



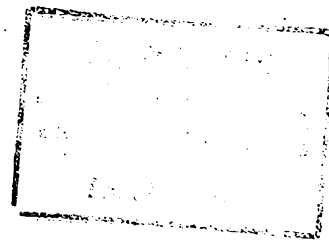
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1135714 A

4(51) C 01 F 7/54

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ И АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ



(21) 3434921/22-02
(22) 05.05.82
(46) 23.01.85. Бюл. № 3
(72) А.И. Спрыгин, Л.Б. Хорошавин
и В.А. Перепилицын
(71) Восточный научно-исследователь-
ский и проектный институт огнеупор-
ной промышленности
(53) 666.764(088.8)
(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 449021, кл. С 04 В 35/24, 1972.
2. Патент ФРГ № 2721574,
кл. С 01 F 7/16, 1978.

(54)(57) 1. СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МАГНЕ-
ЗИАЛЬНОЙ ШИХТЫ, включающий обработку
алюминатно-щелочных растворов маг-
нийсодержащей солью, фильтрацию полу-
ченного осадка, его промывание, суш-
ку и термообработку, о т л и ч а -
ю щ и й с я тем, что, с целью повы-
шения качества и выхода продукта,
упрощения технологии, в качестве маг-
нийсодержащей соли используют хлори-
ды магния.

2. Способ по п.1, о т л и ч а -
ю щ и й с я тем, что в качестве
хлоридов магния используют бишофит,
хлормagneвые шелока.

(19) SU (11) 1135714 A

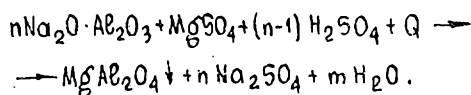
Изобретение относится к химическим способам получения огнеупорного сырья магнезиального состава.

Известен способ получения алумомагнезиальной шпинели путем термообработки при 1000°C шихты, содержащей 46-51 мол.% гидроксида алюминия, 34-40 мол.% углекислого магния и 9-20 мол.% хлористого магния [1].

Недостатком данного способа является выделение в процессе обжига газообразного хлористого водорода, что ухудшает условия труда и вызывает необходимость использования специального коррозионностойкого оборудования.

Кроме того, использование углекислого магния в виде природного магнетита, содержащего до 6-15% примесей, загрязняет конечный продукт оксидами железа, кремния и кальция.

Наиболее близким к изобретению по технической сущности и достигаемому результату является способ получения магнезиальной шпинели, включающий обработку алуминатно-щелочных растворов магнийсодержащей солью, фильтрацию полученного осадка, его промывание, сушку и термообработку. При этом в качестве магнийсодержащей соли используют сульфат магния, а обработку алуминатно-щелочных растворов сульфатом магния осуществляют при 80°C в присутствии серной кислоты, которая нейтрализует избыточную гидроокись натрия в растворе алумината натрия. Процесс протекает по реакции



Термообработку проводят при 1000°C [2].

Недостатками известного способа являются низкое качество и выход продукта и сложная технология. Низкий выход магнезиальной шихты, который составляет 60-65% от максимально возможного, обусловлен частичной нейтрализацией избыточной гидроокиси натрия, содержащейся в алуминате натрия, серной кислотой.

Процесс термодинамически возможен лишь при повышенной температуре (80°C), что ведет к дополнитель-

ным энергозатратам. Кроме того, ведение процесса в присутствии серной кислоты при повышенной температуре ухудшает условия труда и требует специального коррозионностойкого оборудования.

Недостатком известного способа также является связывание ценных химических продуктов Na_2O и H_2SO_4 в малоценный побочный продукт - сульфат натрия.

При повышенной температуре процесса (80°C) получаемые кристаллы гидрошпинельного соединения имеют размеры 1 - 10 мкм, что обуславливает большую поверхность на единицу массы продукта, сорбирование значительного количества реагируемых продуктов и плохую их отмывку. При этом отрицательное влияние оказывает и большое относительное количество балластной соли Na_2SO_4 к получаемому продукту.

