

(19) **KG** (11) **813** (13) **C1** (46) **30.09.2005**(51)<sup>7</sup> **C01B 33/14**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ АГЕНСТВО  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ  
ПРИ ПРАВИТЕЛЬСТВЕ КЫРГЫЗСКОЙ РЕСПУБЛИКИ (КЫРГЫЗПАТЕНТ)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

к патенту Кыргызской Республики под ответственность заявителя (владельца)

---

(21) 20040037.1

(22) 19.05.2004

(46) 30.09.2005, Бюл. №9

(71)(73) Институт химии и химической технологии НАН КР (KG)

(72) Кочкорова З.Б., Каракеев Б.К., Сулайманкулов К.С., Маразыкова Б.Б., Калчаева Б.Ш. (KG)

(56) Кузьменко С.Н., Мельникова А.Н. Получение силикагеля из харьковской трепеловидной глинистой породы («зеленки») // Журнал прикладной химии, 1953. - №12. -С. 131-132

(54) **Способ получения силикагеля**

(57) Изобретение относится к области неорганической химии и может быть использовано для получения цеолита, сорбента и силикатов. Задачей изобретения является упрощение процесса получения силикагеля, экономия материальных затрат и повышение качества целевого продукта. Сущность предлагаемого способа заключается в том, что трепеловидную опоку обрабатывают 1-1.5 н. раствором гидроокиси натрия, разделяют твердую и жидкую фазы (щелочная вытяжка), к последней при перемешивании постепенно прибавляют 1.4 н. соляную кислоту до достижения pH 9.5-10; образовавшийся гель выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов с последующей промывкой до удаления хлор-ионов и сушкой. 1 табл. 6 пр.

Изобретение относится к области неорганической химии и может быть использовано для получения цеолита, сорбента и силикатов.

Известен способ получения силикагеля на основе серицитовой глины, включающий измельчение глины, вываривание в щелочном растворе гидроокиси натрия с концентрацией 1-4% при температуре 70-100°C в течение 2-10 часов, отделение твердого остатка, отбеливание раствора, прибавление к нему гелеобразующего вещества до pH 3-6. Отделение осадка геля, сушка и удаление  $Al_2O_3$  обработкой в минеральной кислоте (12-25% соляной или 50-90% серной кислотой) в течение 24-72 часов, нейтрализация аммиаком и выпадение осадка, сушка (Патент US №4565794, кл. B01J 20/12, 1986).

Недостатком способа является сложность технологического процесса, значительные материальные и энергозатраты, а также образование большого количества сточных вод с кислым pH.

Прототипом является способ получения силикагеля из трепела, включающий измельчение породы до прохождения через сито в 1600 отв/см<sup>2</sup> и высушивание при 120°C. обработку 5 н. раствором гидроокиси калия (из расчета 15 мл раствора на 1 г породы), кипячение в течение 30-40 минут, охлаждение, разбавление водой (10 мл на 1 г взятой породы), прогревание суспензии на водяной бане, прибавление к ней серной или соляной кислоты (2:1) до слабокислой реакции (в присутствии метилоранжа), созревание образовавшегося осадка геля в течение 1.5-2 суток, отделение осадка геля и сушка сначала при комнатной температуре в течение 14-16 часов, а затем в сушильном шкафу в течение 6 часов с постепенным повышением температуры до 110°C, промывку до полного удаления хлор- или сульфат-ионов и вторичную сушку с доведением температуры до 150°C (Кузьменко С.Н., Мельникова А.Н. Получение силикагеля из харьковской трепеловидной глинистой породы («зеленки») // Журнал прикладной химии, 1953. -№12.- С. 131-132).

Недостатком этого способа являются: высокая концентрация щелочного раствора, сложность технологического процесса и осаждение окиси кремния из суспензии, что ведет к соосаждению большого количества примесей.

Задачей изобретения является упрощение процесса получения силикагеля, экономия материальных затрат и повышение качества целевого продукта.

Сущность предлагаемого способа заключается в том, что трепеловидную опоку обрабатывают 1-1.5 н. раствором гидроокиси натрия, разделяют твердую и жидкую фазы (щелочная вытяжка), к последней при перемешивании постепенно прибавляют 1.4 н. соляную кислоту до достижения pH 9.5-10; образовавшийся гель выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов с последующей промывкой до удаления хлор-ионов и сушкой.

*Пример 1.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в стеклянном смесителе с 1 н. раствором гидроокиси натрия при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно. Смесь перемешивают при температуре 90-95°C в течение 2 часов. Далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В фильтрате (щелочная вытяжка) содержание оксида кремния составляет 45.36 г/л (табл.). К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. соляную кислоту до pH 9.5-10. Образовавшийся гель выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. Выход целевого продукта 28.4 г. Полученный силикагель имеет объем пор 0.92 см<sup>3</sup>/г, адсорбционную активность по бензолу 80.2%.

*Пример 2.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в стеклянном смесителе с 1.25 н. раствором гидроокиси натрия (при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно). Смесь перемешивают при температуре 90-95°C в течение 2 часов. Далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В фильтрате содержание оксида кремния увеличивается до 54.04 г/л (табл.). К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. соляную кислоту до pH 9.5-10. Образовавшийся гель выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. Выход целевого продукта 30.5 г. Полученный силикагель имеет объем пор 0.91 см<sup>3</sup>/г, адсорбционную активность по бензолу 81.5%.

