



ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения** К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 2502202

(22) 15.12.2025

(46) Бюл. 231, 2026

(71) Давлатзода Наргиси Самад (TJ)

(72) Юсуфи Саломудин Джаббор (TJ); Давлатзода Наргиси Самад (TJ); Рузиев Джура Рахимназарович (TJ); Давлатмамадова Мавлуда Мамадниёзовна (TJ)

(73) Давлатзода Наргиси Самад (TJ)

(54) **СПОСОБ ОСАЖДЕНИЯ И ОЧИСТКИ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ ИЗ КРЕМНЕФТОРИСТОВОДОРОДНОЙ КИСЛОТЫ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ АЭРОСИЛА (ВАРИАНТЫ)**

(56)

1. Патент RU 1699918;

2. Патент RU 206836

3. TJ 1128, 2021.

(57) Изобретение относится к области химической и фармацевтической промышленности, а именно к способам осаждения и очистки диоксида кремния из отходов кремнефтористоводородной кислоты с получением высокочистого аэросила, пригодного для применения в фармацевтической промышленности.

Целью

заявленного изобретения является разработка способа переработки отходов

2

кремнефтористоводородной кислоты с получением высокочистого диоксида кремния (аэросила), соответствующего требованиям фармакопейности.

Поставленная цель достигается осаждением и очисткой диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты с получением аэросила. В первом способе предварительно разбавленную кремнефтористоводородную кислоту (до 15 мас.%) обрабатывают гидроксидом алюминия при температуре около 90 °С в течение 10–20 минут. Образовавшийся осадок диоксида кремния фильтруют, промывают, сушат при 120 °С и очищают раствором соляной кислоты концентрацией 10–15% при 85–90 °С. В результате получают аэросил с чистотой 99,4–99,6%, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия. Во втором способе кремнефтористоводородную кислоту обрабатывают аммиачной водой концентрацией около 25% по стехиометрическому соотношению с последующим нагревом до 120 °С и выдержкой 2 часа. После фильтрования и промывки твёрдую фазу сушат с получением фармацевтического аэросила, а жидкую фазу используют для производства фторида алюминия.

Изобретение относится к области химической и фармацевтической промышленности, а именно к способам осаждения и очистки диоксида кремния из отходов кремнефтористоводородной кислоты с получением высокочистого аэросила, пригодного для применения в фармацевтической промышленности.

В

процессе переработки флюоритового концентрата серной кислотой на начальной стадии образуется фтористоводородная кислота, которая взаимодействует с диоксидом кремния, содержащимся в незначительном количестве во флюоритовом концентрате. В результате данного взаимодействия образуются отходы кремнефтористоводородной кислоты (КФВК).

Известны способы переработки кремнийсодержащего сырья, включающие кислотное выщелачивание, промывку, сушку и термическую обработку, в результате которых получают диоксид кремния, применяемый в металлургии, электротехнической и химической промышленности [1, 2]. Прототипом к заявленному изобретению относится способ комплексной переработки кремнефтористоводородной кислоты с использованием гидроксида алюминия, при которых образуется фторид алюминия, а осаждённый кремнегель используется для получения силикатных материалов [3].

Недостатком известных способов является то, что они не обеспечивают получение диоксида кремния фармацевтической чистоты.

Целью заявленного изобретения является разработка способа переработки отходов кремнефтористоводородной кислоты с получением высокочистого диоксида кремния (аэросила), соответствующего требованиям фармакопейности.

Поставленная цель достигается способом осаждения и очистки диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты (КФВК) для получения аэросила, включающий термическое разложение кремнефтористоводородной кислоты с образованием осадка диоксида кремния, причём предварительно разбавленную кремнефтористоводородную кислоту до концентрации 15 мас.% КФВК, обрабатывают гидроксидом алюминия по стехиометрическому соотношению при температуре 90 °С в течение 10–20 минут, полученный осадок диоксида кремния фильтруют и промывают, с разделением на твёрдую и жидкую фазы, твёрдую фазу (осадок) сушат при 120 °С в течение 2 часов, затем очищают раствором соляной кислоты концентрацией 10–15% при температуре 85–90 °С в течение 30–45 минут, затем фильтруют, промывают и сушат с получением фармацевтического аэросила чистотой 99,4–99,6%, а жидкую фазу направляют на производство фторида

5

1722

алюминия.