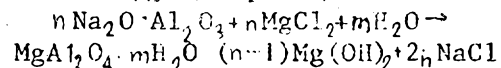
Использование загрязненного SO_3 и Fe_2O_3 продукта для изготовления футеровок печей по переработке и получению металлов высокой чистоты Fe, Al, Mg, Ti и др. недопустимо.

Целью изобретения является повышение качества и выхода продукта, упрощение технологии.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу получения магнезиальной шихты, включающему обработку алуминатно-щелочных растворов магнийсодержащей солью, фильтрацию полученного осадка, его промывку, сушку и термообработку, в качестве магнийсодержащей соли используют хлориды магния.

Причем в качестве хлоридов магния используют бшофит, хлормagneзые шелока.

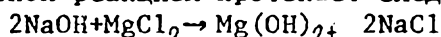
Использование в качестве магнийсодержащей соли хлоридов магния позволяет повысить выход магнезиальной шихты. Это обусловлено протеканием следующей реакции:



Как видно из приведенной реакции, в процессе соосаждения весь гидроксид натрия, включая избыточный, используется для получения магнезиальной шихты, при этом выход последнего составляет практически 100% от максимального возможного.

В качестве хлоридов магния может быть использован природный хлорид магния - бишофит $MgCl_2 \cdot 6H_2O$, который является чистым природным сырьем, хорошо растворимым в воде. Могут быть использованы также хлормagneиные щелока или карналлит.

В качестве алюминатно-щелочных растворов используют продукты выщелачивания алюмосодержащих материалов глиноземного производства. Это позволяет получать магнезиальную шихту широкого ассортимента, от шпинельной до периклазовой, так как наряду с основной реакцией протекает следующая:



Процесс сосаждения идет при обычной температуре, не требуя дополнительных энергос затрат. Кроме того, наряду с основным продуктом - магнезиальной шихтой, получается ценный побочный продукт - хлористый натрий.

Проведение процесса при обычной температуре и без использования серной кислоты существенно упрощает процесс и позволяет проводить его в обычном некоррозионностойком оборудовании.

Кроме того, предлагаемым способом можно получить более чистый продукт по содержанию SiO_2 и Fe_2O_3 . Объясняется это тем, что кристаллизация кристаллогидратов гидрошпинельных соединений по предлагаемому и известному способам протекает с резко отличными скоростями, что обусловлено термодинамическими условиями осуществления способов. При реализации предлагаемого способа крупнокристаллическая структура гидрошпинели, получаемая в нормальных условиях (без подогрева), способствует дополнительной очистке целевого продукта от коллоидальных примесей. Осуществление известного способа при повышенной температуре ($80^\circ C$) вызывает спонтанную тонкодисперсную кристаллизацию гидрошпинели, сопровождающуюся поглощением коллоидальных примесей, практически не удаляемых последующей промывкой.

Пример 1. В осветленный очищенный алюминатно-щелочной раствор с каустическим модулем 4,0 объемом 500 см^3 и концентрацией Na_2O 200 г/л и Al_2O_3 80 г/л вводят 325 г бишофита $MgCl_2 \cdot 6H_2O$. Полученный раствор перемешивают в течение 30 мин.

Затем полученную суспензию отстаивают в течение 2 ч, осадок отфильтровывают и трижды промывают водой. После этого осадок сушат и обжигают при $1600^\circ C$ (выдержка 2 ч).

Пример 2. В алюминатно-щелочной раствор, полученный путем растворения кристаллического алюмината натрия от выщелачивания нефелинов гидрохимическим способом, объемом 100 см^3 , имеющий каустический модуль 1,35 и содержащий Na_2O 200 г/л и Al_2O_3 243 г/л, вводят 650 г бишофита и перемешивают в течение 30 мин. Осадок отфильтровывают и подвергают тройной промывке водой, сушке и термообработке при $800^\circ C$ (выдержка 2 ч).

