

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** ⁽¹¹⁾ **2 010 002** ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

[C01F 7/16 \(1990.01\)](#)[C30B 29/26 \(1990.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 12.01.2004)

(21)(22) Заявка: **5004454/26, 03.07.1991**(45) Опубликовано: **30.03.1994**

(71) Заявитель(и):

**Глазырина Л.Н.,
Десятник В.Н.,
Драгунова И.С.**

(72) Автор(ы):

**Глазырина Л.Н.,
Десятник В.Н.,
Драгунова И.С.**

(73) Патентообладатель(и):

**Уральский государственный технический
университет**

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАГНЕЗИАЛЬНОЙ ШПИНЕЛИ

(57) Реферат:

Использование: при изготовлении изделий, стойких в химически агрессивных средах, в области высоких температур, до 2100С. Сущность изобретения: для смежения берут растворы хлорида магния и основного хлорида алюминия состава $Al_2(OH)_{4,35}Cl_{1,65}$, концентрацией не менее 2,5 М и 1,25 М соответственно. Использование раствора основного хлорида алюминия, имеющего щелочную среду, обуславливает интенсификацию процессов гидролиза хлорида магния в смешанном растворе и исключает необходимость использования нейтрализующего агента. Гидролиз хлорида магния способствует ионной ассоциации гидроксоионов алюминия, которая является одной из стадий образования твердой фазы, что обеспечивает возможность кристаллизации шпинели при пониженных температурах. Прополку осадка ведут при 600 - 1100С. Обеспечивается, практически, 100% использование алюминия и магния, снижается количество не утилизируемых отходов, а также повышается чистота получаемого продукта. 1 табл.

Изобретение относится к технологии получения теплоизоляционных материалов и может быть использовано при изготовлении изделий, стойких в химически агрессивных средах, в том числе, в области высоких температур, до 2100°С.

Известен способ получения алюмомagneзиальной шпинели [1], заключающийся в спекании или сплавлении оксидов алюминия и магния по реакции:
 $Al_2O_3 + MgO = MgAl_2O_4$ Температура кристаллизации шпинельной фазы в пределах 1000°С и выше. Главным недостатком способа является изменение структуры теплоизоляционных изделий при высокотемпературной обработке, ведущее к

ухудшению эксплуатационных качеств. Другой недостаток - значительная энергоемкость процесса.

Известен способ получения мелкодисперсной шпинели [2], заключающийся в соосаждении при pH 9,5-10 из горячего водного раствора, содержащего ионы магния и алюминия в массовом соотношении, в основном 1/2, и прокалке порошка между 400-1400°C для полного превращения осадка в кристаллический порошок шпинели.

Целью изобретения является повышение степени использования исходных компонентов и снижение количества не утилизируемых отходов.

Поставленная цель достигается за счет того, что в известном способе, включающем смешение растворов хлоридов алюминия и магния, отделение и прокалку осадка, хлорид алюминия перед смешением переводят в основной хлорид формулы $Al_2(OH)_{4,35}Cl_{1,65}$, например, электрохимическим способом.

Сущность заявляемого способа заключается в использовании раствора основного хлорида алюминия, имеющего щелочную среду, что обуславливает интенсификацию процесса гидролиза хлорида магния в смешанном растворе и исключает необходимость использования дополнительного нейтрализующего агента. Гидролиз хлорида магния способствует ионной ассоциации гидроксоионов алюминия, которая является одной из стадий образования твердой фазы, что обеспечивает возможность кристаллизации шпинели при пониженных температурах.

Оптимальная концентрация исходных компонентов хлорида магния составляет не менее 2,5 М, основного хлорида алюминия - не менее 1,25 М. При использовании растворов с меньшей концентрацией получить чистую шпинель не удалось. Очевидно, снижение концентрации основного хлорида алюминия уменьшает вероятность образования центров кристаллизации вследствие затруднения ионной ассоциации в разбавленных растворах.

Испытания способа проведены в лабораторных условиях с использованием основного хлорида алюминия, полученного из шестиводного хлорида алюминия, дистиллированной воды и шестиводного хлорида магния. Выделение осадка путем обезвоживания алюмомагниевого смешанного раствора до порошкообразного состояния проведено при температуре 90 и 200°C в сушильном шкафу.

Высокотемпературная прокалка (400-1100°C) осуществлена в трубчатой печи.

Выполнение способа иллюстрируется результатами, приведенными в таблице.

Таким образом, для оптимальных концентраций растворов хлоридов в процессе термообработки достигается кристаллизация шпинельной фазы при температуре 600°C.

Преимуществом, в сравнении со способом - прототипом, является обеспечение, практически, 100% использования алюминия и магния и возможности организации безотходной технологии за счет отсутствия не утилизируемых продуктов (по прототипу отходом является смесь маточного раствора и промывных вод).

Экономическая эффективность обеспечивается также за счет снижения энергозатрат в сравнении с базовым вариантом, где шпинель синтезируется спеканием оксидов алюминия и магния при 1000-1850°C. (56) 1. Дегтярева Э. В. и др. Магнезиально-силикатные и шпинельные огнеупоры. М. : Металлургия, 1977 г.

2. Патент Великобритании N 1210900, кл. С 01 F 7/16, 1970.

Формула изобретения

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАГНЕЗИАЛЬНОЙ ШПИНЕЛИ $MgAl_2O_4$, включающий смешение растворов хлоридов магния и алюминия, отделение и прокалку осадка при 600 - 1100°C, отличающийся тем, что в качестве хлорида алюминия используют его основной хлорид состава $Al_2(OH)Cl$, а концентрации растворов хлорида магния и основного хлорида алюминия берут не менее 2,5 М и 1,25 М соответственно.

Влияние концентрации растворов хлоридов на процесс кристаллизации при термообработке

Концентрация, М	Состав кристаллической фазы при температуре прокали, °С					
	Основной хлорид алюминия	400	600	800	1000	1100
Хлорид магния						
2.5	0.50	MgO	MgO	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄
2.5	1.00	MgO	MgO	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	MgO Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄
2.5	1.25	J-Al ₂ O ₃	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄
2.0	1.25	MgO	MgO	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄	Mg-Al-O MgAl ₂ O ₄

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

Извещение опубликовано: 10.10.2000

БИ: 28/2000