Во втором способе осаждения и очистки диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты для получения аэросила, предварительно разбавленную кремнефтористоводородную кислоту до концентрации 15 мас. % КФВК, обрабатывают аммиачной водой концентрацией 25% по стехиометрическому соотношению с последующим нагревом до температуры 120 °С и выдерживают 2 часа, полученную пульпу подвергают фильтрованию и промывке с разделением на твёрдую и жидкую фазы, причём твёрдую фазу сушат с получением фармацевтического аэросила, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия.

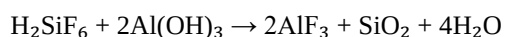
Предлагаемый способ основан на осаждении кремнегеля из кремнефтористоводородной кислоты с использованием гидроксида алюминия либо аммиачной воды с последующей кислотной очисткой и сушкой продукта.

Технический результат заключается в повышении степени очистки диоксида кремния до 99,4–99,6% и расширении возможностей утилизации отходов производства фтористых солей.

Способ осуществления заявленного способа.

Первый вариант способа.

Осаждение кремнегеля осуществляют путём обработки кремнефтористоводородной кислоты гидроксидом алюминия по стехиометрическому соотношению при температуре 90 °С с перемешиванием в течение 10–15 минут. При этом протекает реакция:

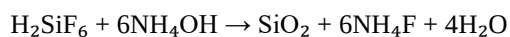


Полученную пульпу фильтруют и промывают с разделением на твёрдую и жидкую фазы, полученную твёрдую фазу (осадок) сушат при температуре 120 °С в течение 2 часов, для удаления остаточного гидроксида алюминия осаждённый диоксид кремния подвергают очистке раствором соляной кислоты при температуре 90 °С, концентрации HCl 15%, и продолжительности обработки 45 минут, затем фильтруют, промывают и сушат, в результате чего получают аэросил с чистотой 99,6%, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия.

Второй вариант способа

Во втором варианте кремнефтористоводородную кислоту обрабатывают аммиачной водой концентрацией 25% по стехиометрическому расчёту согласно реакции:

6



Реакционную массу нагревают до температуры около 120°C и выдерживают в течение 2 часов, после чего пульпу фильтруют и промывают. Полученную пульпу подвергают фильтрованию и промывке с разделением на твёрдую и жидкую фазы.

Твёрдую фазу направляют на сушку с получением фармацевтического аэросила с чистотой 99,6%, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия.

Осуществимость заявленного способа поясняется примером.

Пример. В лабораторный реактор загружают 100 мл кремнефтористоводородной кислоты, содержащей до 15% КФВК. Согласно стехиометрическому расчёту добавляют 44 г гидроксида алюминия. Реакционную смесь нагревают до 90 °С и выдерживают 20 минут. Образовавшуюся пульпу фильтруют и промывают, с разделением на твёрдую и жидкую фазы. Твёрдую фазу - осадок сушат при температуре 120°C в течение 2 часов, получая 5,1 г кремнегеля. Далее кремнегель очищают раствором соляной кислоты концентрацией 15% при температуре 90°C в течение 45 минут, затем повторно фильтруют, промывают и сушат с получением фармацевтического кремнегеля (аэросила).

Полученный аэросил имеет чистоту 99,6%.

Сущность изобретения поясняется принципиальной технологической схемой, представленной на рисунке, где показана принципиальная технологическая схема переработки кремнефтористоводородной кислоты (КФВК) с получением фармацевтического аэросила, включающая две альтернативные технологические

ветви.

Исходная кремнефтористоводородная кислота (КФВК) подвергается стадии разбавления, после чего поток разделяется на два направления. В первом направлении осуществляют кислотное разложение КФВК с введением гидроксида алюминия $\text{Al}(\text{OH})_3$ при нагреве с подачей пара. В результате реакции образуется пульпа, содержащая осадок диоксида кремния и растворимые фторсодержащие соединения алюминия. Далее пульпу подвергают фильтрованию и промывке с разделением на твёрдую и жидкую фазы.

Твёрдую фазу направляют на сушку, после чего проводят стадию очистки соляной кислотой (HCl), затем повторное фильтрование, промывку и сушку с получением фармацевтического кремнегеля (аэросила).

Жидкая фаза после фильтрования направляется на производство фторида алюминия.

Во втором направлении после стадии разбавления КФВК подвергают обработке аммиачной водой (NH_4OH). В результате протекает реакция осаждения диоксида кремния с образованием растворимых фторидов аммония. Полученную пульпу подвергают фильтрованию и промывке с разделением на твёрдую и жидкую фазы.

