



(11) RO 123556 B1

(51) Int.Cl.
C01B 33/12 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00301**

(22) Data de depozit: **17.04.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.08.2013** BOPI nr. **8/2013**

(41) Data publicării cererii:
30.10.2009 BOPI nr. **10/2009**

(73) Titular:

- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU METALE NEFEROASE ȘI RARE - IMNR, BD.BIRUINȚEI NR.102, COMUNA PANTELIMON, IF, RO;
- INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM, SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:

- MARA ELEONORA- LUMINIȚA, STR.HUȘI NR. 4, BL.B 35, SC.3, ET.1, AP.39, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;
- VELEA TEODOR, STR.ZAMBILELOR NR.6, BL.60, SC.1, ET.2, AP.5, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
- SÂRBU ANDREI, STR.VALEA OLTULUI NR.16, BL.A 28, SC.C, ET.2, AP.37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
- SÂRBU LILIANA, STR.VALEA OLTULUI NR.16, BL.A 28, SC.C, ET.2, AP.37, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;

• BEDA MARIANA, STR.DOAMNA GHICA NR.6, BL.3, SC.C, ET.7, AP.105, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

• ABAGIU TRAIAN ALEXANDRU, STR.CIUREA NR.2-4, BL.P 6A+B, SC.B, ET.8, AP.78, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

• MOȚOC ȘTEFANIA, STR.PAȘCANI NR.9, BL.TD 35, ET.10, AP.64, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;

• FRUTH-OPRIȘAN VICTOR, STR.PLANTELOR NR.14, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;

• GÂREA SORINA ALEXANDRA, STR.PRAŞILEI NR.8, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;

• ONISEI SILVIANA, STR.ION TUCULESCU NR.42 A, BL.PM 40, SC.C, AP.147, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;

• SÎRBU ELENA, STR.LT.ANTON IONESCU NR.26 A, ROȘIORI DE VEDE, TR, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:

US 5922299 A; US 6902806 B2;
EP 0720587 B1

(54) **SILICE MEZOPOROASĂ ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE A ACESTEIA**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o silice cu structură mezoporoasă, utilizată pentru obținerea materialelor ceramice, și la un procedeu pentru obținerea acesteia. Silicea conform invenției este cu structură amorfă la raze X, prezintă o distribuție granulometrică monomodală sau bimodală, cu o dimensiune medie a particulelor în domeniul 25...80 nm și 1300... 4500 nm, o densitate de 1,82...2 g/cmc, o suprafață specifică de 250...400 mp/g și o dimensiune medie a porilor în domeniul 2,3...200 Angstromi. Procedeul conform invenției constă în solubilizarea serpentinitului micronizat cu o soluție de acid mineral, la temperatură de 80...97°C, timp de

1...2 h, separarea amestecului obținut, din care rezultă o turtă de silice care se spală de 3...5 ori cu apă la temperatură de 95...100°C, după care au loc o filtrare și o uscare într-un cuptor electric, la o temperatură de 80...95°C, timp de 3...6 h, rezultând și o soluție reziduală, care se tratează cu soluții alcaline la temperatură de 30...60°C, fiind obținuți compuși hidrațați cu Fe sau Mg.

Revendicări: 2
Figuri: 4

Examinator: ing. ANDREI ANA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 123556 B1

1 Invenția se referă la un material sintetic, o silice cu structură mezoporoasă conform
 3 clasificării IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), amorfă la raze X, cu
 proprietăți deosebite, obținută hidrotermal din serpentinit micronizat, produs solicitat pentru
 5 obținerea materialelor ceramice în general și a ceramicii tehnice în special, și la un procedeu
 de obținere a acesteia.

