

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2846563

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМОРФНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ ИЗ КРЕМНЕГЕЛЯ ТЕХНОГЕННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Пягай Игорь Николаевич (RU), Свахина Яна Андреевна (RU), Титова Марина Евгеньевна (RU), Сутягинский Михаил Александрович (RU)*

Заявка № 2024137608

Приоритет изобретения 13 декабря 2024 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 09 сентября 2025 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 13 декабря 2044 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
C01B 33/12 (2025.05)

(21)(22) Заявка: 2024137608, 13.12.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
13.12.2024Дата регистрации:  
09.09.2025

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.12.2024

(45) Опубликовано: 09.09.2025 Бюл. № 25

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,  
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный  
университет императрицы Екатерины II",  
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Пягай Игорь Николаевич (RU),  
Свахина Яна Андреевна (RU),  
Титова Марина Евгеньевна (RU),  
Сутягинский Михаил Александрович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Санкт-Петербургский горный  
университет императрицы Екатерины II"  
(RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: RU 2765952 C1, 07.02.2022. RU  
2261840 C1, 10.10.2005. US 9272918 B2,  
01.03.2016. RU 2474535 C1, 10.02.2013. RU  
2031838 C1, 27.03.1995. RU 2061656 C1,  
10.06.1996.(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМОРФНОГО ДИОКСИДА КРЕМНИЯ ВЫСОКОЙ ЧИСТОТЫ ИЗ  
КРЕМНЕГЕЛЯ ТЕХНОГЕННОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения аморфного диоксида кремния высокой чистоты путем очистки отходов производства фторида алюминия – кремнегеля. Предложен способ получения аморфного диоксида кремния высокой чистоты из кремнегеля техногенного происхождения путем его обработки азотной кислотой концентрацией 0,1-0,5 моль/л в соотношении т:ж от 1:30 до 1:40 и последующей

обработкой водным раствором аммиака концентрацией 4-8 г/л в соотношении т:ж от 1:30 до 1:40 при интенсивном перемешивании и обработкой водой при воздействии ультразвука. Техническим результатом является получение аморфного диоксида кремния из промышленного кремнегеля с чистотой более 99,0 мас.%. 1 табл., 13 пр.

FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(52) CPC  
*C01B 33/12 (2025.05)*(21)(22) Application: **2024137608, 13.12.2024**(24) Effective date for property rights:  
**13.12.2024**Registration date:  
**09.09.2025**

Priority:

(22) Date of filing: **13.12.2024**(45) Date of publication: **09.09.2025** Bull. № 25

Mail address:

**199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU  
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet  
imperatritsy Ekateriny II", Patentno-litsenzionnyj  
otdel**

(72) Inventor(s):

**Piagai Igor Nikolaevich (RU),  
Svakhina Iana Andreevna (RU),  
Titova Marina Evgenevna (RU),  
Sutiaginskii Mikhail Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi  
universitet imperatritsy Ekateriny II» (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING HIGH-PURITY AMORPHOUS SILICON DIOXIDE FROM TECHNOGENIC SILICA GEL**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a method of producing high-purity amorphous silicon dioxide by purifying aluminium fluoride-silica gel production wastes. Disclosed is a method of producing high-purity amorphous silicon dioxide from technogenic silica gel by treating with nitric acid with concentration of 0.1-0.5 mol/l in a S:L ratio of 1:30 to 1:40 and further

treatment with aqueous ammonia solution with concentration of 4-8 g/l at a S:L ratio of 1:30 to 1:40 with intense mixing and treatment with water under the effect of ultrasound.

EFFECT: obtaining amorphous silicon dioxide from industrial silica gel with purity higher than 99 wt %.

1 cl, 1 tbl, 13 ex

Изобретение относится к способу получения аморфного диоксида кремния высокой чистоты путем очистки отходов производства фторида алюминия – кремнегеля.