Твёрдую фазу направляют на сушку с получением фармацевтического аэросила, а жидкую фазу также направляют на производство фторида алюминия.

Таким образом, представленные на схеме способы осаждения и очистки диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты для получения аэросила, обеспечивает комплексную переработку кремнефтористоводородной кислоты с одновременным получением высокочистого аэросила и утилизацией жидких фторсодержащих отходов.

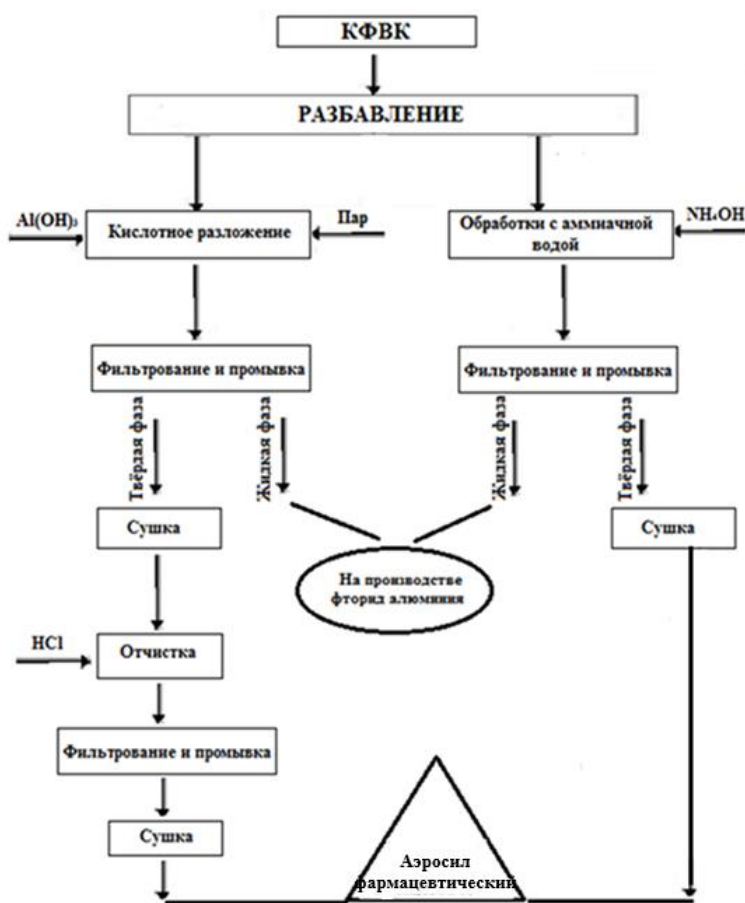
Формула изобретения

1. Способ осаждения и очистки диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты (КФВК) для получения аэросила,

включающий термическое разложение кремнефтористоводородной кислоты с образованием осадка диоксида кремния, отличающийся тем, что предварительно разбавленную

кремнефтористоводородную кислоту до концентрации 15 мас.% КФВК, обрабатывают гидроксидом алюминия по стехиометрическому соотношению при температуре 90 °С в течение 10–20 минут, полученный осадок диоксида кремния фильтруют и промывают, с разделением на твёрдую и жидкую фазы, твёрдую фазу (осадок) сушат при 120 °С в течение 2 часов, затем очищают раствором соляной кислоты концентрацией 10–15% при температуре 85–90 °С в течение 30–45 минут, затем фильтруют, промывают и сушат с получением фармацевтического аэросила чистотой 99,4–99,6%, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия.

2. Способ осаждения и очистки диоксида кремния из кремнефтористоводородной кислоты для получения аэросила, включающий термическое разложение кремнефтористоводородной кислоты с образованием осадка диоксида кремния, отличающийся тем, что предварительно разбавленную кремнефтористоводородную кислоту до концентрации 15 мас. % КФВК, обрабатывают аммиачной водой концентрацией 25% по стехиометрическому соотношению с последующим нагревом до температуры 120 °С и выдерживают 2 часа, полученную пульпу подвергают фильтрованию и промывке с разделением на твёрдую и жидкую фазы, причем твёрдую фазу сушат с получением фармацевтического аэросила, а жидкую фазу направляют на производство фторида алюминия.



Компьютерный набор: Газиев М.

Заказ
Национальный патентно-информационный центр РТ 734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а

Тираж

Подписное