7 În prezent este cunoscută o mare varietate de sortimente de silice amorfă, caracte-
 rizată printr-o suprafață specifică mai mică sau mai mare, destinată unui domeniu variat de
 9 aplicații industriale, în funcție de proprietățile materialului, și, de asemenea, sunt cunoscute
 numeroase procedee de obținere a acesteia, ce constau în gelatinizarea solurilor de silice,
 11 utilizând compuși organo-silicici, ca în brevetele US 2715060, US 6902806 B2 și
 13 US 2002123242 A1, precipitarea în mediu acid, utilizând soluții alcaline de sticlă solubilă
 15 (Na_2SiO_3 , K_2SiO_3) (Edith Beral, Mihai Zapan, *Chimie anorganică*, Editura Tehnică, București,
 17 1977), depunere în vaporii a microsilicei, ca în brevetul US 5922299, sau prin procedee acide
 dintr-un mineral monovalent cât mai pur, olivina, care se formează la temperatura înaltă în
 19 rocile eruptive, cu un conținut de peste 92% forsterite, pretratată pentru îndepărțarea mine-
 21 ralelor foliare și a altor minerale, considerate ca fiind impurificatoare, ca serpentina, talcul și
 23 piroxenii, când se obține, după câteva etape intermediare, un gel de silice transparent,
 25 format din particule sferice, ca în brevetul european EP 0720587 A1.

27 Conform acestor procedee, în funcție de caz, pentru obținerea silicei mezoporoase,
 sunt necesare operații premergătoare de pretratare a materiei prime, pentru eliminarea
 29 mineralelor însotitoare și purificarea acesteia, și care, în cazul unei aplicații la scară indus-
 31 trială, se compun din procese care necesită consumuri energetice suplimentare, pentru puri-
 33 ficarea materiei prime, utilizarea unor volume mari de apă de proces, generând, ca deșeu,
 35 cantități mari de apă industrială poluată și reziduuri pulvulerente care trebuie depozitate în
 halde, contribuind la poluarea mediului înconjurător, spre exemplu, ca în brevetele
 37 EP 0720587 A1 și WO 950/07235, sau folosesc materiei prime sub formă de precursori
 39 chimici puri, costisitori, a căror obținere și prelucrare se fac cu costuri ridicate, prin tehnologii
 41 complexe, conținând multe faze de prelucrare, ca în brevetele US 5922299 A și US 6902806
 43 B2. Alte soluții prezentate necesită aplicarea de temperaturi și presiuni ridicate, cuprinse
 între 150 și 1600°C, și 50...220 bari, un control riguros al pH-ului de precipitare: sticla solu-
 45 bilă se obține numai prin topirea alcalină a nisipului de quart cu carbonați alcalini, la tempera-
 47 turi de peste 800°C (temperatura eutecticului sistemului $\text{Na}_2\text{O}\text{-SiO}_2$); solubilizarea sticlei
 49 solubile în apă are loc la peste 150°C, în autoclavă; gelurile de silice sunt generate prin neu-
 tralizarea soluțiilor cu acid sulfuric, în domeniul de pH cuprins între 3 și 5; densificarea gelu-
 51 rilor obținute prin metoda sol-gel din precursori sintetici organo-silicici necesită temperaturi
 ridicate, 1200°C pentru gelurile alcooxidice și 1600°C pentru gelurile coloidale; depunerea
 53 în fază de vaporii a microsilicei presupune conversia materialului solid într-o fază gazoasă,
 55 prin diverse procese fizice, ce includ evaporarea termică, depunerea laser, urmată de răcirea
 57 acestui material, redepunerea pe un substrat țintă și îndepărțarea materialului țintă cu
 bombardament de atomi sau ioni. Caracteristicile finale ale materialului obținut prin aceste
 59 procedee, de silice poroasă, constând în granulație medie, densitate, suprafață specifică
 61 BET, volum și dimensiuni de pori, variază într-un domeniu larg, puternic influențat de
 63 complexitatea metodelor de prelucrare.

65 Procedeele menționate mai sus prezintă următoarele dezavantaje: costul materiilor
 prime, consumuri energetice mari, necesitatea unor temperaturi și presiuni ridicate, probleme
 deosebite de sinteză și densificare a silicei nanometrice.

