

(19) **KG** (11) **1395** (13) **C1** (46) **31.10.2011**ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ(51) **C01B 33/02** (2011.01)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ****к патенту Кыргызской Республики под ответственность заявителя**(19) **KG** (11) **1395** (13) **C1** (46) **31.10.2011**

(21) 20100077.1

(22) 09.06.2010

(46) 31.10.2011, Бюл. №10

(76) Ташполотов Ы.; Масайтов И.И.; Омурбекова Г.К. (KG)

(56) А.с. SU №1832114, кл. C01B 33/02, 1993

(54) Способ получения высокочистого кремния из отходов рисового производства (рисовой шелухи)

(57) Изобретение относится к области технологии получения высокочистого кремния.

Задачей изобретения является разработка менее трудоемкого и экономичного способа получения высокочистого кремния.

Поставленная задача решается при помощи способа получения высокочистого кремния из отходов рисового производства, включающая промывку, отжим, и кислотную обработку рисовой шелухи, где кислотную обработку рисовой шелухи проводят смесью соляной кислоты со спиртом в объемном соотношении 2 : 1, затем азотной кислотой, а карботермическое восстановление проводят термообработанным бурым углем в атмосфере воздуха при температуре 1200-1400°C.

1 н.п. ф., 1 пр.

(21) 20100077.1

(22) 09.06.2010

(46) 10.31.2011, Bull. №10

(76) Tashpolotov N., Masaitov I.I., Omurbekova G.K. (KG)

(56) Author's certificate SU №1832114, cl. C01B 33/02, 1993

(54) Method of production of high-purity silicon from the rice production wastes (rice husk)

(57) The invention relates to technology of high-purity silicon production.

Problem of the invention is to provide less labor-intensive and cost-effective method of high-purity silicon obtaining.

The problem is solved using the method of production of high-purity silicon from the rice production wastes, which includes water flushing, wringing, and rice husk acid treatment, where the acid treatment of rice husk is carried out by the mixture of hydrochloric acid with alcohol in a volume ratio of 2: 1, followed by nitric acid; and the carbothermal reduction is conducted by heat-treated brown coal in the open air at the temperature of 1200-1400°C. 1 independ. claim, 1 example.

Изобретение относится к области технологии получения высокочистого кремния.

Известен способ получения карбонизированного диоксида кремния высокой степени чистоты, а также сорбентов на этой основе и различных соединений кремния (карбид, нитрид и др.). Рисовую шелуху промывают водой, затем подвергают выщелачиванию соляной кислотой. Эти

операции повторяют 3-4 раза по 20 мин. Вновь промывают водой и сушат. Обработанную таким образом рисовую шелуху подвергают окислительному обжигу в потоке воздуха при 800°C, а образующийся при этом продукт хлорируют хлористым водородом при 800-950°C не менее 30 мин. (А. с. SU №1699918, кл. C01B 33/12, 1991).

Известен способ получения высокочистого аморфного диоксида кремния и углерода из рисовой шелухи (патент RU №2161124, кл. C01B 33/12, 2000), который используется в химической промышленности. Получают аморфный диоксид кремния из рисовой шелухи и после промывки отжим рисовой шелухи производят при давлении 0,01-10 МПа.

Также известен способ получения кремния из рисовой шелухи, применяемый для изготовления солнечных батарей, включающий рассев рисовой шелухи, промывку шелухи в холодной и горячей воде (деионизированной водой), обжим шелухи проводят при давлении 0,01-10 МПа после промывки, далее обрабатывают рисовую шелуху раствором перекиси водорода или муравьиной кислоты, сушат и проводят пиролиз при температуре 340-500°C и карботермическое восстановление в атмосфере азота при температуре 1300-1500°C в течение 4-6 ч. Полученный нитрид кремния далее подвергают в течение 4-8 ч. термообработке в вакууме или в атмосфере аргона при температуре 1600-2200°C (А.с. SU №1832114, кл. C01B 33/02, 1993).

Недостатками указанных способов является невысокая производительность процесса. Производство получения высокочистого кремния трудоемко и требует больших трудовых и материальных затрат. В известных способах в основном получают из рисовой шелухи двуокись кремния.

Задачей изобретения является разработка менее трудоемкого и экономичного способа получения высокочистого кремния.

Поставленная задача решается при помощи способа получения высокочистого кремния из отходов рисового производства, включающая промывку, отжим, и кислотную обработку рисовой шелухи, где кислотную обработку рисовой шелухи проводят смесью соляной кислоты со спиртом в объемном соотношении 2 : 1, затем азотной кислотой, а карботермическое восстановление проводят термообработанным бурым углем в атмосфере воздуха при температуре 1200-1400°C.