Пример 3. В осветленный очищенный алюминатно-щелочной раствор объемом 500 см^3 с каустическим модулем 2,5 и при содержании Na_2O 200 г/л и Al_2O_3 130 г/л вводят 325 г бишофита и перемешивают содержимое в течение 30 мин. После двухчасового отстоя осадок отфильтровывают, трижды промывают водой и затем обжигают при $1200^\circ C$ (выдержка 2 ч).

Пример 4. В алюминатно-щелочной раствор, приготовленный растворением в воде 164 г кристаллического алюмината натрия, вводят 500 г хлормagneиных щелоков с концентрацией $MgCl_2$ 190 г/л. Смесь перемешивают в течение 30 мин, подвергают двухчасовому отстоя, после чего осадок отфильтровывают, трижды промывают водой, сушат и обжигают при $1000^\circ C$ (выдержка 2 ч).

Пример 5. В промышленный алюминатно-щелочной раствор объемом 500 мм с каустическим модулем 2,0 и содержанием Na_2O 125 г/л и Al_2O_3 102 г/л вводят 205 г бишофита. Смесь перемешивают в течение 30 мин, отстаивают 2 ч, фильтруют осадок и трижды промывают водой с последующей фильтрацией. Осадок сушат и прокалывают при $1000^\circ C$ (2 ч).

Пример 6. В осветленный алюминатный раствор объемом 500 см^3 с каустическим модулем 4,0 и концентрацией Na_2O 200 г/л и Al_2O_3 80 г/л вводят 123 г 95%-ной серной кислоты и 48 г кизерита $MgSO_4 \cdot 1/2 H_2O$. Содержимое перемешивают в течение 5 мин, затем нагревают до $80^\circ C$ и содержимое вновь перемешивают 5 мин. Через

45 мин раствор охлаждают, осадок отфильтровывают и трижды промывают водой с фильтрацией. Затем осадок сушат при 1000°C (выдержка 2 ч).

Пример 7. В промышленный алюминатно-щелочной раствор объемом 500 мл с каустическим модулем 2,0 и содержанием Na_2O 125 г/л и Al_2O_3 102 г/л вводят 51 г 96%-ной серной кислоты и 60 г кизерита. Содержимое перемешивают 5 мин, затем нагревают до 80°C и вновь перемешивают 5 мин. Через 45 мин раствор охлаждают, осадок отфильтровывают и трижды промывают

водой с последующей фильтрацией. Затем осадок после сушки прокаливают при 1600°C (2 ч.)

5 Сопоставительные данные химического анализа продуктов магниальной шихты, полученной из алюминатно-щелочных растворов, приведены в таблице.

10 Таким образом, магниальная шихта, полученная предлагаемым способом, имеет значительно меньше примесей по сравнению с продуктом, полученным известным, при этом выход полученного продукта увеличивается.

Способ	Содержание основных целевых продуктов, %					Содержание примесей, %					Гранулометрический состав
	от мак-симально возможного выхода	MgO	Al ₂ O ₃	Σ MgO+ Al ₂ O ₃	Σ R ₂ O	SO ₃	Fe ₂ O ₃	Δ ^m npк	христаллогидратов после фильтрации, МКМ	готового продукта после обжига, мм	
Предлагаемый	1	Около 100	61,7	38,1	99,8	0,06	0,01	0,03	0,1	20-3000	>25
	2	"	37,1	62,40	99,5	0,10	0,01	0,04	0,3	20-3000	<0,1
	3	"	99,7	-	-	0,06	0,01	0,05	0,1	20-50	>25
	4	"	49,7	49,9	99,6	0,08	0,01	0,03	0,15	20-3000	<0,1
	5	"	49,8	49,7	99,5	0,10	0,01	0,04	0,2	20-3000	<0,3
	6	"	44,4	55,1	99,5	0,10	0,02	0,05	0,1	20-3000	<0,3
Известный	7	54,8	28,3	70,5	98,9	0,20	0,28	0,18	0,3	1-10	<0,3
	8	78,0	28,4	70,65	99,15	0,15	0,26	0,14	0,15	1-10	>25