67 Procedeul conform invenției elimină dezavantajele enumerate, prin aceea că, pentru
 69 obținerea silicei mezoporoase, se utilizează, ca sursă de siliciu, o materie primă ieftină, sub
 71 forma unui deșeu mineral, rezultat la extracția azbestului crisotilic, pe bază de anti-
 73 gorit/lizardit, un mineral secundar, bogat în anioni străini de tip OH^- , cu un conținut important
 75 de diferite alte minerale însotitoare și care are o utilizare foarte restrânsă, și un procedeu

RO 123556 B1

simplu, cu costuri și consumuri energetice reduse, când, prin trecerea într-o singură etapă, aproape total, în fază apoasă, a ionilor metalici sub formă de magneziu, fier, aluminiu sau nichel, conținuți în materia primă, prin solubilizare la circa 100°C și presiune atmosferică, se separă, într-o singură etapă, un reziduu silicios, fără să necesite alte adaosuri sau tratamente chimice ulterioare, reziduu, care ulterior, după eliminarea conținutului rezidual de acid îndepărtat prin spălare și îndepărtarea conținutului de umiditate în exces prin uscare la temperaturi coborâte, sub 100°C, constă într-o silice mezoporoasă cu porozitate și suprafață specifică ridicată, care poate fi utilizată la obținerea materialelor ceramice.	1 3 5 7
Procedeul conform inventiei elimină dezavantajele enumerate, prin aceea că utilizează o tehnologie simplă, care permite separarea silicei sub formă de reziduu silicios, într-o singură etapă, fără alte adaosuri sau tratamente suplimentare, procesarea realizându-se la temperaturi de până la 100°C, la presiune atmosferică, care permite valorificarea completă a materiei prime, nu generează noi deșeuri.	9 11 13
Silicea cu structura mezoporoasă, conform inventiei, diferă net compozițional și structural de produsele din stadiul tehnicii, prin aceea că nu necesită precipitare sau calcinare, și are un conținut de SiO_2 de 67,67%, Fe_2O_3 de 3,88%, Al_2O_3 de 2,92%, NiO de 0,04%, MgO de 5,12% și un conținut variabil de apă sub formă de apă de constituție și/sau umiditate și pierderi la calcinare de 24,7%. Silicea mezoporoasă, obținută conform inventiei, prezintă următoarele caracteristici: este amorfă la raze X, posedă o distribuție granulometrică, determinată pe un granulometru Laser (tip Marvel), monomodală (pulbere monodispersă) sau bimodală (două populații granulometrice distincte), cu o dimensiune medie a particulelor cuprinsă în domeniul 25...80 nm și 1300...4500 nm, cu o densitate a pulberii de silice cuprinsă între 1,82 și 2,0 g/cm ³ , și o suprafață specifică BET între 250 și 400 m ² /g, și cu o dimensiune medie a porilor cuprinsă între 2,5 și 200 Å.	15 17 19 21 23
Procedeul de obținere a silicei mezoporoase, conform inventiei, constă într-o primă fază, în care are loc solubilizarea acidă, la presiune atmosferică, a serpentinitului micronizat sub 40 µm, conținând minimum 70% antigorit/lizardit la 80...97°C, o durată de 1...2 h, cu o soluție a unui acid mineral, dintre HCl, HSO_4 sau HNO_3 , având o concentrație cuprinsă între 4 și 6 M, la un raport lichid-solid cuprins între 3:1 și 5:1, sub agitare continuă, 350...400 rpm, când se obține o pulpă formată dintr-o fază solidă de silice și o fază lichidă de soluție acidă concentrată, din care, ulterior, după decantarea amestecului, pentru separarea fazei solide de silice, amestecul se filtrează sub vid, când rezultă o turtă umedă de silice și o soluție reziduală acidă. Pentru obținerea silicei mezoporoase, conform inventiei, turta de silice se spală în contracurent cu apă fierbinte la 95...100°C, cu minimum trei trepte de spălare și maximum cinci trepte, ulterior, amestecul obținut se filtrează, urmată de o altă fază în care silicea spălată se usucă în cuptor electric la 80...95°C, timp de 3...6 h. Într-o altă fază a procedeului conform inventiei, soluția reziduală acidă, obținută de la solubilizarea serpentinitului micronizat, se tratează cu un agent de oxidare a fierului (II) la fier (III) cu azotit de sodiu în curent de aer sau clorură de amoniu, ulterior, cu soluții alcaline de NaOH , NH_3 , NaHCO_3 , în amestec sau separat, la 30...60°C, sub agitare lentă, 10...30 rpm, când se separă selectiv, prin precipitare și filtrare sub vid, fierul (III) și magneziul sub formă de compuși hidratați.	25 27 29 31 33 35 37 39 41
Se prezintă, în continuare, două exemple de realizare a inventiei, fără a le considera limitative.	43
Exemplul 1. Într-un vas de reacție termorezistent tip Pyrex, se introduc 763 g de soluție de acid azotic HNO_3 cu densitatea 1,31 g/cm ³ , care se încălzește sub agitare până la 85°C, la care se adaugă, treptat, 218 g de serpentinit micronizat cu granulația sub 40 µm, cu următoarea compoziție chimică (procente de greutate): 35,2% MgO , 8,8% Fe_2O_3 , 35,3% SiO_2 , 0,3% NiO , 0,37% Cr_2O_3 , 0,12% MnO , 1,3% Al_2O_3 , 1,25% Na_2O , 0,1% K_2O , 0,6% CaO și 17,01% PC, cu un conținut minim de 70% antigorit/lizardit și impurități sub formă de dorit, cuarț, crisotil, magnetit, spinel, la un raport lichid : solid, calculat față de substanță uscată,	45 47 49

