремнийсодержащего сырья фторидом - гидродифторидом аммония, сублимационное отделение гексафторосиликата аммония и выделение диоксида кремния методом аммиачного гидролиза, отличающийся тем, что на первой стадии проводят механическое смешение руды и фторида - гидродифторида аммония при комнатной температуре до прекращения выделения аммиака и воды, на второй стадии полученную шихту нагревают до температуры 320-340°C до полного отделения газообразного гексафторосиликата аммония, гидролиз проводят методом орошения газообразного гексафторосиликата аммония аммиачной водой.