



(51) МПК
C01B 33/20 (2006.01)
C01B 33/18 (2006.01)
C09C 1/30 (2006.01)
B01J 20/10 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2012142704/05, 07.04.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
 07.04.2011

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
 08.04.2010 US 12/756,548

(43) Дата публикации заявки: 20.05.2014 Бюл. № 14

(45) Опубликовано: 10.11.2015 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: Д.Брек, "Цеолитовые молекулярные сита", М, 1976; "Модифицированные кремнезёмы в сорбции, катализе и хроматографии", под ред. Г.В.Лисичкина, М., 1986, стр.24-30; US 20050234136 A1 20.10.2005; US 7435450 B2 14.10.2008; US 7166265 B2 23.01.2007; US 6752864 B2 22.06.2004; RU 2124944 C1 20.01.1999; RU 2358908 C2 20.06.2009; RU 2008132732 A 20.02.2010

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 08.11.2012

(86) Заявка РСТ:
 US 2011/031491 (07.04.2011)

(87) Публикация заявки РСТ:
 WO 2011/127228 (13.10.2011)

Адрес для переписки:

105062, Москва, ул. Покровка, д. 33/22, стр. 1,
 Агентство "ИНТЭЛС"

(72) Автор(ы):

КЭЙЗЕР Брюс А. (US),
 ЭРГАНГ Николас С. (US),
 МИМНА Ричард (US)

(73) Патентообладатель(и):

НАЛКО КОМПАНИ (US)

(54) СЕРОСОДЕРЖАЩАЯ КРЕМНЕЗЕМНАЯ ФРАКЦИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к кремнезёмсодержащим материалам. Предложен состав, содержащий вещество, имеющее эмпирическую формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a$, где М представляет собой катион металла или металлоида. 0,01-100% удельной площади поверхности вещества покрыто органосилоном.

Молярное отношение у/х составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение х/з составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение а/з зависит от свойства содержащегося в веществе оксида металла. Полученный продукт эффективен в качестве наполнителя, носителя катализатора или адсорбента. 3 н. и 7 з.п. ф-лы, 3 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C01B 33/20 (2006.01)
C01B 33/18 (2006.01)
C09C 1/30 (2006.01)
B01J 20/10 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2012142704/05, 07.04.2011**

(24) Effective date for property rights:
07.04.2011

Priority:

(30) Convention priority:
08.04.2010 US 12/756,548

(43) Application published: **20.05.2014** Bull. № 14

(45) Date of publication: **10.11.2015** Bull. № 31

(85) Commencement of national phase: **08.11.2012**

(86) PCT application:
US 2011/031491 (07.04.2011)

(87) PCT publication:
WO 2011/127228 (13.10.2011)

Mail address:

**105062, Moskva, ul. Pokrovka, d. 33/22, str. 1,
Agentstvo "INTEhLS"**

(72) Inventor(s):

**KEhJZER Brjus A. (US),
EhRGANG Nikolas S. (US),
MIMNA Richard (US)**

(73) Proprietor(s):

NALCO COMPANY (US)

(54) **SULPHUR-CONTAINING SILICA FRACTION**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to silica-containing materials. Claimed is composition, containing substance, which has empirical formula $(\text{SiO}_2)_x (\text{OH})_y \text{M}_z \text{O}_a$, where M represents metal or metalloid cation. 0.01-100% of specific area of compound surface

are covered with organosilane. Molar ratio y/x constitutes from 0.01 to 0.5, molar ratio x/z constitutes from 0.1 to 300, and molar ratio a/z depends on property of metal oxide, contained in substance.

EFFECT: obtained product is effective as filling agent, catalyst carrier or adsorbent.

10 cl, 3 ex

Область техники, к которой относится изобретение

Изобретение относится к содержащему кремнезем составу.

Уровень техники

5 Содержащие кремнезем материалы находят повсеместное применение. В частности, в разнообразных процессах производства потребительских или промышленных изделий используют содержащие кремнезем материалы различного назначения. Так, например, содержащие кремнезем материалы могут использоваться в качестве наполнителей в покрытиях (например, красках) и полимерных композитах, в качестве носителей для катализаторов, осветлителей для пива, вина или сока.

