

(19)



Евразийское  
патентное  
ведомство

(21) 201800298 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки  
2019.12.30

(51) Int. Cl. C01B 33/12 (2006.01)  
C01B 33/141 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки  
2018.06.04

---

(54) НОВЫЙ НАНОТЕХНОЛОГИЧНЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ  
ОРТОКРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

---

(96) 2018000072 (RU) 2018.06.04

(71)(72) Заявитель и изобретатель:  
КУЛАКОВ АНАТОЛИЙ  
ВАСИЛЬЕВИЧ; РАНЦЕВ-  
КАРТИНОВ ВАЛЕНТИН  
АНДРЕЕВИЧ (RU)

(57) Изобретение относится к новому нанотехнологическому промышленному способу получения ортокремниевой кислоты, имеющей структуру валентных связей кремния, как у углерода в алмазе, с использованием нанотехнологической цепочки из трех идентичных блоков с отличающимися размерами элементов рабочего тела, основанной на применении разработанного универсального модуля промышленных дезинтеграторов/активаторов (патент РФ № 161751). В первый модуль подается исходный кварцевый песок, который размалывается элементами рабочего тела (ЭРТ) модуля (в виде цилиндров диаметром ~2 мм, длиной ~10 мм из закаленной магнитотвердой стали или шариков диаметром ~5 мм от шарикоподшипников) вплоть до 50 мкм; во второй модуль поступает полученный кварцевый порошок, который домалывается до 10 нм ЭРТ (в виде игл диаметром ~1 мм при длине ~10 мм из той же стали); в третий модуль с такими же ЭРТ, как и в предыдущем модуле, поступают полученный нанопорошок и вода с температурой в пределах от 1 до 30°C, которые, перемешиваясь и активируясь в рабочей зоне модуля, дают сначала однородную наносuspension кварцевого порошка в воде, далее превращающуюся под действием электрохимии в ОКК с алмазоподобной структурой валентных связей кремния. Способ отличается тем, что 1) помол кварцевого песка осуществляется двумя идентичными блоками модулей с отличающимися диаметрами цилиндров рабочих тел вплоть до 10 нм; 2) процесс получения ОКК протекает (в третьем модуле, полностью идентичном второму) при температуре окружающей среды 1-30°C и атмосферном давлении.

A1

201800298

201800298

A1

# НОВЫЙ НАНО-ТЕХНОЛОГИЧНЫЙ ПРОМЫШЛЕННЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ОРТО-КРЕМНИЕВОЙ КИСЛОТЫ

МПК: C01B 33/142; B82B 1/00 (2006.01)

Изобретение относится к новому нано-технологическому промышленному способу получения орто-кремниевой кислоты (**ОКК**), имеющего структуру валентных связей кремния как у углерода в алмазе с использованием нано-технологической (**НТ**) цепочки из трех идентичных блоков с отличающимися размерами элементов рабочего тела (**ЭРТ**), основанной на применении разработанного авторами Универсального Модуля Промышленных Дезинтеграторов/Активаторов (Патент РФ № 161751) позволяющей: предварительно размолоть исходный кварцевый песок до микро-дисперсного кварцевого порошка (**КП**) вплоть до тонины в 50 мкм; домолоть этот кварцевый порошок (**КП**) вплоть до тонины ~ 10 нм; приготовить из этого кварцевого нано-порошка водной нано-суспензии; активировать её так, чтобы в ней пошла электрохимия прямого растворения нано-порошка **КП** в воде, протекающего при нормальном давлении и комнатной температуре. Применение водных растворов **ОКК** для «затворения» вяжущих лежит в основе производства особо прочных новых строительных вяжущих материалов на основе применения различных шлаков и/или любых местных вулканических/горных пород, а также композитов с уникальными конструкционными свойствами.

Известен способ, относящийся к аналитической химии, а именно к способам получения модифицированных сорбентов, которые широко используются для концентрирования, разделения и определения различных неорганических и органических соединений. Способ получения ксерогеля кремниевой кислоты включает сплавление природной опоки с карбонатом натрия до образования силиката натрия и гидролиз сплава в присутствии соляной кислоты до получения геля, в который затем добавляют раствор комплексона III с концентрацией  $10^{-1}$  М и промывают дистиллированной

водой до удаления хлорид-ионов и избытка комплексона, причем сплавление опоки с карбонатом натрия осуществляют при температуре  $700\div 900\text{ C}^\circ$  в течение  $2\div 4$  часов, при массовом соотношении компонентов 1:5, гидролиз проводят в присутствии 6,0 М соляной кислоты, а комплексон III в полученный гель добавляют из расчета на 1 г опоки - не менее 5 мл комплексона и выдерживают в течение 20-30 мин, а продукт сушат при температуре  $140\div 150\text{ C}^\circ$ . Способ позволяет получить ксерогель кремниевой кислоты аналитического назначения из легкодоступного природного материала - опоки, что приводит к удешевлению технологии получения ксерогеля при сохранении его качественных параметров. (Патент РФ № 2230027, 2003).