Аморфный диоксид кремния может быть использован для получения жидкого стекла, наполнителя для резины, сорбентов, а также в строительной, текстильной и химической промышленности.

Известен способ переработки кремнесодержащего сырья (патент РФ № 2170211, опубл. 10.07.2001), кремнеземсодержащее сырье обрабатывают серной кислотой до образования пульпы, разделяют пульпу на осадок и раствор, осаждают кремнезем из выделенного из пульпы раствора. Осажденный кремнезем промывают и сушат. Раствор перерабатывают до получения производных амфотерных оксидов. Серную кислоту берут с концентрацией 5-19 мас.%. В качестве кремнеземсодержащего сырья используют отходы борного производства или боросиликатный минерал.

Недостатком данного способа является образование кислотонерастворимого шлама при воздействии на кремнесодержащее сырье серной кислотой для перевода кремнистых соединений в раствор и последующее проведение стадии осаждения кремнезема с образованием кислых вод.

Известен способ получения аморфного диоксида кремния (патент РФ № 2061656, опубл. 10.06.1996) переработкой отходов рисового производства, где рисовую шелуху промывают водой и/или раствором минеральной кислоты, затем обугливают на воздухе при 120-500 °С, после чего полученную золу измельчают и подвергают окислительному обжигу в условиях «кипящего слоя» при 500-800 °С. Получают аморфный диоксид кремния с удельной поверхностью до 370 м<sup>2</sup>/г и содержанием основного вещества до 99,99%.

Недостатком данного способа является проведение процессов высокотемпературной обработки рисовой шелухи при температуре 500-800 °С в условиях «кипящего слоя», которые увеличивают материальные и энергетические затраты для проведения многостадийного процесса.

Известен способ получения тонкодисперсного аморфного кремнезема (патент РФ № 2713259, опубл. 04.02.2020), который включает измельчение и сушку опал-кристобалитовой породы. Предварительно измельчают опал-кристобалитовую породу до размеров не более 5 см. Готовят сушильно-дробильный агрегат: после включения начинают постоянную подачу подогретой в теплогенераторе до температуры 150-600 °С воздушно-газовой смеси. После чего подготовленную опал-кристобалитовую породу подают на входную ленту сушильно-дробильного агрегата через дозирующее устройство, которое взаимосвязано с ротором и горелкой агрегата. Затем породу подают в роторный отдел, где ее дробят при постоянной подаче подогретой воздушно-газовой смеси, в результате чего получают порошок с размером частиц от 0,01 до 350 мкм и влажностью от 1% до 5%. Далее полученный порошок подают в воздуховод, в котором в результате теплообмена с окружающим воздухом порошок охлаждают. Затем подают в рукавный фильтр, проходя через который тонкодисперсный порошок с высоким содержанием аморфного кремния осаждается в шнековом отделе, а очищенный в фильтре воздух уводят в окружающую среду.

Недостатком данного способа является получения аморфного кремнезема низкой чистоты в результате измельчения и температурной обработки природного материала без дополнительной стадии очистки.

Известен способ получения аморфного диоксида кремния (патент РФ № 2474535, опубл. 10.02.2013), который включает стадии измельчения исходного кремнийсодержащего сырья, в качестве которого используют природную горную

породу - диатомит с высоким, до 70-75%, содержанием связанного аморфного кремнезема, приготовления шихты при соотношении Ж:Т равном 4-6:1, переработки последней с получением раствора жидкого стекла, отделения образовавшегося осадка, осаждения диоксида кремния из полученной жидкой фазы минеральной кислотой  
5 постадийно под контролем pH среды, выделения образовавшегося целевого продукта фильтрацией с последующей его многократной промывкой водой и сушкой, при этом диатомит измельчают до получения фракции с тониной помола не более 0,01 мм и предварительно подвергают обжигу при температуре 600-900 °С в течение 1-1,5 часа, а переработку шихты ведут в режиме кавитирующей среды, создаваемой  
10 электроимпульсным или гидродинамическим способом.