10 Раскрытие изобретения

А. Составы

В настоящем изобретении предлагается состав, содержащий вещество, имеющее эмпирическую формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где М присутствует в качестве необходимости и упомянутый М представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово, платина, золото и висмут, где F присутствует в случае необходимости и указанный F представляет собой, по меньшей мере, одно из следующих соединений: функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, 15 аминоксодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла.

В настоящем изобретении предлагается также, чтобы молярное отношение x/z 25 составляло по меньшей мере одно из следующих значений: 0,56, 3,5, и 5,5.

Б. Продукт по способу его получения

В настоящем изобретении предлагается также продукт, получаемый путем фильтрования материала на водной основе из состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где М присутствует в качестве необходимости и 30 упомянутый М представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово, платина, золото и висмут, где F присутствует в случае необходимости и указанный F представляет собой, по меньшей мере, одно из следующих соединений: 35 функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, аминоксодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла, где состав включает от 3% до 15% по массе суспензии на водной основе.

В настоящем изобретении предлагается также продукт, получаемый путем сушки при температуре в диапазоне от 100°C до 350°C состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где М присутствует в качестве необходимости и упомянутый М представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, 45 железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово, платина, золото и висмут, где F присутствует в случае необходимости и указанный F представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или

металлоидов: функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, аминсодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла.

Для обоих продуктов предлагается также, чтобы молярное отношение x/z составляло по меньшей мере одно из следующих значений: 0,56, 3,5, и 5,5.

В. Способы получения

Предлагается способ получения кремнеземного продукта (состава), включающий в себя: (а) подготовку содержащего кремнезем предшественника в виде раствора, имеющего рН не более 7; (b) в случае необходимости легирование содержащего кремнезем предшественника одним или несколькими соединениями металла, причем легирование проводят, когда раствор имеет рН не более 7; (с) повышение рН в растворе до значения более 7; (d) добавление к раствору требуемого количества соли, чтобы проводимость раствора составляла не менее 4 мСм, причем указанное добавление к раствору производят до повышения рН, во время повышения рН или после повышения рН на стадии (1с); (е) в случае необходимости фильтрование и сушку содержащего кремнезем предшественника; и (f) в случае необходимости взаимодействие высушенного на стадии (е) продукта с функциональной группой, причем получаемый высушенный функционализированный продукт представляет собой, по меньшей мере, один из следующих продуктов: функционализированный легированный оксидом металла кремнеземный продукт и функционализированный легированный сульфидом металла кремнеземный продукт.

В настоящем изобретении предлагается также способ получения кремнеземного продукта (состава), включающий в себя: (а) подготовку содержащего кремнезем предшественника в виде раствора, имеющего рН более 7; (b) понижение рН раствора до значения не более 7; (с) в случае необходимости легирование содержащего кремнезем предшественника одним или несколькими соединениями металла, причем легирование проводят, когда раствор имеет рН не более 7; (d) повышение рН раствора до значения более 7; (е) добавление к раствору требуемого количества соли, чтобы проводимость раствора составляла не менее 4 мСм, причем указанное добавление к раствору производят до повышения рН, во время повышения рН или после повышения рН на стадии (2d); (f) в случае необходимости фильтрование и сушку содержащего кремнезем предшественника; и (g) в случае необходимости взаимодействие высушенного на стадии (f) продукта с функциональной группой, причем получаемый высушенный функционализированный продукт представляет собой, по меньшей мере, один из следующих продуктов: функционализированный легированный оксидом металла кремнеземный продукт и функционализированный легированный сульфидом металла кремнеземный продукт.

40 Осуществление изобретения

Любые патенты и опубликованные патентные заявки, упомянутые в этой заявке, включены в нее посредством ссылки.

Как указано выше, в настоящем изобретении предлагается состав, включающий в себя серосодержащее вещество, в частности вещество, имеющее эмпирическую формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где М присутствует в качестве необходимости и упомянутый М представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово,

платина, золото и висмут, где F присутствует в случае необходимости и указанный F представляет собой, по меньшей мере, одно из следующих соединений: функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, аминосодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла.

