



(19) **KG** (51) **C01B 33/12** (2013.01) (11) **1549** (13) **C1** (46) **28.06.2013**

ГОСУДАРСТВЕННАЯ СЛУЖБА ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
И ИННОВАЦИЙ ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к патенту Кыргызской Республики под ответственность заявителя

(19) **KG** (11) **1549** (13) **C1** (46) **28.06.2013**

(21) 20120081.1

(22) 13.08.2012

(46) 28.06.2013, Бюл. №6

(71)(73) Институт химии и химической технологии Национальной академии наук Кыргызской Республики (KG)

(72) Мурзубраимов Б.М., Сулайманкулова С.К., Бекболот кызы Бактыгуль (KG)

(56) Патент RU №2191159, кл. C01B 33/12, 2002

(54) Способ получения аморфного диоксида кремния

(57) Изобретение относится к области производства аморфного диоксида кремния и может быть использовано в фармацевтике, косметологической промышленности, при производстве высококачественной керамики.

Задача предлагаемого изобретения - упрощение технологического процесса и получение высокодисперсного аморфного диоксида кремния.

Поставленная задача решается в способе получения аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи, включающем сушку и обжиг, где растительное сырье подвергают кавитационной обработке при давлении 2500 атм., 3000 тыс оборотов в течение 1-1,5 час, при соотношении растительное сырье : вода – 1 : 2,5, пиролиз проводят при температуре 350-450°C в течение 40-90 мин и обжиг при температуре 580-650°C в течение 30-40 мин. 1 н.п. ф., 5 пр. 2 фиг.

(21) 20120081.1

(22) 13.08.2012

(46) 28.06.2013, Bull. number 6

(71)(73) Institute of Chemistry and Chemical Technology of the National Academy of Sciences of the Kyrgyz Republic (KG)

(72) Murzubraimov B.M., Sulaymankulova S.K., Bekbolot kyzy Baktygul (KG)

(56) Patent RU №2191159, cl. C01B 33/12, 2002

(54) Process for preparation of amorphous silicon dioxide

(57) The invention relates to the production of amorphous silicon dioxide, and may be used in the pharmaceutical industry, cosmetic industry, in the production of high quality ceramics.

Problem of the invention is the simplification of the process and production of highly amorphous silica.

The stated problem is solved in a method for preparing amorphous silicon dioxide from rice hulls, comprising the drying and calcination, where the vegetable raw material is subjected to the cavitation treatment at a pressure of 2500 atm., 3000000 RPM for 1-1.5 hours, when the ratio of vegetable raw materials : water - 1 : 2,5, pyrolysis is conducted at a temperature of 350-450°C for 40-90 minutes and calcination at 580-650°C during 30-40 minutes. 1 independ.claim, 5 examples, 2 figures.

Изобретение относится к области производства аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи и может быть использовано в фармацевтике, косметологической промышленности, при производстве высококачественной керамики.

Известен способ получения диоксида кремния, заключающийся в том, что рисовую шелуху обрабатывают 20-60 % раствором гидроксида натрия при 70-95°C. Полученный раствор силиката натрия отделяют от осадка. Затем минеральной кислотой из раствора осаждают кремниевую кислоту. Для очистки полученную кремниевую кислоту подвергают термической обработке при 550-600°C в течение 30-60 мин, затем растворяют в 20-60 % растворе гидроксида натрия при 40-60°C и далее осаждают чистый диоксид кремния минеральной кислотой. Полученный диоксид кремния отделяют, промывают и сушат. Получают диоксид кремния с размерами частиц не более 0,1 мкм и размерами пор 0,9-4 нм (патент RU №2394764, кл. C01B 33/12, B82B 1/00, 2010).

Недостаток описанного выше известного способа - многостадийность технологического процесса.

Прототипом является способ получения ультрадисперсного аморфного или нанокристаллического диоксида кремния с размерами частиц 20-100 нм из рисовой шелухи, включающий промывание рисовой шелухи, ее кислотное травление, сушку в электромагнитном поле СВЧ-диапазона, с предварительным обжигом при 520-570°C, последующим размолотом и окислительным сжиганием в токе воздуха или кислорода в динамическом или статическом режиме при 800-1000°C (патент RU №2191159, кл. C01B 33/12, 2002).