de 3,5:1, după care amestecul se menține încă sub agitare cu 380...400 rpm la 95°C, o durată de 1 până la 2 h, când se obține o pulpă formată dintr-o fază solidă de silice SiO_2 și o fază lichidă de soluție acidă concentrată, cu 113,8 g/l MgO , 26,25 g/l Fe_2O_3 , 0,014 g/l SiO_2 , 0,86 g/l NiO , 0,06 g/l Cr_2O_3 , 0,34 g/l MnO , 1,94 g/l Al_2O_3 , 0,07 g/l Na_2O , 0,05 g/l K_2O și 1,96 g/l CaO . După decantarea parțială a amestecului timp de 15...20 min, se separă prin filtrare sub vid, pe un material filtrant, de exemplu, hârtie, cele două faze, când se obține o turtă umedă de silice și o soluție reziduală acidă, cu compoziția chimică de mai sus și densitate de 1,38 g/cm³. Turta de silice se spală în contracurent minimum trei trepte de spălare cu apă deionizată la 95...100°C, și se separă silicea spălată prin filtrare sub vid. După spălare și separare, silicea se usucă în cuptor electric în atmosferă obișnuită, în aer, la 80...95°C, timp de 3...6 h. După tratamentul termic de uscare, se obține o pulbere de silice mezoporoasă, cu următoarea compoziție chimică (proccente de greutate): 3,35% MgO , 2,84% Fe_2O_3 , 75,70% SiO_2 , 0,02% NiO , 1,10% Cr_2O_3 , 2,3% Al_2O_3 , 0,11% Na_2O , 0,02% K_2O , 0,11% CaO și 9,5% PC, și cu următoarele caracteristici: amorfă la raze X (fig. 1), cu distribuție granulometrică monomodală cu dimensiunea medie a particulelor egală cu 1150 nm (fig. 2), cu dimensiunea medie a porilor determinată prin izoterme de desorbție cuprinsă între 10 și 25 nm (fig. 3), cu densitatea egală cu 1,89 g/cm³ și suprafața specifică BET egală cu 250 m²/g (fig. 4).

Pentru separarea fierului și magneziului din soluția acidă, reziduală, rezultată la solubilizarea serpentinitului cu acid, după separarea fazei solide de silice, cu compoziția chimică: 113,8 g/l MgO , 26,25 g/l Fe_2O_3 , 0,014 g/l SiO_2 , 0,86 g/l NiO , 0,06 g/l Cr_2O_3 , 0,34 g/l MnO , 1,94 g/l Al_2O_3 , 0,07 g/l Na_2O , 0,05 g/l K_2O și 1,96 g/l CaO , într-un vas de reacție termorezistent tip Pyrex, se introduc 300 ml de soluție concentrată cu compoziția amintită, care se încălzesc sub agitare 10...30 rpm la 30...60°C, la care se adaugă circa 3 g de clorură de amoniu NH_4Cl cristalină, de puritate p.a. și soluție de amoniac 25% NH_3 sub agitare continuă, până la atingerea unui pH în soluție egal cu 6,5, când se separă, prin precipitat urmată de filtrare sub vid, un gel de fier (III) de culoare brună-roșiatică, cu un conținut variabil de apă, $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, cu 45,0% Fe_2O_3 , 0,24% MgO , 0,11% NiO , 0,73% MnO și rest apă. Precipitatul proaspăt are putere mare de adsorbție, sub formă coloidală și poate fi utilizat la epurarea apelor, în industria hârtiei, ca liant al pietrelor artificiale.