Сущность изобретения состоит в том, что в качестве исходного сырья используют отходы рисового производства, а именно рисовую шелуху. Подготовленную рисовую шелуху укладывают в ванну из нержавеющей стали, оснащенной шнековой системой перемешивания и нагревателя с кожухом. Промывают горячей водой в течение 30 минут. Затем промывают водой в течение 20 минут при температуре 20°C и сушат при температуре 100°C. Высушенную рисовую шелуху подвергают термической обработке в реакторе при температуре 450-500°C, которая изготовлена из толстостенной нержавеющей стали, содержащей отводную трубку, в течение одного часа. Отводную трубку соединяют последовательно с двумя стеклянными колбами, одна из которых соединена с холодильником, а вторая служит приемником жидких и легколетучих продуктов. В процессе термической обработки, т.е. пиролизе, рисовой шелухи получают следующие вещества – соли кальция, уксусная кислота, метиловый спирт, ацетон и летучие – углекислый газ, метан, кислород, азот и др.

В целях удаления примесей солей неорганических металлов из диоксида кремния в закрытом реакторе проводят кислотное травление. Для этого готовят кислотно-спиртовой раствор из двух частей соляной кислоты и одной части спирта в объемном соотношении. Сначала обрабатывают диоксид кремния кислотно-спиртовым раствором и затем азотной кислотой при температуре 220°C. Далее обрабатывают водой до pH = 7 и сушат при температуре 100°C.

Карботермическое восстановление диоксида кремния проводят в атмосфере воздуха в полупромышленной, руднотермической, электродуговой установке при температуре 1200-1400°C в течение трех часов.

Пример осуществления предложенного способа получения высокочистого кремния.

Готовят реактор – ванну из нержавеющей стали оснащенной шнековой системой перемешивания и нагревателем с кожухом, и вводят 400 кг измельченной рисовой шелухи. Промывку рисовой шелухи проводят горячей водой в ванне объемом 1200 л при температуре 50-100°C путем перемешивания в течение 30 мин. Далее промытую в горячей воде рисовую шелуху промывают в течение 20 мин холодной, чистой водой при температуре 20°C. Затем сушат промытую рисовую шелуху при 100°C. Высушенную рисовую шелуху далее подвергают термической обработке в реакторе из толстостенной нержавеющей стальной емкости с отводной нержавеющей трубкой в течение одного часа. Отводную трубку соединяют последовательно со стеклянными двумя колбами, одна из которых соединена с холодильником и другая служит приемником легко-

летучих и жидких продуктов рисовой шелухи при температуре 450-550°C. Такой температурный режим обусловлен тем, что дальнейшее повышение температуры снижает реакционную способность полученного диоксида кремния, превращая его из аморфного состояния в кристаллическое. При этом газообразные и жидкие продукты, полученные после термической обработки или пиролиза рисовой шелухи, проходят через холодильник и собираются в приемнике. В процессе пиролиза рисовой шелухи получают следующие химические продукты: соли кальция, уксусная кислота, метиловый спирт, ацетон. Газообразные продукты содержат углекислый газ, угарный газ, метан, кислород, азот и др. Улавливание летучих элементов с применением поглотителей имеет большое экологическое значение, предлагаемый способ является менее экологически вредным, чем по прототипу. В результате получен диоксид кремния, в котором отсутствует остаточный углерод, но присутствуют примеси соли неорганических металлов. Диоксид кремния в закрытом реакторе подвергают кислотному травлению, для удаления примесей неорганических соединений металлов. Кислотную обработку проводят последовательно смесью соляной кислоты со спиртом в объемном соотношении 2:1 при температуре 220-240°C и далее азотной кислотой. В конце кислотной обработки полученную массу промывают водой до $\text{pH} = 7$ и сушат при 100°C до постоянной массы. Для достижения высокой чистоты промывание водой и обработку кислотноспиртовым раствором и азотной кислотой осуществляют последовательно два раза.

Удельная поверхность полученного оксида кремния составляет 200-340 м².

Карботермическое восстановление диоксида кремния, полученной из рисовой шелухи проводят в атмосфере воздуха в полупромышленной, руднотермической, электродуговой установке при температуре 1200-1400°C в течение 3 часов. Реактор имеет круглую форму и снабжен механизмом вращения вокруг центральной оси. Металлический кожух футерован изнутри огнеупорным кирпичом и обожженными угольными блоками. Открытая печь оборудована газосборными колпаками, которые закрываются шторами. Газосборный колпак изготавливается из немагнитных, жаропрочных и химически стойких сортов стали. К крышке колпака подведены газоходы вытяжной вентиляции, а также отверстия для электродов. Электроды перемещаются в вертикальном направлении с помощью гидropодъемного устройства.

Формула изобретения

Способ получения высокочистого кремния из отходов рисового производства, включающий промывку, отжим, и кислотную обработку рисовой шелухи, отличающийся тем, что кислотную обработку проводят смесью соляной кислоты со спиртом в объемном соотношении 2:1, затем азотной кислотой, карботермическое восстановление проводят термообработанным бурым углем в атмосфере воздуха при температуре 1200-1400°C.

Выпущено отделом подготовки материалов

Государственная служба ИС КР, 720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41; факс: (312) 68 17 03