Недостаток прототипа - сложная технологическая схема, включающая двухкратный обжиг с организацией турбулентного воздушного потока либо кипящего слоя.

Задача предлагаемого изобретения - упрощение технологического процесса с получением высокодисперсного аморфного диоксида кремния.

Поставленная задача решается в способе получения аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи, включающем сушку и обжиг, где растительное сырье подвергают кавитационной обработке при давлении 2500 атм., 3000 тыс. оборотов в течение 1-1,5 час, при соотношении растительное сырье : вода - 1 : 2,5, а пиролиз проводят при температуре 350-450°C в течение 40-90 мин и обжиг при температуре 580-650°C в течение 30-40 мин.

Сущность предлагаемого изобретения заключается в том, что рисовую шелуху подвергают кавитационной активации в водной среде при давлении 2500 атм., скорости вращения ротора 3000 об/час в течение 1-1,5 час и соотношении растительное сырье : вода 1 : 2,5.

Кавитационная обработка рисовой шелухи в водной среде позволяет повысить ее реакционную способность и получить диоксид кремния с более высокой дисперсностью. После фильтрации и сушки проводят пиролиз сырья при температуре 350-450°C, в течение 40-90 мин, при этом газы и жидкие смолообразующие вещества испаряются, либо разрушаются. Если остановиться на данной стадии переработки рисовой шелухи, то возможно получение высокодисперсного кремнеуглерода, который можно применить в качестве сорбента для очистки воды. При дальнейшем обжиге кремнеуглерода (580-650°C) в течение 30-40 мин образуется аморфный высокодисперсный кремнезем. Далее приведены примеры экспериментов для получения высокодисперсного аморфного кремнезема.

Пример 1.

1 кг рисовой шелухи подвергают кавитационной обработке при 2500 атм., 3000 об/час в течение 1 часа в водной среде в роторном кавитационном диспергаторе, затем отфильтровывают от воды. Осадок сушат при комнатной температуре. После сушки получают 950 г рисовой шелухи. Пиролиз ведут при температуре 350°C в течение 90 мин, получают 650,93 г кремнеуглерода. Обжиг проводят при 580°C в течение 35 мин. Получают 430,26 мг порошка аморфного диоксида кремния серого цвета с размерами частиц 7,92-15,75 нм. Содержание SiO_2 составляет 93,74 %.

Пример 2.

1 кг рисовой шелухи подвергают кавитационной обработке при 2500 атм., 3000 об/час в течение 1 часа в водной среде в роторном кавитационном диспергаторе, затем отфильтровывают от воды. Осадок сушат при комнатной температуре. После сушки получают 950 г рисовой шелухи. Пиролиз ведут при температуре 450° в течение 40 мин, получают 495,9 г кремнеуглерода. Обжиг проводят при 580°C в течение 35 мин. Образуется 327,79 мг порошок аморфного диоксида кремния серого цвета с размерами частиц 1,82-8,36 нм. Содержание SiO_2 составляет 95,6 %.

Пример 3.

1 кг рисовой шелухи подвергают кавитационной обработке при 2500 атм., 3000 об/час в течение 1 часа в водной среде в роторном кавитационном диспергаторе, затем отфильтровывают от воды. Осадок сушат при комнатной температуре. После сушки получают 950 г рисовой шелухи. Пиролиз ведут при температуре 400°C в течение 60 мин, получают 528,200 г кремнеуглерода. Обжиг проводят при 600°C в течение 40 мин. Полученный порошок аморфного диоксида кремния белого цвета, 349,14 мг, размер частиц 1,71-8,36 нм. Содержание SiO_2 составляет 98,86 %.

Пример 4.