Недостатком данного способа является проведение многостадийного процесса, включающего в себя обжиг исходного сырья при температуре не менее 600 °С с последующим получением жидкого стекла и осаждением аморфного кремнезема из полученного раствора серной кислотой.

Известен способ получения аморфного диоксида кремния из отходов переработки кремнефтористоводородной кислоты и производства фторида алюминия (патент РФ № 2765952, опубл. 07.02.2022), рассматриваемый в качестве прототипа. Способ включает обработку кремнегеля раствором минеральных кислот, отделение, промывку и сушку, причем кремнегель сушат при температуре от 100 до 120 °С в течение от 2 до 4 часов,  
20 затем проводят предварительную обработку кремнегеля раствором серной кислоты с концентрацией от 0,1 мас.% до 0,5 мас.% в массовом соотношении ж:т от 5:1 до 20:1, затем нагревают до температуры от 25 до 100 °С при непрерывном перемешивании в течение от 0,1 до 2 часов, с получением твердой фазы – аморфного диоксида кремния, который сушат на воздухе в течение не менее 48 часов при температуре от 20 до 25 °С,  
25 затем разделяют на две фракции с размером частиц от 2 до 50 мкм и от 50 до 150 мкм и жидкой фазы, которую отправляют на утилизацию.

Недостатками данного способа является проведение предварительной стадии сушки исходного кремнегеля и проведение процесса очистки при температуре близкой к температуре кипения, что увеличивает материальные и энергетические затраты способа.

30 Техническим результатом является получение аморфного диоксида кремния из промышленного кремнегеля с чистотой более 99,0 мас.%.

Технический результат достигается тем, что гидратированный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией от 0,1 до 0,5 моль/л в соотношении т:ж от 1:30 до 1:40, после разделения получают жидкую фазу, направляют для выделения  
35 соединений алюминия, и твердую фазу, при этом примеси фтора удаляют в виде газообразного фтороводорода, который улавливают в адсорбере, твердую фазу кремнегеля обрабатывают в реакторе водным раствором аммиака концентрацией от 4 до 8 г/л в соотношении от 1:30 до 1:40 и интенсивном перемешивании в течение от 10 до 20 минут, с получением жидкой фазы, которую отправляют на повторное получение  
40 водного раствора аммиака, и твердой – рафинированного кремнегеля, который смешивают с водой в соотношении от 1:30 до 1:40, смесь помещают в реактор и выдерживают при непрерывном ультразвуковом воздействии в течение от 20 до 30 минут, после разделения получают жидкую фазу, отправляют для получения раствора кислоты и твердую фазу, после сушки которой получают аморфный диоксид кремния  
45 с содержанием более 99,0 мас.% SiO<sub>2</sub> и влажностью от 30 до 40%.

Способ осуществляется следующим образом.

Гидратированный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией от 0,1 до 0,5 моль/л в соотношении т:ж от 1:30 до 1:40. Полученную

смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре от 60 до 80 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет от 30 до 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией под вакуумом от 95 до 100 кПа с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. В результате обработки кремнегеля раствором кислоты примеси алюминия переходят полностью в раствор в виде соли алюминия, а примеси фтора удаляются в виде газообразного фтороводорода, который улавливают в адсорбере, заполненном силикагелем. Жидкую фазу направляют для выделения соединений алюминия. Твердую фазу кремнегеля обрабатывают в реакторе водным раствором аммиака концентрацией от 4 до 8 г/л в соотношении от 1:30 до 1:40 и интенсивном перемешивании в течение от 10 до 20 минут для нейтрализации кислоты. Полученную смесь разделяют фильтрацией вакуумом от 95 до 100 кПа с получением твердой фазы рафинированного кремнегеля и жидкой фазы, которую отправляют на повторное получение водного раствора аммиака. Твердую фазу рафинированного кремнегеля смешивают с водой в соотношении от 1:30 до 1:40, смесь помещают в реактор и выдерживают при непрерывном ультразвуковом воздействии в течение от 20 до 30 минут для удаления остатков кислоты и дополнительного диспергирования частиц. Полученную смесь разделяют фильтрацией под вакуумом от 95 до 100 кПа с получением твердой фазы рафинированного кремнегеля и жидкой фазы. Жидкую фазу отправляют для получения раствора кислоты. Твердую фазу рафинированного кремнегеля сушат при комнатной температуре для удаления избыточной влаги. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием более 99,0 мас.%  $\text{SiO}_2$  и влажностью от 30 до 40%.