Недостатками этого способа являются: технологически сложные операции, требующие больших энергозатрат (нагревание до  $700\div 900\text{ C}^\circ$  в течении  $2\div 4$  часов), необходимость проведения гидролиза с использованием соляной кислоты и невозможность получения в чистом виде орто-кремниевой кислоты.

Известен также способ, относящийся к: стабилизированным гидроксонием нано-частицам кремниевой кислоты; составу, полученному из указанной разбавленной суспензии; порошку, полученному из указанной дегидратированной суспензии; препарату или лекарственной форме, полученной из указанной суспензии; составу или порошку и их применению во всех типах применений в области пищевой промышленности, медицины, фармацевтики, косметики. Суспензия содержит нано-частицы коллоидного раствора кремниевой кислоты с рН ниже, чем 0,9, молярной концентрацией кремния в пределах от 0,035 до 0,65, концентрацией свободной воды, по меньшей мере, 30% мас./об. и соотношением между молярными концентрациями ионов гидроксония и Si более чем 2, и предпочтительно менее 4. Способ получения стабильной суспензии нано-частиц коллоидного раствора кремниевой кислоты включает стадии обеспечения водного раствора неорганического или органического кремния и быстрого смешивания

указанного водного раствора неорганического или органического кремния с водой, содержащей сильное кислотное соединение при температуре менее 300°C, предпочтительно в пределах от 1 до 25°C, с получением суспензии наночастиц коллоидного раствора кремниевой кислоты с рН менее чем 0,9, стабилизированной ионами гидроксония, соотношением молярных концентраций между ионами гидроксония и Si более чем 2 и предпочтительно менее 4, с молярной концентрацией кремния в пределах от 0,035 до 0,65 и концентрацией свободной воды, по меньшей мере, 30% мас./об. Техническим результатом изобретения является обеспечение синтеза наночастиц кремниевой кислоты, стабильных и способных быстро растворяться в монокремниевую и ди-кремниевую кислоту при разбавлении в водных средах. (Патент РФ № 2488557, 2009).

Недостатками этого способа являются невозможность получения ортокремниевой кислоты (**ОКК**), невозможность использования полученного материала применительно к строительным вяжущим средствам.

Технический результат нового нанотехнологического промышленного способа получения качественной **ОКК** в промышленных объемах без использования процессов нагревания и создания избыточного давления, снижение энергозатрат, а также упрощение технологического цикла производства и линии производственного оборудования.

Указанный технический результат достигается за счёт того, что по предполагаемому способу исходный кварцевый песок, который размалывается элементами рабочего тела (**ЭРТ**) модуля (в виде цилиндров диаметром ~ 2 мм, длиной ~ 10 мм из закаленной магнитотвердой стали или шариков диаметром ~ 5 мм от шарикоподшипников) вплоть до 50 мкм; во второй модуль поступает полученный кварцевый порошок, который домалывается до 10 нм **ЭРТ** (в виде игл диаметром ~ 1 мм при длине ~ 10 мм из той же стали); в третий модуль с такими же **ЭРТ**, как и в предыдущем модуле, поступает полученный нанопорошок и вода с температурой в пределах от 1 до 30 С°, которые, перемешиваясь и активируясь в рабочей зоне

модуля, дают сначала однородную нано-суспензию кварцевого порошка в воде, далее превращающуюся под действием электрохимии в ортокремниевую кислоту с алмазо-подобной структурой валентных связей кремния.

Пример осуществления способа.

Создается линия из трех последовательно сочлененных идентичных Универсальных Модулей Промышленных Дезинтеграторов/Активаторов. В первый модуль подается исходный кварцевый песок, который размалывается ЭРТ модуля (в виде цилиндров диаметром ~ 2 мм, длиной ~ 10 мм из закаленной магнитотвердой стали или шариков диаметром ~ 5 мм от шарикоподшипников) вплоть до 50 мкм. После этого полученный порошок поступает во второй модуль, который домалывается до 10 нм ЭРТ (в виде игл диаметром ~ 1 мм при длине ~ 10 мм из той же стали). После этого, нанопорошок поступает в третий модуль с такими же ЭРТ, как и в предыдущем модуле, полученный нано-порошок смешивается с водой при оптимальной температуре в пределах от 1 до 30 С°, которые, перемешиваясь и активируясь в рабочей зоне модуля, дают сначала однородную нано-суспензию кварцевого порошка в воде, далее превращающуюся под действием электрохимии в ортокремниевую кислоту с алмазо-подобной структурой валентных связей кремния. Процесс протекает по реакции согласно формуле.



