

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl<sup>7</sup>

C01B 33/12

B01D 37/02 B01J 20/14

B01J 21/08

## [12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 01129546.5

[43] 公开日 2001 年 11 月 21 日

[11] 公开号 CN 1322673A

[22] 申请日 2001.6.26 [21] 申请号 01129546.5

[71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所

地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号

[72] 发明人 邱德瑜 盛桂云 吴仙花

张桂珍 尹承滨

[74] 专利代理机构 长春科字专利代理有限责任公司

代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 硅藻土提纯处理方法

[57] 摘要

本发明属于硅藻土提纯处理方法。采用两步烧,即达到除砂目的,同时改变无机杂质的晶体结构而活化,增强杂质本身同酸反应的能力,将硫酸加到硅藻土中,在 300℃ 以下焙烧,不需加压可获得纯度高、多孔粒细的 SiO<sub>2</sub>。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

## 权 利 要 求 书

---

1. 一种硅藻土提纯处理方法,其特征在于将硅藻土水洗除泥、砂,在 500-550℃ 高温烧 1-1.5 小时加入  $H_2SO_4$ , 加入量为  $H_2SO_4$ : 杂质重量百分比为 1.1-1.3 在 220-280℃ 焙烧 2-2.5 小时, 浸水去废液, 加入含 1%除 Fe 剂液洗涤, 过滤、干燥, 即得纯度为:  $SiO_2$  在 90%以上,  $Al_2O_3$  0.04%以下,  $Fe_2O_3$  0.4 以下的白色硅藻土。

# 说 明 书

---

## 硅藻土提纯处理方法

本发明属于硅藻土提纯处理方法。

硅藻土是由古代含硅高的藻类硅化而成的天然  $\text{SiO}_2$ ，具有粒径小、多孔、比表面大、吸附性强、耐高温、抗酸、价格便宜等特点、有很大的应用价值。处理硅藻土实质上是设法去掉所含杂质。以往的处理主要是针对硅藻土用作催化剂载体和助滤剂的要求，基本上是采用酸浸煮，使杂质与酸作用，形成可溶性化合物而被除去。这种做法有以下不足：1、酸浸煮除去有机物杂质效果不大；2、硅藻土中杂质不是简单的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$  等化合物，而是复杂的硅铝化合物和铁化合物。这类杂质要在较高的温度下才能被酸所破坏，转化为  $\text{SiO}_2$  和可溶性的铝、铁盐而被除去，现用 31% $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，在 106-108℃浸煮或者用 40% $\text{H}_2\text{SO}_4$  在 110℃浸煮。这样的处理温度对酸破坏杂质反应，仍显得很低。所以反应速度小、浸煮时间长，作用欠彻底。若要再提高浸煮温度只能在密封系统中加压进行，其设备投资是很大的，不现实；3、酸浸煮时所用的酸量远大于所需之量，因而最后废酸处理量也很大；4、酸浸煮时对设备腐蚀较大，增加了成本；5、以往酸浸煮处理后的硅藻土的杂质含量对用作填料来说，仍显得稍大，满足不了使用要求。因此，如何彻底除去有机物杂质，提高处理温度，增加杂质同酸反应的速度，降低酸的消耗，是解决硅藻土处理的关键。

本发明的目的是提供一种硅藻土提纯处理方法，采用两步烧，即达到除砂目的，同时改变无机杂质的晶体结构而活化，增强杂质本身同酸反应的能力，将硫酸加到硅藻土中，在 300℃以下焙烧，不需加压可获得纯度高、多孔粒细的 SiO<sub>2</sub>。

硅藻土中杂质硅铝化合物和铁化合物等，与酸反应要求在远高于 110℃的温度进行。这是酸的水溶液体系所不能达到的，但浓硫酸沸点约 340℃，欲达到提高处理温度、增加破坏杂质的反应速度，只有放弃水溶液酸浸煮。因此，本发明采用两步烧的处理方法，达到除砂目的。第一步：将去泥、砂的硅藻土在高温下烧。其目的：一是充分氧化掉有机物杂质，二是改变无机杂质的晶体结构而活化，增强杂质本身同酸反应的能力。第二步：硫酸加到硅藻土中焙烧，酸可以均匀地渗透到硅藻土微孔中，随着温度升高，水份蒸发，微孔中酸度增加，除去微孔中杂质较彻底，从而可获得纯度高、多孔粒细的 SiO<sub>2</sub>，可以在 300℃以下进行而不需加压。这样，提高杂质同酸反应温度，这一难题就解决了。该增强杂质本身反应活性和提高酸处理温度，这两个方面加快除去硅藻土中杂质，两者不可缺一，这是解决此问题的基础。

本发明将硅藻土水洗除泥、砂，在 500-550℃高温烧 1-1.5 小时加入 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>，加入量为 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>：杂质重量百分比为 1.1-1.3 在 220-280℃焙烧 2-2.5 小时，水浸取，加入含 1%除 Fe 剂液洗涤，过滤、干燥，即得纯度为：SiO<sub>2</sub>在 90%以上，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0.04%以下，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>0.4 以下的白色硅藻土。

本发明工艺二次高温处理，大大提高酸处理温度，加快了处理反

应速度，缩短处理时间，仅 3、4 小时。该处理温度未达到  $\text{H}_2\text{SO}_4$  沸点，酸雾小，亦没达到铝、铁盐分解温度，不产生铝、铁、硫的氧化物。同酸浸煮比，减少用酸量，因此设备腐蚀减小，有利于降低成本。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1：

30 克水洗后的硅藻土  $\text{SiO}_2$  含量 85%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  2%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  6%，先在  $500^\circ\text{C}$  烧 1 小时，冷后加  $1.28\text{H}_2\text{SO}_4$  25ml，拌匀，于  $250^\circ\text{C}$  焙烧 2 小时，浸水、分离去废水，再用含 1% 除铁剂液洗涤，过滤、烘干，得到白色产品。其组成为： $\text{SiO}_2$  含量 91%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0.4%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  0.033%。

实施例 2：

30 克水洗后的硅藻土， $\text{SiO}_2$  含量 82.50%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  2.5%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  2% 在  $500^\circ\text{C}$  烧 1.5 小时，冷后加  $1.28\text{H}_2\text{SO}_4$  30ml，混匀，于  $280^\circ\text{C}$  焙烧 2.2 小时，浸水、去废液，加除铁剂液洗涤，过滤、烘干，得白色产品，其组成为： $\text{SiO}_2$  含量 91%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0.24%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  0.037%。

实施例 3：

30 克水洗后的硅藻土  $\text{SiO}_2$  含量 76.12%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  11.83%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  19.1% 在  $550^\circ\text{C}$  烧 1 小时，冷后加  $1.4\text{H}_2\text{SO}_4$  30ml，拌匀后，置  $220^\circ\text{C}$  焙烧 2.5 小时，浸水去废液，加除铁剂液洗涤，过滤烘干、得白色硅藻土，组成为  $\text{SiO}_2$  含量 91%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  0.4%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  0.04%。

实施例 4：

30 水洗后的克硅藻土， $\text{SiO}_2$  含量 57.50%， $\text{Fe}_2\text{O}_3$  3.09%， $\text{Al}_2\text{O}_3$  8.4% 先在  $550^\circ\text{C}$  烧 1.5 小时，冷后加  $1.30\text{H}_2\text{SO}_4$  35ml，拌匀，于  $250\text{--}280$

℃中焙烧 2.5 小时，浸水去废液、加除铁剂液洗几次，过滤、烘干后到白色硅藻土，组成为：SiO<sub>2</sub> 含量 91.3%，Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>0.27%，Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>0.034%。