Это вещество может быть представлено в разных формах и может содержаться в разной пропорции к другим компонентам составов. Кроме того, вещества, охватываемые этим изобретением, могут содержаться во множестве разных продуктов. Например, следующие варианты осуществления этого вещества могут использоваться в том виде, как они есть, могут подвергаться химической и/или физической модификации, а также входить в состав других продуктов, например, потребительских или промышленных изделий.

В одном варианте осуществления настоящего изобретения вещество представляет собой водную суспензию, содержащую от 3% до 15% по массе этого вещества.

В другом варианте осуществления это вещество представляет собой влажный осадок, содержащий от 15% до 40% по массе этого вещества.

В другом варианте осуществления это вещество представляет собой порошок, содержащий от 40% до 99% по массе этого вещества.

В другом варианте осуществления это вещество содержит частицы, имеющие размер в диапазоне от 5 мкм до 200 мкм, и содержит агрегированные наночастицы, имеющие размер в диапазоне от 3 нм до 500 нм.

В другом варианте осуществления это вещество имеет удельную площадь поверхности в диапазоне от $30 \text{ м}^2/\text{г}$ до $800 \text{ м}^2/\text{г}$.

В другом варианте осуществления это вещество имеет удельный объем пор в диапазоне от $0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ до $2,0 \text{ см}^3/\text{г}$.

В другом варианте осуществления продукт получают путем фильтрования материала на водной основе из состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где M представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово, платина, золото и висмут, F присутствует в случае необходимости и представляет собой, по меньшей мере, одно из следующих соединений: функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, аминосодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла, а это соединение представляет собой водную суспензию, содержащую от 3% до 15% по массе этого вещества.

Еще в одном варианте осуществления продукт получают путем сушки при температуре от 100°C до 350°C состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a\text{F}$, где M представляет собой катион, по меньшей мере, одного из следующих металлов или металлоидов: бор, магний, алюминий, кальций, титан, ванадий, марганец, железо, кобальт, никель, медь, цинк, цирконий, молибден, палладий, серебро, кадмий, олово, платина, золото и висмут, F присутствует в случае необходимости и представляет собой, по меньшей мере, одно из следующих соединений:

функционализированный органосилан, серосодержащий органосилан, аминоксодержащий органосилан и алкилсодержащий органосилан с покрытием поверхности от 0,01% до 100%, и где молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства выбранного оксида металла.

Эти вещества возможно изготавливать разными способами, например так, как раскрыто в заявке на патент США №20070231247, которая включена в это описание посредством ссылки.

Как указано выше, содержащие кремнезем продукты, охватываемые этим изобретением, возможно изготавливать следующими способами.

По одной методологии исходным материалом является кислота.

В одном варианте осуществления способ получения кремнеземного продукта включает следующие стадии: (a) подготовку содержащего кремнезем предшественника в виде раствора, имеющего рН не более 7; (b) в случае необходимости легирование содержащего кремнезем предшественника одним или несколькими соединениями металла, причем легирование проводят, когда раствор имеет рН не более 7; (c) повышение рН раствора до значения более 7; (d) добавление к раствору требуемого количества соли, чтобы проводимость раствора составляла не менее 4 мСм, причем указанное добавление к раствору производят до повышения рН, во время повышения рН или после повышения рН на стадии (1c); (e) в случае необходимости фильтрование и сушку содержащего кремнезем предшественника; и (f) в случае необходимости взаимодействие высушенного на стадии (e) продукта с функциональной группой, причем получаемый функционализированный высушенный продукт представляет собой, по меньшей мере, один из следующих продуктов: функционализированный легированный оксидом металла кремнеземный продукт и функционализированный легированный сульфидом металла кремнеземный продукт.

В другом варианте осуществления функциональная группа на стадии (f) представляет собой органосилан.

В другом варианте осуществления содержащий кремнезем предшественник выбран из, по меньшей мере, одного из следующих соединений: кремниевая кислота, коллоидный кремнезем, тетраэтилортосиликат и высокодисперсный пирогенный кремнезем.

В другом варианте осуществления содержащий кремнезем предшественник имеет на стадии (1a) рН в диапазоне от 3 до 4.

В другом варианте осуществления в содержащем кремнезем предшественнике повышают рН до значения более 7 путем смешивания или обработки молекул этого содержащего кремнезем предшественника щелочным раствором при скорости сдвига от 6 м/с до 23 м/с, измеренной по окружной скорости (лопасти).