*Пример 3.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в стеклянном смесителе с 1.5 н. раствором гидроокиси натрия (при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно). Смесь перемешивают при температуре 90-95°C в течение 2 часов. Далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В фильтрате содержание оксида кремния составляет 55.72 г/л (табл.). К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. раствор соляной кислоты до pH 9.5-10. Образовавшийся гель выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. Выход

целевого продукта 37.3 г. Полученный силикагель имеет объем пор  $0.89 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбционную активность по бензолу 79.6%.

*Пример 4.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в смесителе с 0.5 н. раствором гидроокиси натрия (при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно). Смесь перемешивают при температуре  $90-95^\circ\text{C}$  в течение 2 часов, далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В фильтрате содержание оксида кремния составляет  $30.17 \text{ г/л}$  (табл.). К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. раствор соляной кислоты до pH 9.5-10, при этом образуется гель. Последний выдерживают при температуре  $75-80^\circ\text{C}$  в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. Выход целевого продукта 14.2 г. Объем пор силикагеля  $0.93 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбционная активность по бензолу 79.3%.

*Пример 5.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в смесителе с 2.5 н. раствором гидроокиси натрия (при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно). Смесь перемешивают при температуре  $90-95^\circ\text{C}$  в течение 2 часов. Далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В щелочной вытяжке наблюдается повышение содержания окиси кремния до  $58.57 \text{ г/л}$  (табл.). К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. раствор соляной кислоты до pH 9.5-10, при этом образуется гель. Последний выдерживают при температуре  $75-80^\circ\text{C}$  в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. При этом получают меловидный силикагель, выход целевого продукта 40.8 г. Объем пор силикагеля -  $0.83 \text{ см}^3/\text{г}$ , адсорбционная активность по бензолу 72.1%.

*Пример 6.* 100 г измельченной и просеянной через сито 0.25 мм трепеловидной опоки смешивают в смесителе с 5 н. раствором гидроокиси натрия (при соотношении твердой и жидкой фаз 1:10, соответственно). Смесь перемешивают при температуре  $90-95^\circ\text{C}$  в течение 2 часов. Далее разделяют твердую и жидкую фазы путем фильтрации. В фильтрате (щелочная вытяжка) содержание оксида кремния практически не отличается от такового в примере 5. К фильтрату щелочной вытяжки при перемешивании постепенно добавляют 1.4 н. раствор соляной кислоты до pH 9.5-10, при этом образуется гель. Последний выдерживают при температуре  $75-80^\circ\text{C}$  в течение 26-28 часов, промывают продукт до удаления хлор-ионов и сушат. Получается меловидный силикагель. Выход целевого продукта 60.8 г. Силикагель имеет объем пор  $0.76 \text{ см}^3/\text{г}$  и адсорбционную активность по бензолу 65.2%.

Обработка кремнезёмистой породы 5 н. раствором гидроокиси натрия приводит к заметному уменьшению объема пор и адсорбционной активности силикагеля.

Как следует из таблицы, химический состав щелочной вытяжки кремнезёмистой породы зависит от концентрации гидроокиси натрия. Не имеет смысла вести обработку раствором концентрации меньше 1 н, так как содержание оксида кремния в вытяжке минимальное. При концентрации раствора выше 1.5 н. содержание оксида кремния остается практически без изменения, а количество примесей увеличивается.

Таблица.

Химический состав щелочной вытяжки кремнезёмистой породы

Пример	Содержание компонентов, г/л		
	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$
1	45.36	0.21	0.11
2	54.04	0.38	0.14
3	55.72	0.41	0.21
4	30.17	0.05	0.08

5	58.87	0.48	0.29
6	59.38	0.57	0.27

На основании вышеизложенного следует, что если берут раствор гидроокиси натрия с концентрацией меньше 1 н. (пример 4), то получают целевой продукт с малым выходом; если берут раствор с концентрацией больше 1.5 н. (примеры 5 и 6), то ухудшается качество силикагеля и содержание оксида кремния уменьшается.

Преимуществами предложенного способа получения силикагеля являются упрощение и удешевление технологического процесса (исключаются стадии охлаждения, разбавления, двойной сушки и используется разбавленный раствор гидроокиси натрия), осаждение оксида кремния из фильтрата щелочной вытяжки кремнеземистой породы и повышение качества целевого продукта (в предлагаемом способе адсорбционная активность по бензолу составляет 79.6-81.5 %, а в известном способе - 63.5 %).

### **Формула изобретения**

Способ получения силикагеля, включающий измельчение трепеловидной породы, обработку щелочью, разделение твердой и жидкой фаз, сушку, промывку, отличающийся тем, что в качестве щелочи используют 1-1.5 н. раствор гидроокиси натрия, осаждение оксида кремния соляной кислотой производят из фильтрата щелочной вытяжки до достижения рН 9.5-10; реакционную массу выдерживают при температуре 75-80°C в течение 26-28 часов с последующей промывкой силикагеля до удаления хлорид-ионов.

Составитель описания  
Ответственный за выпуск

Бакеева С.К.  
Арипов С.К.

---

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