1 кг рисовой шелухи подвергают кавитационной обработке при 2500 атм., 3000 об/час в течение 1 часа в водной среде в роторном кавитационном диспергаторе, затем отфильтровывают от воды. Осадок сушат при комнатной температуре. После сушки получают 950 г рисовой шелухи. Пиролиз ведут при температуре 400°C в течение 60 мин, получают 528,200 г кремнеуглерода. Обжиг проводят при 650°C в течение 30 мин. Получают 0,4449 мг порошка аморфного диоксида кремния серого цвета с размерами частиц 1,71-8,36 нм. Содержание SiO_2 составляет 98,72 %.

Пример 5.

1 кг рисовой шелухи подвергают кавитационной обработке при 2500 атм., 3000 об/час в течение 1 часа в водной среде в роторном кавитационном диспергаторе, затем отфильтровывают от воды. Осадок сушат при комнатной температуре. После сушки получают 950 г рисовой шелухи. Пиролиз ведут при температуре 400°C в течение 60 мин, получают 528,200 г кремнеуглерода. Обжиг проводят при 650°C в течение 30 мин. Получают 0,4590 мг порошка аморфного диоксида кремния серого цвета с размерами частиц 1,71-8,36 нм. Содержание SiO_2 составляет 98,6 %.

Если пиролиз ведут при температуре меньше 350°C , то все газы и жидкие смолообразующие вещества полностью не удаляются, что затрудняет выделение диоксида кремния.

Оптимальная температура пиролиза – 400°C . При этом нет потерь энергии в окружающую среду, а диоксид кремния получают в аморфном состоянии.

Для получения чистого аморфного диоксида кремния обжиг производят при $600\text{--}650^{\circ}\text{C}$.

Целевой продукт был подвергнут анализу на сканирующем электронном микроскопе марки JEOL JSM-6490LA (Япония). Получена общая картина нанодисперсного порошка диоксида кремния с размерами частиц $1,71\text{--}8,36$ нм (фиг. 2).

Дифрактограмма снималась на рентгеновском аппарате ДРОН-3 с Си $K\alpha$ - излучением ($\lambda = 1,54187 \text{ \AA}$) и свидетельствует о том, что получен аморфный диоксид кремния (фиг. 1).

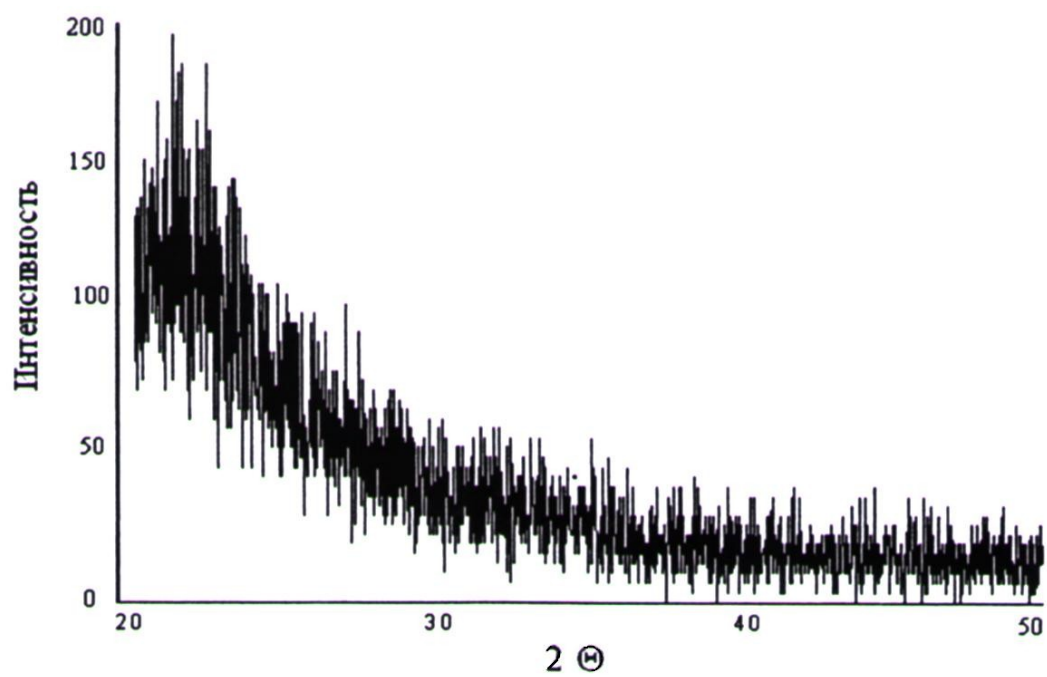
Преимуществом заявляемого способа по сравнению с прототипом является:

- способ позволяет получить аморфный диоксид кремния с размерами частиц $1,71\text{--}8,36$ нм, в то время как в прототипе получают кристаллический диоксид кремния с более крупными частицами - $20\text{--}100$ нм.