După operația de separare a gelului de fier, se continuă tratarea soluției reziduale cu un amestec alcalin de soluție de amoniac 25% și soluție de bicarbonat de sodiu 54 g/l, până la pH alcalin cuprins în domeniul 8...10, când se formează un precipitat de culoare albă, care se separă ușor, prin filtrare sub vid. După spălarea precipitatului cu apă deionizată și uscare în aer în cuptor electric la 90...100°C, se obține o pulbere de culoare albă de carbonat bazic de magneziu, cu următoarea compoziție chimică (în procente de greutate): 32,4% MgO , 0,004% Fe_2O_3 , 1,07% CaO , 0,16% NiO , 0,12% MnO , 63,83% PC, 47,71% CO_3^{2-} și 6,65% H_2O , ca umiditate. Produsul poate fi utilizat la obținerea oxidului de magneziu, folosit pe scară largă în diverse scopuri industriale, după un tratament termic de calcinare la 450...700°C, pe parcursul căruia se îndepărtează componente volatile din produs.

Exemplul 2. Într-un vas de reacție termorezistent tip Pyrex, se introduc 500 g de soluție de acid clorhidric HCl cu densitatea 1,098 g/cm³, care se încălzește sub agitare până la 85°C, la care se adaugă, treptat, 100 g de serpentinit micronizat, cu granulația sub 40 µm, cu următoarea compoziție chimică (proccente de greutate): 35,2% MgO , 8,8% Fe_2O_3 , 35,3% SiO_2 , 0,3% NiO , 0,37% Cr_2O_3 , 0,12% MnO , 1,3% Al_2O_3 , 1,25% Na_2O , 0,1% K_2O , 0,6% CaO și 17,01% PC, cu un conținut minim de 70% antigorit/lizardit și impurități sub formă de dorit, cuart, crisotil, magnetit, spinel, la un raport lichid:solid, calculat față de substanță uscată, de 5:1, după care amestecul se menține încă sub agitare cu 380...400 rpm la 95°C, o durată de 1 până la 2 h, când se obține o pulpă formată dintr-o fază solidă de silice SiO_2 și o fază

