



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2010118913/03, 11.05.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
11.05.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 11.05.2010

(45) Опубликовано: 10.11.2011 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: RU 2096382 C1, 20.11.1997. RU 2224728 C1,  
27.02.2004. SU 1073231 A, 15.02.1984. RU  
2347768 C1, 27.02.2009. DE 3911880 A1,  
18.10.1990.

Адрес для переписки:

660025, г.Красноярск, пр-кт Красноярский  
рабочий, 95, СФУ, 3-я площадка, отдел  
правовой охраны и защиты  
интеллектуальной собственности, Л.В.  
Пономаревой

(72) Автор(ы):

Власов Олег Анатольевич (RU),  
Мечев Валерий Валентинович (RU),  
Скородумов Виктор Владимирович (RU),  
Кулинская Екатерина Васильевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное  
образовательное учреждение высшего  
профессионального образования  
"Сибирский федеральный университет" (RU)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКА ЭЛЕКТРОТЕХНИЧЕСКОГО ПЕРИКЛАЗА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к огнеупорной промышленности, а именно к способам получения порошков электротехнического периклаза для электротехнической изоляции при производстве трубчатых электронагревателей (ТЭНов). Технический результат заключается в снижении содержания оксида железа в порошке периклаза при использовании низкосортного исходного

сырья и, таким образом, перевода периклаза в более высокую марку. Порошок электротехнического периклаза и углеродистую добавку, разделенные перегородкой, загружают в реакционный объем с газонепроницаемым сводом и проводят реакционный обжиг при 1200-1400°C, в процессе которого через углеродистую добавку продувают пары воды. 2 ил.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

*C04B 35/04* (2006.01)*C04B 35/64* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010118913/03, 11.05.2010**(24) Effective date for property rights:  
**11.05.2010**

Priority:

(22) Date of filing: **11.05.2010**(45) Date of publication: **10.11.2011 Bull. 31**

Mail address:

**660025, g.Krasnojarsk, pr-kt Krasnojarskij  
rabochij, 95, SFU, 3-ja ploshchadka, otdel  
pravovoj okhrany i zashchity intellektual'noj  
sobstvennosti, L.V. Ponomarevoj**

(72) Inventor(s):

**Vlasov Oleg Anatol'evich (RU),  
Mechev Valerij Valentinovich (RU),  
Skorodumov Viktor Vladimirovich (RU),  
Kulinskaja Ekaterina Vasil'evna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe gosudarstvennoe avtonomnoe  
obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego  
professional'nogo obrazovaniya "Sibirskij  
federal'nyj universitet" (RU)**

**(54) METHOD OF PREPARING ELECTRICAL PERICLASE POWDER**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to the refractory industry and specifically to methods of preparing electrical periclase powder for electrical insulation during production of tubular electric heaters. Electrical periclase powder and a carbonaceous additive divided by a partition are loaded into a reaction volume with a gas impermeable roof and

reaction firing is carried out at 1200-1400°C, during which water vapour is blown through the carbonaceous additive.

EFFECT: low content of iron oxide in the periclase powder when using low-speed starting material, thus changing the periclase to a higher grade.

3 ex, 2 dwg

RU 2 433 103 C1

RU 2 433 103 C1

Изобретение относится к огнеупорной промышленности, а именно к способам получения порошков электротехнического периклаза, используемого, в основном, для электротехнической изоляции при производстве трубчатых электронагревателей (ТЭНов).

Известен способ получения электротехнического периклаза (патент РФ №2224728, С04В 35/04, С04В 35/657, 27.02.2004 г.), включающий загрузку сырья в реакционный объем, его нагрев в присутствии углеродистой добавки с последующим охлаждением.

Недостатком данного способа является то, что примеси, находящиеся в углеродистой добавке, непосредственно переходят в периклаз и загрязняют его, кроме того, получаемый периклаз может быть загрязнен углеродом, который в свою очередь ухудшит электротехнические свойства получаемого периклаза при высоких температурах, несмотря на то, что в качестве исходного сырья используется более чистый по примесям брусит, а не магнезит.

Известен способ обжига керамических изделий, RU 2096382, С04В 33/32, 20.11.1997, где обжиг керамических изделий ведут в присутствии твердого углеродистого восстановителя, включающий укладку изделий и восстановителя в реакционном объеме с газонепроницаемым сводом, а нагрев осуществляют в атмосфере водорода.

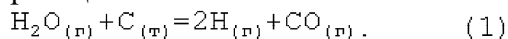
Недостатком данного способа является зависимость выделяемого количества воды от наличия легковосстанавливаемых оксидов по реакции:

$\text{MeO} + \text{H}_2 = \text{Me} + \text{H}_2\text{O}$ . Периклаз при  $1300^\circ\text{C}$  водородом не восстанавливается и как следствие для его осуществления требуется длительное время - около 70 часов. Кроме того, глубокого извлечения железа при этом способе достичь невозможно.