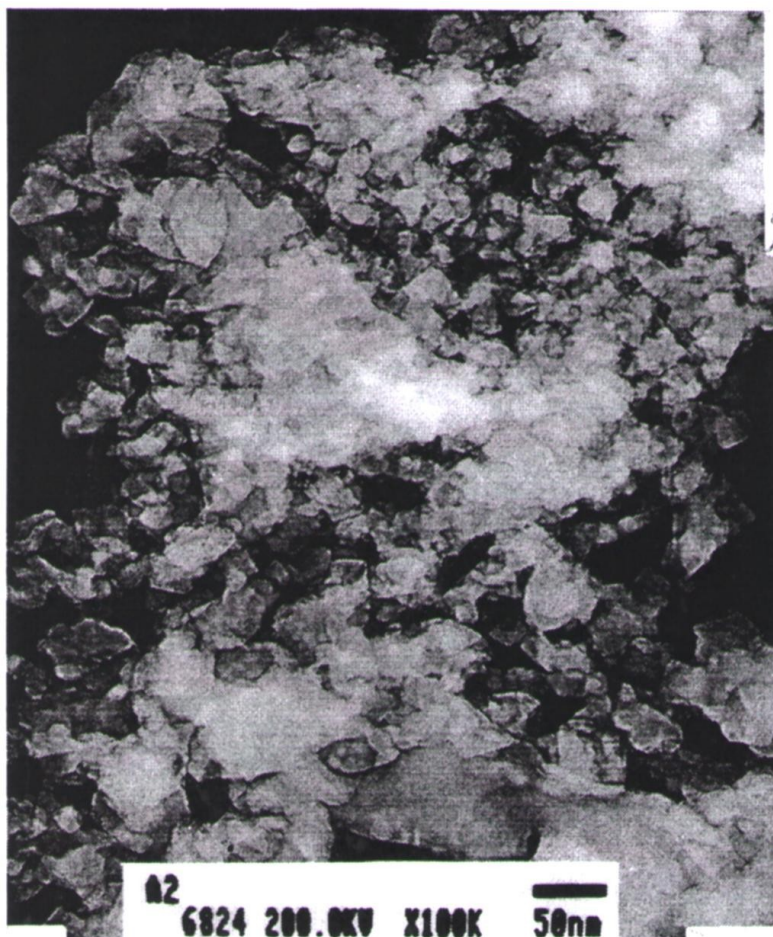
- упрощение способа (в прототипе 9 стадий, в предлагаемом - 5 стадий), исключено кислотное травление и дорогостоящая электромагнитная сушка.

Формула изобретения

Способ получения аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи, включающий сушку и обжиг, отличающийся тем, что растительное сырье подвергают кавитационной обработке при давлении 2500 атм., 3000 тыс. оборотов в течение $1\text{--}1,5$ час, при соотношении растительное сырье : вода – $1 : 2,5$, пиролиз проводят при температуре $350\text{--}450^{\circ}\text{C}$ в течение $40\text{--}90$ мин и обжиг при температуре $580\text{--}650^{\circ}\text{C}$ в течение $30\text{--}40$ мин.



Фиг. 1. Рентгенограмма аморфного диоксида кремния из рисовой шелухи



Фиг. 2. СЭМ снимок наночастиц аморфного диоксида кремния из кавитационно активированной РШ

Выпущено отделом подготовки материалов

Государственная служба интеллектуальной собственности и инноваций при Правительстве Кыргызской Республики,
720021, г. Бишкек, ул. Московская, 62, тел.: (312) 68 08 19, 68 16 41; факс: (312) 68 17 03