RO 123556 B1

lichidă de soluție acidă concentrată, cu 77,45 g/l MgO, 19,51 g/l Fe ₂ O ₃ , 0,053 g/l SiO ₂ , 0,56 g/l NiO, 0,08 g/l Cr ₂ O ₃ , 0,28 g/l MnO, 1,52 g/l Al ₂ O ₃ , 0,04 g/l Na ₂ O, 0,04 g/l K ₂ O și 1,03 g/l CaO. După decantarea parțială a amestecului timp de 15...20 min, se separă prin filtrare sub vid pe un material filtrant, de exemplu, hârtie, cele două faze, când se obține o turtă umedă de silice și o soluție reziduală acidă cu compoziția chimică de mai sus și densitate de 1,14 g/cm ³ . Turta de silice se spală în contracurent minim trei trepte de spălare cu apă deionizată la 95...100°C și se separă silicea spălată prin filtrare sub vid. După spălare și separare, silicea se usucă în cuptor electric în atmosferă obișnuită, în aer, la 80...95°C, timp de 3...6 h. După tratamentul termic de uscare, se obține o pulbere de silice mezopo-roasă, cu următoarea compoziție chimică (procente de greutate): 1,71% MgO, 1,66% Fe ₂ O ₃ , 71,46% SiO ₂ , 0,10% NiO, 1,18% Cr ₂ O ₃ , 2,46% Al ₂ O ₃ , 0,03% Na ₂ O, 0,04% K ₂ O, 0,09% CaO, 14,83% PC, și cu următoarele caracteristici: amorfă la raze X (fig. 1), cu distribuție granulo-metrică bimodală, cu dimensiunea medie a particulelor prezentând două maxime distincte, distanțate, egale cu 25...40 nm și, respectiv, 1800...2100 nm (fig. 2), cu dimensiunea medie a porilor, determinată prin izoterme de desorbție, cuprinsă între 5 și 18 nm (fig. 3), cu densitatea egală cu 2,0 g/cm ³ și suprafața specifică BET egală cu 400 m ² /g (fig. 4).	1 3 5 7 9 11 13 15 17 19 21 23 25 27 29
Pentru separarea fierului și a magneziului din soluția acidă reziduală, rezultată la solubilizarea serpentinitului cu acid, după separarea fazei solide de silice, cu compoziția chimică: 77,45 g/l MgO, 19,51 g/l Fe ₂ O ₃ , 0,053 g/l SiO ₂ , 0,56 g/l NiO, 0,08 g/l Cr ₂ O ₃ , 0,28 g/l MnO, 1,52 g/l Al ₂ O ₃ , 0,04 g/l Na ₂ O, 0,04 g/l K ₂ O și 1,03 g/l CaO, într-un vas de reacție termo-rezistent tip Pyrex, se introduc 200 ml de soluție concentrată cu compoziția amintită, care se încălzesc sub agitare 10...30 rpm la 30...60°C, la care se adaugă circa 3 g de azotit de sodiu NaNO ₂ cristalină, de puritate p.a., se purjează un curent de aer fin divizat în toată masa soluției timp de 1...2 h, ulterior, se adaugă soluție de amoniac 25% NH ₃ , sub agitare continuă, până la atingerea unui pH în soluție egal cu 6...6,5, când se separă prin precipitare urmată de filtrare sub vid un gel de fier (III) de culoare brună-roșiatică, cu un conținut variabil de apă, Fe ₂ O ₃ ·nH ₂ O, cu 42,5% Fe ₂ O ₃ , 3,65% MgO, 0,84% NiO, 0,64% MnO și rest apă. Precipitatul proaspăt are de asemenea putere mare de adsorbție, și sub formă coloidală, poate fi utilizat la purificarea apelor, în industria hârtiei, ca liant al pietrelor artificiale.	17 19 21 23 25 27 29
După operația de separare a gelului de fier, se continuă tratarea soluției reziduale cu un amestec alcalin de soluție de amoniac NH ₃ 25% și soluție de bicarbonat de sodiu 54 g/l, până la pH alcalin, cuprins în domeniul 8...10, când se formează un precipitat de culoare albă, care se separă ușor, prin filtrare sub vid. După spălarea precipitatului cu apă deionizată și uscare în aer în cuptor electric la 90...100°C, se obține o pulbere de culoare albă, de carbonat bazic de magneziu, cu următoarea compoziție chimică (în procente de greutate): 44,9% MgO, 0,006% Fe ₂ O ₃ , 0,87% CaO, 0,02% NiO, 0,02% MnO, 52,43% PC, 48,51% CO ₃ ²⁻ și 4,65% H ₂ O, ca umiditate. Produsul poate fi utilizat la obținerea oxidului de magneziu folosit pe scară largă în diverse scopuri industriale, după un tratament termic de calcinare la 450...700°C, în care se îndepărtează componente volatile din produs.	31 33 35 37 39

3 1. Silice mezoporoasă cu o distribuție granulometrică monomodală sau bimodală,
5 caracterizată prin aceea că este amorfă la razele X, are o distribuție monomodală sau
7 bimodală cu o dimensiune medie a particulelor cuprinsă între 25 și 80 nm, și 1300...4500 nm,
o densitate a pulberii de silice cuprinsă între 1,82 și 2,0 g/cm³, o suprafață specifică BET de
250...400 m²/g și o dimensiune medie a porilor de 2,5...200 Å.