В другом варианте осуществления способ получения кремнеземного продукта также включает в себя повышение рН содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в смесительном устройстве. Пример подобного смесительного устройства описан в патенте США №7550060 «Способ и устройство для загрузки химических веществ в технологический поток». Этот патент включен в данное описание посредством ссылки. В одном варианте осуществления смесительное устройство содержит первую трубу, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных отверстий; вторую трубу, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных отверстий, причем первая труба прикреплена ко второй трубе и проходит в поперечном направлении к ней, смесительную камеру, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных

отверстий, причем вторая труба прикреплена к смесительной камере, выходные отверстия первой трубы и выходные отверстия второй трубы имеют сообщение со смесительной камерой; и переходной патрубком, который имеет сообщение с выходным отверстием смесительной камеры и прикреплен к смесительной камере. Далее смесительная камера может быть присоединена или иметь сообщение со сборником (например, трубой), в который поступает или по которому движется смешанный продукт. В другом варианте осуществления эта смесительная камера может быть присоединена или иметь сообщение со сборником, в который поступает или по которому движется смешанный продукт после изменения pH содержащего кремнезем предшественника.

Кроме того, возможно использовать смесительное устройство Ultra Turax, модель UTI-25 (поставляемое фирмой IKA® Works, Inc., Wilmington, NC).

Предположительно для осуществления предлагаемого способа возможно использовать любой подходящий реактор, смесительное устройство или смесительную камеру.

В одном варианте осуществления способ также включает в себя повышение pH содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в таких условиях, чтобы число Рейнольдса имело значение не менее 2000, для образования кремнеземного продукта.

В другом варианте осуществления способ также включает в себя повышение pH содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в переходных условиях течения, когда число Рейнольдса имеет значение в диапазоне от 2000 до 4000, для образования кремнеземного продукта.

В другом варианте осуществления способ также включает в себя повышение pH содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в условиях турбулентного течения, когда число Рейнольдса имеет значение не менее 4000, для образования кремнеземного продукта.

В другом варианте осуществления pH содержащего кремнезем предшественника повышают до значения в диапазоне от 7 до 11 с помощью химического вещества, выбранного из, по меньшей мере, одного из следующих веществ: гидроксид аммония, карбонат аммония, минеральные основания, включая гидроксид натрия и/или гидроксид калия, но не ограничиваясь ими, органические основания, включая гидроксид триметиламмония, но не ограничиваясь им, щелочные силикаты, сульфиды, включая сульфид натрия, но не ограничиваясь им, и полисульфиды, включая полисульфид кальция и/или полисульфид натрия, но не ограничиваясь ими.

В другом варианте осуществления полученную на стадии (d) суспензию подвергают фильтрованию и сушке таким образом, чтобы содержание твердого вещества в высушенном после фильтрования продукте увеличилось с приблизительно 5% по массе до приблизительно 99% по массе.

В другом варианте осуществления высушенный на стадии (e) продукт подвергают поверхностной обработке органосиланом путем проведения в контролируемых условиях гидролиза и конденсации силана на поверхности кремнезема с использованием, по меньшей мере, одного из следующих процессов: процесс в органическом растворителе, процесс в растворителе в сверхкритическом состоянии и процесс без использования растворителя.

По другой методологии исходным материалом является щелочь.

В одном варианте осуществления способ получения кремнеземного продукта включает в себя следующие стадии: (a) подготовку содержащего кремнезем предшественника в виде раствора, имеющего рН более 7; (b) понижение рН раствора до значения не более 7; (c) в случае необходимости легирование содержащего кремнезем предшественника одним или несколькими соединениями металла, причем легирование проводят, когда раствор имеет рН не более 7; (d) повышение рН раствора до значения более 7; (e) добавление к раствору требуемого количества соли, чтобы проводимость раствора составляла не менее 4 мСм, причем указанное добавление соли к раствору производят до повышения рН, во время повышения рН или после повышения рН на стадии (2d); (f) в случае необходимости фильтрование и сушку содержащего кремнезем предшественника; и (g) в случае необходимости взаимодействие высушенного на стадии (f) продукта с функциональной группой, причем получаемый высушенный функционализированный продукт представляет собой, по меньшей мере, один из следующих продуктов: функционализированный легированный оксидом металла кремнеземный продукт и функционализированный легированный сульфидом металла кремнеземный продукт.