Способ может быть применен для получения новых вяжущих из различных вулканических и горных пород. При этом использование вместо воды полученной гелеобразной **ОКК** в качестве затвора, улучшает прочностные характеристики на сжатие и изгиб затворяемых вяжущих.

Задачи, решаемые предлагаемым изобретением, являются:

- а. упрощение процесса получения **ОКК** за счет применения **НТ**, позволяющей заменить химические реакции, идущие при высоких температурах и давлении на электрохимические, идущие при комнатной температуре и атмосферном давлении;

- b. снижение за счет этого энергетических затрат, поскольку сама по себе аппаратура применяемой **НТ** является высокоэффективной;
- c. улучшение качества конечного продукта, поскольку **НТ** позволяет получать **ОКК** без примеси соответствующих мета-силикатов.

Технический результат - получение качественного, однородной по составу **ОКК** данного типа, снижение энергетических затрат и времени производства, за счет чего существенно снижается стоимость готового продукта. Указанный технический результат достигается тем, что **НТ** получения **ОКК** состоит из:

- предварительного размалывания **КП** до размера зерен  $\sim 50$  мкм на обычном оборудовании для помола цемента или в разработанном авторами Универсальном Модуле Промышленных Дезинтеграторов/Активаторов (**УМПД/А**) [6] с элементами рабочего тела (**ЭРТ**) в виде цилиндров диаметром 2 мм и длиной  $\sim 10$  мм из закаленной магнитно-жесткой стали или в виде шариков для подшипников диаметром  $\sim 5$  мм;

- приготовления из 50-ти микронного порошка **КП** nano-порошка (**НП**) с размером зерен  $\sim 10$  нм путем размалывания его в **УМПД/А**, но с **ЭРТ** в виде игл диаметром  $\sim 1$  мм и длиной  $\sim (10\div 12)$  мм;

- приготовления в рабочей зоне (**РЗ**) **УМПД/А** с теми же **ЭРТ** в виде игл nano-суспензии из полученного **НП КП** в 50-ти процентном водном растворе;

- перемешивания и активации nano-суспензии в **РЗ** все того же **УМПД/А** ведет к протеканию электрохимических реакций и в результате их к растворению **НП КП** в воде и наработке **ОКК** по уравнению (1) при комнатной температуре и нормальном давлении (Ноу Хау авторов).

Здесь следует отметить, что для удобства обслуживания применяемой nano-технологии и увеличения её производительности она составляется в виде технологической цепочки из последовательно сочлененных 3-х агрегатов **УМПД/А** с выше описанными **ЭРТ**, на выходе из которой в непрерывном режиме будет выходить **ОКК**, со структурой валентных связей у кремния как

у углерода в алмазе. Таким образом, разработанный авторами УМПД/А в данной технологии позволяет предварительно измельчить частицы **КП** с исходных размеров до 50-ти микронного порошка, далее размолоть эту фракцию вплоть до **НП**, приготовить из него суспензию в воде, активировать ее вплоть до полного растворения его в ней с образованием **ОКК**, и все это при нормальном атмосферном давлении и при температуре окружающей среды (5÷30) С°. Кроме **КП** в качестве кремнеземных материалов могут быть использованы также, упоминаемые ранее, природные материалы или отходы производства кремнеземистых материалов и изделий.

Итак, для осуществления предлагаемого способа получения **ОКК** должна быть создана линия из трех последовательно сочлененных идентичных УМПД/А. Процесс протекает по реакции согласно формуле (1). Способ может быть применен для получения новых вяжущих из различных местных шлаков, вулканических/горных пород, боя стекла, кирпича, керамики и т.д. со значительно улучшенными прочностными характеристиками на сжатие, изгиб, а также на стойкость в агрессивных средах [7].

Кроме того, за счёт возможности предварительного размола в УМПД/А, предлагаемый nano-технологичный способ получения **ОКК** позволяет:

- использовать сырье с неограниченным диапазоном размера частиц;
- существенно расширить сырьевую базу;
- более полно использовать много-тоннажные промышленные отходы кремнезема;
- организовать безотходное производство многих промышленных предприятий;
- способствовать решению многих экологических проблем.