9 2. Procedeu de obținere a silicei mezoporoase, definită în revendicarea 1, prin
solubilizare acidă, urmată de separarea solidului și uscarea acestuia, caracterizat prin
aceea că acesta cuprinde următoarele etape:

11 - serpentenitul, cu un conținut minim de 70% antigorit/lizardit și o compoziție chimică
13 de 35,2...43,1% MgO, 8,8...9,5% Fe₂O₃, 35,3...51,0% SiO₂, 0,2...0,3% NiO, 0,37...0,45%
Cr₂O₃, 0,12% MnO, 1,0...1,3% Al₂O₃, 1,0...1,25% Na₂O, 0,1...0,3% K₂O, 0,6...1,0% CaO și
14,5...17,01% PC, este micronizat sub 40 µm și se tratează timp de 1...2 h cu o soluție a
15 unui acid mineral, selectat dintre HCl, H₂SO₄ sau HNO₃, cu o concentrație cuprinsă între 4
și 6 M, la un raport lichid : solid cuprins între 3 și 5 : 1, sub agitare continuă, la 350...400 rpm,
17 la o temperatură de 80...97°C, rezultând o pulpă formată dintr-o fază solidă de silice și o fază
lichidă de soluție acidă concentrată;

19 - se separă fază solidă de silice prin decantare și apoi fază solidă este filtrată sub vid;
21 - turta umedă obținută este apoi supusă spălării cu apă caldă la 95...100°C, în
minimum trei trepte și maximum cinci trepte;

23 - amestecul obținut este separat prin filtrare, iar silicea obținută este uscată, timp de
3...6 h, la o temperatură de 80...95°C;

25 - soluția acidă, rezultată de la solubilizarea serpentinitului micronizat, se tratează cu
un agent de oxidare pentru oxidarea fierului (II) la fier (III), selectat dintre azotit de sodiu
27 cristalizat, însotit de purjarea unui curent de aer fin dispersat în întreaga masă a soluției
acide și clorură de amoniu cristalizată;

29 - soluția acidă este apoi tratată cu soluții alcaline de NaOH, NH₃, NaHCO₃, în
amestec sau separat, la o temperatură de 30...60°C, sub agitare continuă, lentă, la 10...30
rpm, când are loc separarea selectivă prin precipitare, urmată de filtrare sub vid a fierului (III)
31 și magneziului, sub formă de compuși solizi hidrateți.

RO 123556 B1

(51) Int.Cl.

C01B 33/12 (2006.01)