В другом варианте осуществления функциональная группа на стадии (g) представляет собой органосилан.

В другом варианте осуществления содержащий кремний предшественник выбран из, по меньшей мере, одного из следующих веществ: кремниевая кислота, коллоидный кремнезем, щелочные силикаты, тетраэтилортосиликат и высокодисперсный пирогенный кремнезем.

В одном варианте осуществления рН содержащего кремний предшественника понижают с помощью, по меньшей мере, одного из следующих веществ: угольная кислота, органическая кислота, включая уксусную кислоту, но не ограничиваясь ей, минеральная кислота, включая серную кислоту и/или соляную кислоту, но не ограничиваясь ими, таким образом, чтобы рН понижался до значения в диапазоне от 2 до 7.

В другом варианте осуществления рН содержащего кремний предшественника понижают до значения в диапазоне от 3 до 4 уксусной кислотой.

В другом варианте осуществления рН содержащего кремнезем предшественника повышают до значения в диапазоне от 7 до 11 с помощью химического вещества, выбранного из, по меньшей мере, одного из следующих веществ: гидроксид аммония, карбонат аммония, минеральные основания, органические основания, щелочные соли, сульфиды, щелочные силикаты и полисульфиды.

В другом варианте осуществления образовавшуюся на стадии (e) суспензию подвергают фильтрованию и сушке таким образом, чтобы содержание твердого вещества в высушенном после фильтрования продукте в массовом отношении увеличилось с приблизительно 5% по массе до приблизительно 99% по массе.

В другом варианте осуществления высушенный на стадии (f) продукт подвергают поверхностной обработке органосиланом путем проведения в контролируемых условиях гидролиза и конденсации силана на поверхности кремнезема с использованием, по меньшей мере, одного из следующих процессов: процесс в органическом растворителе, процесс в растворителе в сверхкритическом состоянии и процесс без использования растворителя.

В другом варианте осуществления рН содержащего кремнезем предшественника повышают до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем

предшественника с щелочным раствором при скорости сдвига от 6 м/с до 23 м/с, измеренной по окружной скорости (лопасти).

В другом варианте осуществления способ получения кремнеземного продукта также включает в себя повышение рН содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в смесительном устройстве. Пример подобного смесительного устройства описан в патенте США №7550060 «Способ и устройство для загрузки химических веществ в технологический поток». Этот патент включен в данное описание посредством ссылки. В одном варианте осуществления смесительное устройство содержит первую трубу, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных отверстий; вторую трубу, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных отверстий, причем первая труба прикреплена ко второй трубе и проходит в поперечном направлении к ней, смесительную камеру, имеющую одно или несколько входных отверстий и выходных отверстий, причем вторая труба прикреплена к смесительной камере, выходные отверстия первой трубы и выходные отверстия второй трубы имеют сообщение со смесительной камерой; и переходной патрубком, который имеет сообщение с выходным отверстием смесительной камеры и прикреплен к смесительной камере. Далее смесительная камера может быть присоединена или иметь сообщение со сборником (например, трубой), в который поступает или по которому движется смешанный продукт. В другом варианте осуществления эта смесительная камера может быть присоединена или иметь сообщение со сборником, в который поступает или по которому движется смешанный продукт после изменения рН содержащего кремнезем предшественника.

Кроме того, возможно использовать смесительное устройство Ultra Turax, модель УТИ-25 (поставляемое фирмой IKA® Works, Inc., Wilmington, NC).

Предположительно для осуществления предлагаемого способа возможно использовать любой подходящий реактор, смесительное устройство или смесительную камеру.

В другом варианте осуществления способ также включает в себя повышение рН содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в переходных условиях течения, когда число Рейнольдса имеет значение в диапазоне от 2000 до 4000, для образования кремнеземного продукта.

Еще в одном варианте осуществления способ также включает в себя повышение рН содержащего кремнезем предшественника до значения более 7 путем смешивания содержащего кремнезем предшественника с щелочным раствором в условиях турбулентного течения, когда число Рейнольдса имеет значение не менее 4000, для образования кремнеземного продукта.