Способ поясняется следующими примерами.

Химический состав рафинированного кремнегеля определяли рентгенофлуоресцентным методом. Остаточные соединения фтора были связаны с поверхностью рафинированного кремнегеля и присутствовали в готовом продукте в следовых количествах, выходящих за рамки чувствительности прибора.

Пример 1. Исходный кремнегель с химическим составом от 70 до 80 мас.%  $\text{SiO}_2$ , от 10 до 15 мас.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , от 10 до 15 мас.%  $\text{F}^-$  и влажностью от 40 до 50% смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Твердую фазу кремнегеля обрабатывают в реакторе водным раствором аммиака концентрацией от 4 до 8 г/л в соотношении от 1:30 до 1:40 и интенсивном перемешивании в течение от 10 до 20 минут для нейтрализации кислоты. Полученную смесь разделяют фильтрацией с получением твердой фазы рафинированного кремнегеля и жидкой фазы. Твердую фазу рафинированного кремнегеля смешивают с водой в соотношении от 1:30 до 1:40, смесь помещают в реактор и выдерживают при непрерывном ультразвуковом воздействии в течение от 20 до 30 минут. Полученную смесь разделяют фильтрацией с получением твердой фазы рафинированного кремнегеля и жидкой фазы. Твердую фазу рафинированного кремнегеля сушат при комнатной температуре. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 96,72 мас.%  $\text{SiO}_2$ .

Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 2. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты

концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:30. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,48 мас.% SiO<sub>2</sub>. Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 3. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:40. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,90 мас.% SiO<sub>2</sub>. Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 4. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 95,26 мас.% SiO<sub>2</sub>.

Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 5. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,5 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,82 мас.% SiO<sub>2</sub>. Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 6. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 1 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт

представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,88 мас.%  $\text{SiO}_2$ .

Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 7. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 15 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 95,56 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 8. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 30 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 95,33 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 9. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:20. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 50 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 120 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 96,24 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 10. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:30. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 60 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,98 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 11. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:30. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 70 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией

с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,99 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 12. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:30. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 80 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,84 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Пример 13. Исходный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией 0,1 моль/л в соотношении т:ж 1:30. Полученную смесь помещают в реактор, нагревают и выдерживают при температуре 90 °С при постоянном перемешивании. Продолжительность процесса составляет 60 минут, по истечении которых готовую смесь охлаждают до комнатной температуры и разделяют фильтрацией с получением твердой фазы очищенного кремнегеля и жидкой фазы. Промывку водным раствором аммиака, фильтрацию, промывку водой при воздействии ультразвука и сушку рафинированного кремнегеля осуществляют аналогично Примеру 1. Готовый продукт представляет собой аморфный диоксид кремния с содержанием 99,99 мас.%  $\text{SiO}_2$ . Химический состав полученного образца представлен в таблице 1.

Проведение процесса очистки кремнегеля при отношении т:ж менее 1:30, температуре менее 60 °С, концентрации азотной кислоты менее 0,1 моль/л и продолжительности процесса менее 30 минут присутствующие примеси удаляются не полностью, в результате чего полученный продукт имеет низкую чистоту по аморфному диоксиду кремния. Изменение отношения т:ж более 1:40, температуры более 80 °С и концентрации кислоты более 0,5 моль/л и продолжительности процесса более 60 минут нецелесообразно, ввиду достижения максимальной степени очистки кремнегеля, увеличения энергетических затрат и количества оборотной воды и используемой кислоты. Оптимальными параметрами проведения процесса очистки являются соотношение т:ж от 1:30 до 1:40, температура от 60 до 80 °С, концентрация кислоты от 0,1 до 0,5 моль/л и продолжительность процесса от 30 до 60 минут.

