



О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 572431

(61) Дополнительное к авт. свид-ву —

(22) Заявлено 25.07.74 (21) 2051229/26

с присоединением заявки № —

(23) Приоритет —

Опубликовано 15.09.77. Бюллетень № 34

Дата опубликования описания 04.09.77

(51) М. Кл.² С 01В 33/18

(53) УДК 661.68 : 678.
.046.36(088.8)

(72) Авторы
изобретения **И. П. Наркевич, В. В. Печковский, А. Н. Мурашкевич, В. И. Шестаков,
М. К. Чистяков и В. М. Сопильняк**

(71) Заявитель **Белорусский технологический институт им. С. М. Кирова**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БЕЛОЙ САЖИ

1

Изобретение относится к способам получения белой сажи, применяемой в качестве минерального наполнителя в резиновой промышленности.

Известны способы получения белой сажи путем карбонизации растворов силиката натрия с последующей фильтрацией полученной суспензии промывкой и сушкой осадка кремнегеля [1, 2].

Наиболее близким к описываемому изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения белой сажи путем обработки кремнезема бифторидом аммония с последующей нейтрализацией раствора полученного кремнефторида аммиаком, отделением, промывкой и сушкой осадка двуокси кремния [3].

Недостатками известного способа получения белой сажи является невысокий выход белой сажи по SiO₂ (порядка 55%) и низкая величина удельной поверхности (не более 50 м²/г).

Целью изобретения является повышение выхода белой сажи и улучшение свойств целевого продукта как наполнителя резин. Цель достигается описываемым способом получения белой сажи, состоящим в обработке неактивного кремнегеля смесью растворов фтористого аммония и серной кислоты, с последующей нейтрализацией полученного кремне-

2

фторида аммиаком, отделением, промывкой и сушкой осадка двуокси кремния.

Отличительными признаками предлагаемого способа является использование кремнеземосодержащего сырья — кремнегеля — и исходных реагентов — 20—40% раствора фтористого аммония и 93—97% раствора серной кислоты, используемых в соотношениях 1,0—1,2 : 0,5—0,7.

Технология способа состоит в следующем. В смесь растворов фтористого аммония и серной кислоты, нагретой до 70—80°C, добавляют порциями кремнегель. Раствор перемешивают до полного растворения двуокси кремния и отфильтровывают от нерастворимых примесей.

Фильтрат охлаждают и обрабатывают аммиаком. Осадок двуокси кремния отделяют, промывают и сушат.

Пример 1. В полиэтиленовой емкости смешивают при комнатной температуре 51,3 г 40%-ного раствора NH₄F (20%-ный избыток от стехиометрии) и 19,1 г 97%-ной H₂SO₄ (13,7%-ный избыток от стехиометрии). Полученную смесь нагревают в термостате до 70—80°C и добавляют порциями 14 г кремнегеля в течение 10 мин. Раствор перемешивают еще 20 мин при той же температуре до полного растворения SiO₂ и отфильтровывают,

5
10
15
20
25
30

отделяя примеси соединений алюминия, которые при этом не растворяются.

Фильтрат охлаждают до комнатной температуры (20°C) и обрабатывают аммиаком при рН 8,5—9,0. Процесс проводят в полиэтиленовой емкости, в которую предварительно помещают 10 мл аммиачной воды с рН 10, а затем по каплям приливают фильтрат $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ при одновременной подаче газообразного аммиака и интенсивном перемешивании. Аммиак берут в 2%-ном избытке от стехиометрии. После осаждения раствор продолжают перемешивать в течение 0,5 ч при комнатной температуре и отфильтровывают на воронке Бюхнера. Затем осадок отмывают водой до содержания фтора в последнем фильтрате 0,02 вес. %. Осадок высушивают в сушильном шкафу до постоянного веса при 105—120°C. Полученная таким образом сажа имеет следующие характеристики:

Содержание, вес. %:	
SiO ₂	91,5
F	0,2
Al	0,3
Удельная поверхность, м ² /г	142
Выход, %	80

Белая сажа, полученная по предлагаемому способу и используемая в качестве наполнителя резин, имеет улучшенные физико-химические характеристики по сравнению с изве-

Показатели	Сажа по предлагаемому методу	СБ-50
Предел прочности при разрыве, кгс/см ²	147—188	95
Относительное удлинение, %	600—750	500
Остаточное удлинение, %	20—25	40

стными характеристиками для БС-50. В таблице представлены результаты усиливающих свойств белой сажи, полученной по предлагаемому методу.

5 Предлагаемый способ получения белой сажи позволяет утилизировать отход производства фтористого алюминия — неактивный кремнегель. По предварительным подсчетам ожидаемый экономический эффект составит 10 800 тыс. руб.

Формула изобретения

1. Способ получения белой сажи путем обработки кремнеземсодержащего сырья фтористыми соединениями аммония с последующей нейтрализацией полученного кремнефторида аммиаком, отделением, промывкой и сушкой осадка двуокиси кремния, отличающийся тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта и улучшения его свойств как наполнителя резин, в качестве кремнеземсодержащего сырья используют кремнегель и обработку его ведут смесью фтористого аммония с серной кислотой.

25 2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что фтористый аммоний и серную кислоту в смеси берут в весовом соотношении 1—1,2: 0,5—0,7.

30 3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что используют серную кислоту концентрации 93—97%, а фтористый аммоний концентрации 20—40%.

Источники информации,

35 принятые во внимание при экспертизе
1. Авторское свидетельство СССР № 331031, кл. С 01В 33/12, 01.07.70.
2. Авторское свидетельство СССР № 402510, кл. С 01В 33/12, 10.02.72.
40 3. Худолей И. П. Использование отходов суперфосфатного производства. Киев, 1968, с. 12—14.

Составитель Л. Романцева

Редактор Т. Девятко

Техред И. Михайлова

Корректор И. Позняковская

Заказ 2223/12

Изд. № 742

Тираж 671

Подписное

НПО Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2