



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **92505** (13) **U**
(51) МПК
C01B 33/18 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2014 00473	(72) Винахідник(и): Рищенко Ігор Михайлович (UA), Семченко Галина Дмитрівна (UA), Білогур Ірина Сергіївна (UA), Савенков Анатолій Сергійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 20.01.2014	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 26.08.2014	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 26.08.2014, Бюл.№ 16	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ "ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ", вул. Фрунзе, 21, м. Харків-2, 61002 (UA)

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ БІЛОЇ САЖИ

(57) Реферат:

Спосіб одержання білої сажі включає одержання суспензії діоксиду кремнію, фільтрацію, промивку та сушіння. Як прекурсор ультрадисперсного діоксиду кремнію використовують суспензію, одержану шляхом обробки низькосортної фосфоровмісної сировини нітратною кислотою, суспензію видержують 15-20 хвилин при температурі 50-60 °С, весь час перемішуючи, центрифугують (виділяють) осад SiO₂, промивають водою при температурі 25-30 °С, сушать при температурі 30-40 °С і додають силіконове масло.

UA 92505 U

Корисна модель, що пропонується, належить до хімічних технологій, а саме до способів одержання високодисперсного кремнезему.

Близьким за технічною суттю та призначенням є спосіб одержання білої сажі [1], шляхом карбонізації силікатних розчинів, очистки суспензії діоксиду кремнію та сушіння. Недоліком аналога є необхідність використання сірчаної кислоти або іонного обміну для підвищення чистоти суспензії діоксиду кремнезему.

Відомий також спосіб одержання більш якісної білої сажі шляхом карбонізації розчину рідкого скла з наступною нейтралізацією суспензії сірчаною кислотою, фільтрацією, промивкою та сушінням [2]. Недоліком цього способу є наявність домішок сульфату та оксиду кальцію, що негативно впливає на властивості білої сажі.

Найбільш близьким аналогом за технічною суттю та призначенням є спосіб одержання білої сажі [3], який включає одержання суспензії діоксиду кремнію, фільтрацію, промивку та сушку. Цей спосіб одержання білої сажі характеризується зайвою затратою енергії на одержання рідкого скла, що є прекурсором ультрадисперсного діоксиду кремнію.

Основним недоліком цього способу є попередній синтез прекурсору SiO_2 - рідкого скла, що потребує значних ресурсо- та енерговитрат, та комкування одержаного порошку SiO_2 .

Задача корисної моделі полягає в тому, щоб зменшити енерговитрати на виготовлення прекурсору ультрадисперсного діоксиду кремнію, використовуючи для цього відходи після переробки низькосортної фосфоровмісної сировини наступного складу (% мас.): P_2O_5 - 13,3; CaO - 30,55; H_2O - 3,5; MgO - 1,2; Fe_2O_3 - 3,5; Al_2O_3 - 2,8; CO_2 - 6,0; K_2O - 3,2; Na_2O - 0,4; F - 1,1; SiO_2 - 28,3 та запобігти злежуванню порошку SiO_2 .

Поставлена задача та технологічний результат забезпечується тим, що спосіб одержання сажі, що включає одержання суспензії діоксиду кремнію, очистку її від домішок, фільтрацію, промивку та сушіння, згідно з корисною моделлю, як прекурсор ультрадисперсного діоксиду кремнію використовують суспензію, що одержана шляхом обробки фосфоровмісної сировини нітратною кислотою з утворенням азотно-кислотного розчину наступного складу (% мас): $[\text{HNO}_3]$ - 4,5-5,0; $[\text{H}_3\text{PO}_4]$ 8,0-9,0; $[\text{Ca}(\text{NO}_3)_2]$ 37,5-40,0; $[\text{H}_2\text{O}]$ - 43,0-44,0; $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3]$ - 3,3-4,0; $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3]$ - 3,8-4,5; $[\text{Mg}(\text{NO}_3)_2]$ - 2,0-3,0; $[\text{NaNO}_3]$ - 0,05-1,0; $[\text{KNO}_3]$ - 0,8-1,0; $[\text{H}_2\text{SiF}_6]$ - 0,3-0,4. Суспензію видержують 15-20 хвилин при температурі 50-60 °С, весь час перемішуючи, потім видаляють осад SiO_2 , промивають його водою (25-30 °С) сушать при температурі 30-40 °С, додають силіконове масло та збирають гідрофобізовані частинки білої сажі в рукавних фільтрах.