Еще в одном варианте осуществления используются органосиланы различных видов и могут быть представлены общей формулой $R_{(4-a)}-SiX_a$, где а имеет значение от 1 до 3. Органофункциональная группа R- может представлять собой алифатическую или алкеновую функциональную группу, такую как пропил-, бутил-, 3-хлорпропил-, amino-, -тиол, и их сочетания. X представляет собой гидролизующуюся алкокси-группу, обычно метокси- или этоксигруппу. В качестве примеров возможно привести 3-тиопропилсилан и меркаптопропилсилан.

При подготовке состава по данному изобретению добавляют соль, чтобы увеличить проводимость реакционного раствора до значения 4 мСм. Примеры пригодных солей включают в себя галогениды, сульфаты, фосфаты и нитраты щелочных и

щелочноземельных металлов, включая сульфит натрия, хлорид калия, хлорид натрия, нитрат натрия, сульфат кальция и фосфат калия, но не ограничиваясь ими. Специалисту в данной области понятно, что требуемое количество соли, добавляемое для обеспечения необходимой проводимости, будет отличаться в зависимости от выбора соли.

5 Примеры

Пример 1

В этом примере 2180 г кремниевой кислоты с концентрацией 7% по массе загрузили в сосуд, содержащий 450 г деионизированной воды и 150 г кремниевой кислоты, нагретых до температуры 90°C. Кремниевую кислоту подавали со скоростью 10 мл/мин в течение 10 3 ч с помощью перистальтического насоса в реакционную колбу емкостью 5 л.

Приготовили раствор, растворив 16,4 г раствора аммиака с концентрацией 25% по массе и 5,84 г карбоната аммония в 24,6 г деионизированной воды. Этот раствор быстро влили в реакционную колбу, после этого вязкость раствора существенно возросла. Смесь перемешивали в течение 30 мин, а затем добавляли остальную кремниевую кислоту 15 со скоростью 20 мл/мин. После загрузки всей кремниевой кислоты нагревание прекратили и раствор охладили.

Суспензию кремнезема подвергли фильтрованию и лиофильной сушке при температуре 300°C для получения сухого порошка. Определили удельную поверхность порошка методом сорбции азота на приборе Autosorb-1C производства Quantachrome. 20 Образец подвергли дегазации при температуре 300°C в течение 2 ч, а затем определили удельную поверхность многоточечным методом БЭТ (Брюнера-Эммета-Теллера, Brunauer-Emmett-Teller), суммарный объем пор и распределение размеров пор методом БДХ (Баррета-Джойнера-Халенды, Barrett-Joyner-Halenda). Найденные параметры имели следующие значения: удельная поверхность 354 м²/г, удельный объем пор 1,19 см³/г и 25 диаметр пор 13,5 нм.

Пример 2

В этом примере приготовили три раствора: (А) 100 г силиказоля Nalco N8691; (Б) 3 г кристаллической уксусной кислоты, растворенных в 50 г деионизированной воды; и 30 (В) 2,7 г карбоната аммония и 7,5 г аммиака с концентрацией 25% по массе, растворенных в 150 г деионизированной воды. Раствор (Б) добавляли к раствору (А), а затем к ним добавляли раствор (В) при высокой скорости сдвига. Смесь перемешивали в течение 1-2 мин перед фильтрованием. Силиказоль Nalco N8691 поставляется 35 компанией Nalco Company, 1601 West Diehl Road, Naperville, IL, 60563.

Пример 3

В этом примере приготовили три раствора: (А) 100 г силиказоля Nalco N8691; (Б) 3 г кристаллической уксусной кислоты и 11,8 г хлорида полиалюминия, растворенных в 50 г деионизированной воды; и (В) 15 г аммиака с концентрацией 25% по массе, 40 растворенных в 150 г деионизированной воды. Раствор (Б) добавляли к раствору (А), а затем к ним добавляли раствор (В) при высокой скорости сдвига. Смесь перемешивали в течение 1-2 мин перед фильтрованием.