## Литература

- [1] Григорьев Н.Н., «Основы химии силикатов», М. 1940, с. 90.
- [2] М.А. Сафарян, С.З. Геворкян, А.М. Сафарян, «Способ получения ортосиликата натрия с восьмью молекулами воды», Патент РФ № 880979, Кл. С01В33/32, Бюллетень федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам, № 42 от 27.07.2001.
- [3] Глуховский Н.Н., «Грунтосиликаты», Голударственное издательство литературы ПО СТРОИТЕЛЬСТВУ И АРХИТЕКТУРЕ УССР, Киев, 1959 г., с. 32.
- [4] Шарова В.В., Подвольская Е.Н., «Способ получения жидкого стекла специального назначения», Патент РФ № 2171222, Кл. С01В33/32, Бюллетень федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам, от 27.07.2001.
- [5] Фишман И.Р., «Современные способы производства жидкого стекла», Технология, экономика, организация производства и управления. Сер. 8, Вып. 37, Москва, 1989, с. 40.
- [6] Кулаков А.В., Ранцев-Картинев В.А., «Универсальный модуль промышленных дезинтеграторов/активаторов», Патент на полезную модель № 161751, Бюллетень федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам № 13, от 10.05.2016.
- [7] Кулаков А.В., Ранцев-Картинев В.А., «Новая нано-технология - основа комплексного развития и обороны приморских территорий и акваторий РФ», Экономические стратегии. №9, с. 22-33, 2014.



## Формула изобретения

1. Новый нано-технологичный промышленный способ получения ортокремниевой кислоты (**ОКК**) представляет собой технологичную цепочку из трех разработанных и запатентованных авторами последовательно сочлененных идентичных Универсальных Модулей Промышленных Дезинтеграторов/Активаторов: в первый модуль подается исходный кварцевый песок, который размалывается элементами рабочего тела (**ЭРТ**) модуля (в виде цилиндров диаметром  $\sim 2$  мм, длиной  $\sim 10$  мм из закаленной магнитотвердой стали или шариков диаметром  $\sim 5$  мм от шарикоподшипников) вплоть до 50 мкм; во второй модуль поступает полученный кварцевый порошок, который домалывается до 10 нм **ЭРТ** (в виде игл диаметром  $\sim 1$  мм при длине  $\sim 10$  мм из той же стали); в третий модуль с такими же **ЭРТ**, как и в предыдущем модуле, поступает полученный нанопорошок и вода с температурой в пределах  $(1\div 30)$   $^{\circ}\text{C}$ , которые, перемешиваясь и активируясь в рабочей зоне модуля, дают сначала однородную наносуспензию кварцевого порошка в воде, далее превращающуюся под действием электрохимии в **ОКК** с алмазо-подобной структурой валентных связей кремния.


2. Способ по п.1, отличающиеся тем, что: 1) помол кварцевого песка осуществляется двумя идентичными блоками модулей с отличающимися диаметрами цилиндров рабочих тел вплоть до 10 нм; 2) процесс получения **ОКК** протекает (в третьем модуле полностью идентичном второму) при температуре окружающей среды  $(1\div 30)$   $^{\circ}\text{C}$  и атмосферном давлении.

## ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ  
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42  
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

201800298

Дата подачи: 04 июня 2018 (04.06.2018)		Дата испрашиваемого приоритета:	
Название изобретения: Новый nano-технологичный промышленный способ получения орто-кремниевой кислоты			
Заявитель: КУЛАКОВ Анатолий Васильевич и др.			
<input type="checkbox"/> Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа)			
<input type="checkbox"/> Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)			
А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:			
МПК: C01B 33/12 (2006.01)		СПК: C01B 33/12 (2013-01)	
C01B 33/141 (2006.01)		C01B 33/141 (2013-01)	
Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК			
Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:			
Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК)			
C01B 33/12-33/18			
Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:			
В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ			
Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей		Относится к пункту №
A	RU 2320538 C1 (ПОТАПОВ ВАДИМ ВЛАДИМИРОВИЧ и др.) 27.03.2008		1-2
A	RU 2185334 C2 (КАШПУРА ВИТАЛИЙ НИКОЛАЕВИЧ и др.) 10.04.2002		1-2
A	RU 2076084 C1 (ИКОННИКОВ АЛЕКСАНДР НИКОЛАЕВИЧ) 27.03.1997		1-2
<input type="checkbox"/> последующие документы указаны в продолжении графы В		<input type="checkbox"/> данные о патентах-аналогах указаны в приложении	
* Особые категории ссылочных документов:			
"А" документ, определяющий общий уровень техники		"Т" более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения	
"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее		"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности	
"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.		"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории	
"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета		"&" документ, являющийся патентом-аналогом	
"D" документ, приведенный в евразийской заявке		"L" документ, приведенный в других целях	
Дата действительного завершения патентного поиска:		15 февраля 2019 (15.02.2019)	
Наименование и адрес Международного поискового органа:		Уполномоченное лицо :	
Федеральный институт промышленной собственности РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб., д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА		 Л. В. Андреева	
		Телефон № (499) 240-25-91	