Позитивний результат забезпечується тим, що, по-перше, на виготовлення прекурсору ультрадисперсного кремнезему не витрачаються ресурси та енергія, тому що SiO_2 в запропонованому способі є відходом при одержанні добрив шляхом азотно-кислотної обробки низькосортної фосфоровмісної сировини. По-друге, одержують SiO_2 без домішок.

Використання запропонованого способу одержання білої сажі, що включає використання як прекурсору ультрадисперсного кремнезему відходів від одержання добрив шляхом азотно-кислотної переробки низькосортної фосфоровмісної сировини розчином нітратної кислоти, витримку суспензії при температурі 50-60 °С протягом 15-20 хвилин, дозволяє одержати чистий ультрадисперсний порошок кремнезему білої сажі, де вміст SiO_2 становить більше 99 %.

На кресленні представлено технологічну схему одержання білої сажі із відходів виробництва мінеральних добрив.

Сировину - фосфат-глауконітовий концентрат і нітратну кислоту 54-56 мас. % подають до реактору РК. Розкладення фосфориту проводимо при температурі 50-60 °С, внаслідок чого утворюється азотнокислотний розчин, який далі направляють на виробництво мінеральних добрив. Одержаний дрібнодисперсний мулкий осад наступного складу (у % мас): $[\text{NO}_3]$ - 1,1; $[\text{P}_2\text{O}_5]$ - 0,1; $[\text{CaO}]$ - 0,4; $[\text{Fe}_2\text{O}_3]$ - 1,0; $[\text{Al}_2\text{O}_3]$ - 0,6; $[\text{SiO}_2]$ - 96,6-96,8 направляється з збірника ЗБ1. Декантація проводиться гарячою водою зі збірника ЗБ2, що підігріта у теплообміннику АТІ. Після 4-кратної промивки осад подається на циклонний фільтр ІД, в якому й вилучається залишкова волога, на далі він подається у збірник ЗБ3, звідки направляється на стадію подрібнення у дробарку Д. Далі осад сушать у вібраційній сушці АС при температурі 30-40 °С, змішують з силіконовим маслом у збірнику ЗБ4, звідки сажу направляють на склад готової продукції. Хімічний склад отриманої білої сажі наступний (мас. %): $[\text{CaO}]$ - 0,25; $[\text{Fe}_2\text{O}_3]$ - 0,15; $[\text{Al}_2\text{O}_3]$ - 0,2; $[\text{SiO}_2]$ - 99,4-99,5.

Конкретні приклади способу одержання білої сажі наведені в таблиці.

Таблиця

Спосіб одержання білої сажі

Найменування показників		Параметри					
		Позамежові	1	2	3	Позамежові	Аналог
1.	Попереднє приготування (синтез) прекурсор SiO_2	-	-	-	-	-	Рідке скло
2.	Використання сировини України	+	+	+	+	+	-
3.	Виготовлення суспензії	+	+	+	+	+	+
4.	Обробка силікатних розчинів, перемішування, нагрів, центрифугування	+	+	+	+	+	+
5.	Одержання осаду SiO_2	+	+	+	+	+	+
6.	Промивка осаду SiO_2	+	+	+	+	+	+
7.	Обробка силіконовим милом	+	+	+	+	+	-
8.	Сушка, температура 30-40 °C	+	+	+	+	+	+
Властивості білої сажі							
1.	Розмір частин (мкм)	50-100	50-100	50-100	50-100	50-100	50-100
2.	Вміст SiO_2 в білій сажі, % мас.	97,8	99,5	98,9	99,3	98,1	96,0
3.	Кількість CaO , % мас.	0,3	0,25	0,3	0,25	0,3	0,6

Згідно з даними таблиці, найкращі властивості одержано при виготовленні білої сажі за прикладом 1.

- 5 Приклад 1. Спочатку природну сировину у вигляді фосфоровмісної руди подрібнюють, обробляють розчином нітратної кислоти концентрацією 56 % мас., одержують суспензію, яку, перемішуючи, нагрівають до температури 50-60 °C, далі центрифугують і одержують осад SiO_2 , промивають його, сушать при температурі 30-40 °C та додають силіконове масло. В результаті одержано білу сажу, в якій вміст SiO_2 складає 99,5 (% мас.). Домішками є (в % мас.): CaO - 0,25; Fe_2O_3 - 0,15; Al_2O_3 - 0,2.