Al-легированную суспензию кремнезема подвергли фильтрованию и мгновенной сушке при температуре 300°C для получения сухого порошка. Определили удельную поверхность порошка методом сорбции азота на приборе Autosorb-1C производства Quantachrome. Образец подвергли дегазации при температуре 300°C в течение 2 ч, а затем 45 определили удельную поверхность многоточечным методом БЭТ, суммарный объем пор и распределение размеров пор методом БДХ. Найденные параметры имели следующие значения: удельная поверхность 469 м²/г, удельный объем пор 0,82 см³/г и диаметр пор 7,0 нм.

Сочетания компонентов, описанных в патентной заявке

В одном варианте осуществления состав согласно пунктам формулы, характеризующим вещество, содержит различные сочетания сорбирующих компонентов и соответствующих параметров составов, таких как молярные отношения отдельных компонентов. В еще одном варианте осуществления предлагаемые составы включают в себя сочетания зависимых пунктов формулы. В еще одном варианте осуществления список возможных вариантов отдельного компонента или его эквивалент включает в себя отдельный компонент в пределах списка или отдельные компоненты в пределах списков, входящих в список возможных вариантов.

В другом варианте осуществления способ согласно пунктам формулы, характеризующим способ применения, содержит различные сочетания сорбирующих компонентов и соответствующих параметров составов, таких как молярные отношения отдельных компонентов. Еще в одном варианте осуществления предлагаемые способы использования включают в себя сочетания зависимых пунктов формулы. В еще одном варианте осуществления список возможных вариантов отдельного компонента или его эквивалент включает в себя отдельный компонент в пределах списка или отдельные компоненты в пределах списков, входящих в список возможных вариантов.

В другом варианте осуществления способ согласно пунктам формулы, характеризующим способ получения, содержит различные сочетания сорбирующих компонентов и соответствующих параметров составов, таких, как регулирование pH. В еще одном варианте осуществления предлагаемые способы получения включают в себя сочетания зависимых пунктов формулы. В еще одном варианте осуществления список возможных вариантов отдельного компонента или его эквивалент включает в себя отдельный компонент в пределах списка или отдельные компоненты в пределах списков, входящих в список возможных вариантов.

Формула изобретения

1. Состав, содержащий вещество, имеющее эмпирическую формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a$, где М представляет собой катион металла или металлоида, причем 0,01-100% удельной площади поверхности покрыто органосилоном, причем молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла.

2. Состав по п. 1, в котором указанное вещество представляет собой водную суспензию с содержанием указанного вещества от 3% по массе до 15% по массе.

3. Состав по п. 1, в котором указанное вещество представляет собой влажный осадок с содержанием указанного вещества от 15% по массе до 40% по массе.

4. Состав по п. 1, в котором указанное вещество представляет собой порошок с содержанием указанного вещества от 40% по массе до 99% по массе.

5. Состав по п. 4, в котором указанное вещество содержит частицы размером от 5 мкм до 200 мкм и содержит агрегированные наночастицы размером от 3 нм до 500 нм.

6. Состав по п. 4, в котором указанное вещество имеет удельную площадь поверхности в диапазоне от $30 \text{ м}^2/\text{г}$ до $800 \text{ м}^2/\text{г}$.

7. Состав по п. 4, в котором указанное вещество имеет удельный объем пор от $0,3 \text{ см}^3/\text{г}$ до $2,0 \text{ см}^3/\text{г}$.

8. Продукт, полученный путем фильтрования материала на водной основе из состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a$, где М представляет собой

катион металла или металлоида,

причем 0,01-100% удельной площади поверхности покрыто органосиланом,

причем молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного

5 оксида металла, где состав включает от 3% до 15% по массе суспензии на водной основе.

9. Продукт, полученный путем сушки при температуре в диапазоне от 100°C до 350°C состава, содержащего вещество, имеющее формулу $(\text{SiO}_2)_x(\text{OH})_y\text{M}_z\text{O}_a$, где М

представляет собой катион металла или металлоида,

причем 0,01-100% удельной площади поверхности покрыто органосиланом,

10 причем молярное отношение y/x составляет от 0,01 до 0,5, молярное отношение x/z составляет от 0,1 до 300, а молярное отношение a/z зависит от свойства определенного оксида металла.

10. Состав по п. 1, в котором молярное отношение x/z составляет по меньшей мере одно из следующих значений: 0,56, 3,5, и 5,5.

15

20

25

30

35

40

45