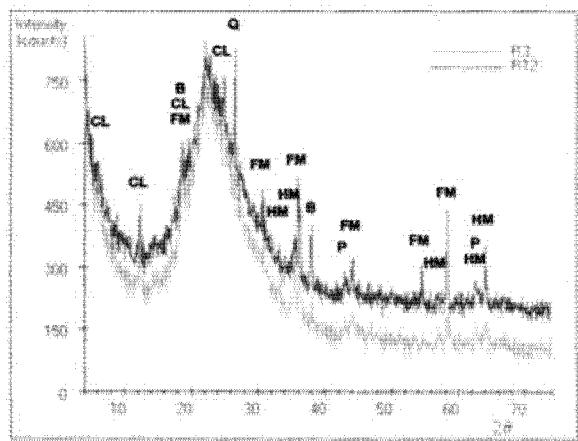


Fig. 1

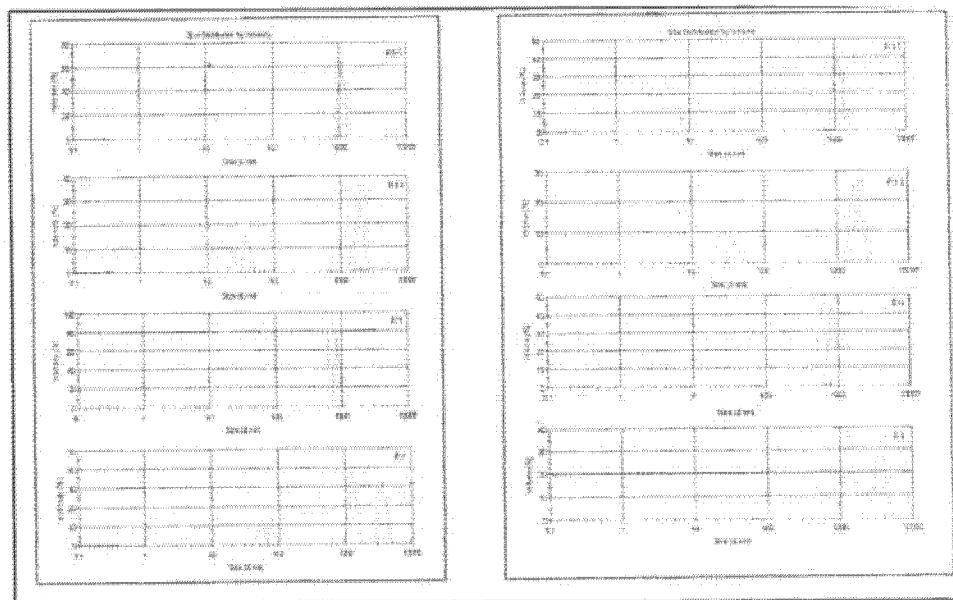


Fig. 2

RO 123556 B1

(51) Int.Cl.

C01B 33/12 (2006.01)

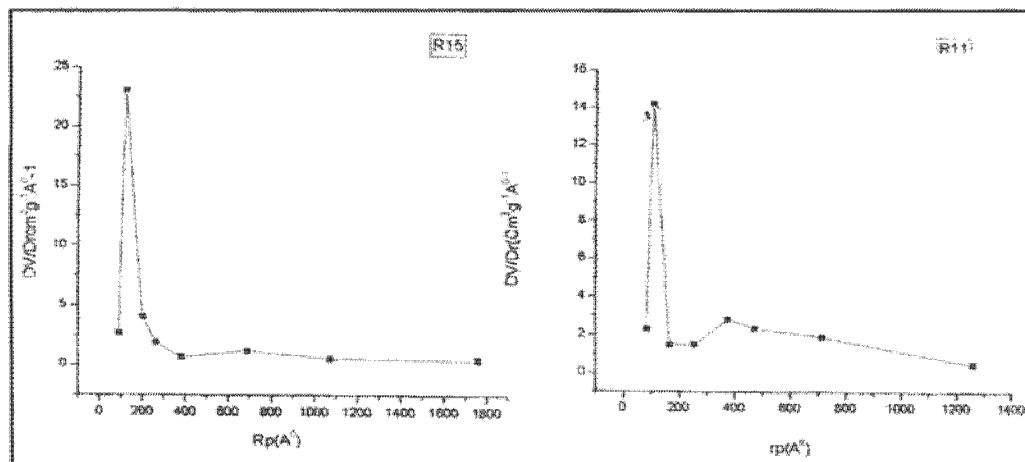


Fig. 3

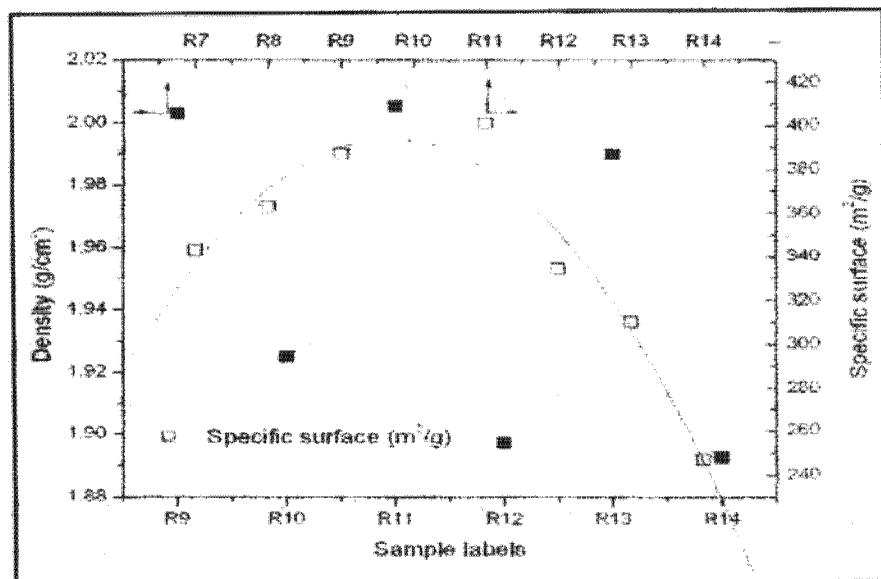


Fig. 4