10 Це надає можливість рекомендувати розроблений спосіб одержання білої сажі використовувати при отриманні ультрадисперсного наповнювача композиційних матеріалів.

В порівнянні з відомими аналогічними способами запропонована корисна модель має такі переваги:

- 15 - виключає витрати на попередній синтез прекурсор кремнезему;
 - забезпечує повне використання низькосортної фосфоровмісної сировини;
 - забезпечує одержання чистого ультрадисперсного порошку SiO_2 розміром частинок менше 100 мкм;
 - виключається стадія спеціальної очистки від CaO .

20 Джерела інформації:

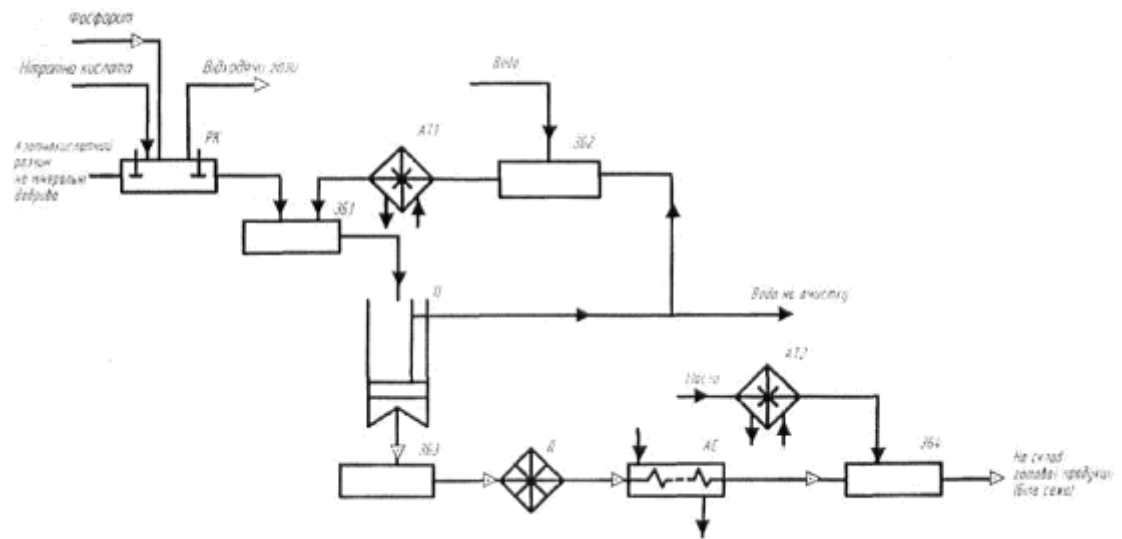
1. Патент 331660 SU. С01В 33/193, Спосіб получения высокодисперсной двуокиси кремния. /В.И. Панов, А.Н. Новиков, Я.Е. Махновский. Заяв. 22.06.70. Опублик. 30.12.84. Бюл. № 48

2. Патент 2023664 RU. С01В 33/18, С09С 1/28. Спосіб получения осажденного кремнеземного наполнителя. /Деревянко В.В., Соболев В.Ф., Поляков Е.П. Заявка: 23.09.1991. Дата публикации: 30.11.1994.

25 3. АС СРСР № 431104, МПК С01В 33/18. Спосіб получения белой сажи. /Микитенко Г.Н., Лебеденко Т.Д., Мефет В.В. Заявка: 04.01. 1972. Дата публикации: 03.01.75. Бюл. № 21.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

30 Спосіб одержання білої сажі, який включає одержання суспензії діоксиду кремнію, фільтрацію, промивку та сушку, який **відрізняється** тим, що як прекурсор ультрадисперсного діоксиду кремнію використовують суспензію, одержану шляхом обробки низькосортної фосфоровмісної сировини нітратною кислотою, суспензію видержують 15-20 хвилин при температурі 50-60 °C, весь час перемішуючи, центрифугують (виділяють) осад SiO_2 , промивають водою при температурі 25-30 °C, сушать при температурі 30-40 °C і додають силіконове масло.



Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601