Предлагаемый способ получения аморфного диоксида кремния высокой чистоты из кремнегеля техногенного происхождения путем его обработки азотной кислотой концентрацией от 0,1 до 0,5 моль/л при соотношении т:ж от 1:30 до 1:40 и температуре от 60 до 80 °С в течение от 30 до 60 минут и последующей обработкой раствором аммиака концентрацией от 4 до 8 г/л в течение от 10 до 20 минут при интенсивном перемешивании и обработкой водой в течение от 20 до 30 минут при воздействии ультразвука позволит утилизировать промышленный отход производства фторида алюминия – кремнегель – с получением аморфного диоксида кремния с содержанием  $\text{SiO}_2$  более 99,0 мас.%.

Таблица 1 – Химический состав рафинированного кремнегеля

| Номер примера | Химический состав |
|---------------|-------------------|
|---------------|-------------------|

|    | Содержание SiO <sub>2</sub> , мас.% | Содержание Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , мас.% | Прочие примеси, мас.% |
|----|-------------------------------------|---------------------------------------------------|-----------------------|
| 1  | 96,72                               | 3,15                                              | 0,13                  |
| 2  | 99,48                               | 0,40                                              | 0,12                  |
| 3  | 99,90                               | –                                                 | 0,10                  |
| 4  | 95,26                               | 4,72                                              | 0,02                  |
| 5  | 99,82                               | 0,18                                              | –                     |
| 6  | 99,88                               | –                                                 | 0,12                  |
| 7  | 95,56                               | 4,42                                              | 0,02                  |
| 8  | 95,33                               | 4,65                                              | 0,02                  |
| 9  | 96,24                               | 3,63                                              | 0,13                  |
| 10 | 99,98                               | –                                                 | 0,02                  |
| 11 | 99,99                               | –                                                 | 0,01                  |
| 12 | 99,84                               | –                                                 | 0,16                  |
| 13 | 99,99                               | –                                                 | 0,01                  |

## (57) Формула изобретения

Способ получения аморфного диоксида кремния высокой чистоты из кремнегеля техногенного происхождения, включающий нагрев и выдержку смеси кремнегеля и кислоты при постоянном перемешивании, разделение твердой фазы кремнегеля и жидкой фазы, которую направляют на дальнейшую переработку и сушку диоксида кремния при комнатной температуре, отличающийся тем, что гидратированный кремнегель смешивают с раствором азотной кислоты концентрацией от 0,1 до 0,5 моль/л в соотношении т:ж от 1:30 до 1:40, после разделения получают жидкую фазу, направляют для выделения соединений алюминия, и твердую фазу, при этом примеси фтора удаляют в виде газообразного фтороводорода, который улавливают в адсорбере, твердую фазу кремнегеля обрабатывают в реакторе водным раствором аммиака концентрацией от 4 до 8 г/л в соотношении от 1:30 до 1:40 и интенсивном перемешивании в течение от 10 до 20 минут, с получением жидкой фазы, которую отправляют на повторное получение водного раствора аммиака, и твердой – рафинированного кремнегеля, который смешивают с водой в соотношении от 1:30 до 1:40, смесь помещают в реактор и выдерживают при непрерывном ультразвуковом воздействии в течение от 20 до 30 минут, после разделения получают жидкую фазу, отправляют для получения раствора кислоты и твердую фазу, после сушки которой получают аморфный диоксид кремния с содержанием более 99,0 мас.% SiO<sub>2</sub> и влажностью от 30 до 40%.