Задачей данного способа является получение периклаза с низким содержанием оксида железа при использовании низкосортного исходного сырья и перевода его, за счет снижения оксида железа, в более высокую марку.

Решение поставленной задачи достигается тем, что в способе получения порошка электротехнического периклаза в присутствии твердого углеродистого восстановителя, включающем укладку периклаза и восстановителя в реакционный объем с газонепроницаемым сводом, нагрев и изотермическую выдержку, через углеродистый восстановитель продувают пары воды, а процесс ведут при  $1200-1400^\circ\text{C}$ , в течение 60 мин.

При получении порошка электротехнического периклаза по предлагаемому способу используется порошок периклаза низких сортов, углеродистая добавка (каменноугольный кокс) и пары воды, которые, в свою очередь, взаимодействуют с углеродистой добавкой с образованием газообразных водорода и оксида углерода по реакции:



Последние восстанавливают оксиды железа, содержащиеся в порошке периклаза, до железа, которое, взаимодействуя с водородом, образует летучее соединение  $\text{FeH}$ , уносящееся с отходящими газами.

Термодинамический расчет, сделанный по программе Астра-4, взаимодействия водорода с периклазом, близким по составу с электротехническим порошком периклаза ППЭ-3МО, показал образование  $\text{FeH}$  при температуре  $700^\circ\text{C}$ , а максимальный выход с  $1200^\circ\text{C}$  (фиг.1). Верхний предел температуры  $1400^\circ\text{C}$  выбран с учетом стойкости футеровки, в которой осуществляют реакционный обжиг, а также для того, чтобы исключить возможное взаимодействие футеровки с периклазом.

Для получения порошка электротехнического периклаза по заявляемому способу использовалось колпаковое устройство (керамический тигель, опрокинутый вверх

дном для предотвращения выхода газов), в верхнюю часть которого загружали порошок периклаза, а в нижнюю - углеродистую добавку - каменноугольный кокс. Периклаз и каменноугольный кокс разделены картонной перегородкой для предотвращения перемешивания при установке тигля в печь. В дне тигля просверлено отверстие, в которое вставлена алундовая трубка, для подачи паров воды, опущенная до середины высоты занимаемой углеродистой добавкой. Место сочленения алундовой трубки и тигля уплотнено газонепроницаемой обмазкой для предотвращения выхода газов.

В качестве исходных продуктов использовали порошок периклаза, полученного из магнезитового сырья методом электропечного переплава класса ППЭ-ЗМО Раздолинского периклазового завода состава мас. %:  $\text{MgO}$  - 96,09;  $\text{SiO}_2$  - 1,62;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 0,95;  $\text{CaO}$  - 1,12;  $\text{FeO}$  - 0,22 с последующим дроблением, измельчением и грохочением фракции не более - 0,5 мм, и углеродистую добавку - каменноугольный кокс с содержанием углерода ~ 92%. Отношение массы воды к массе углеродистой добавки по содержанию в ней углерода выбирают равным 1:5.

Опыты проводили на установке, показанной на фиг.2.

На фиг.2: 1 - силитовая печь, 2 - реакционный стакан, 3 - периклаз, 4 - обожженный нефтекокс, 5 - алундовая трубка, 6 - магистраль подачи паров воды, 7 - колба с водой, 8 - печь сопротивления; 9 - ПП термопара; 10 - автоматический регулятор температуры ВРТ-1.

Способ реализуется следующим образом. В реакционный стакан, представляющий собой перевернутый вверх дном алундовый тигель 2, помещается слой периклаза 3 и слой обожженного нефтекокса, разделенные между собой картонной перегородкой для предотвращения перемешивания периклаза и нефтекокса. Алундовый стакан 2 помещался в силитовую печь 1, работающую в области температур 20-1300°C. В верхнюю часть стакана вставлена алундовая трубка 5 для подачи паров воды. Место крепления трубки 5 к стакану 2 заделывалось огнеупорной обмазкой на основе жидкого стекла и кремнезема для предотвращения выхода водорода. Через алундовую трубку, соединенную с мерной колбой 7 с помощью силиконовой магистрали 6, продували пары воды, а количество испаренной воды определяли по мерной колбе. Пары воды образовывались в результате нагревания воды в колбе 7 печью сопротивления 8. Температура в печи измерялась с помощью термопары 9 и стабилизировалась автоматическим регулятором температуры 10. Водород образовывался в результате взаимодействия паров воды с углеродом нефтекокса по реакции 1 с 740°C.

Пары воды подавались в реакционный стакан по достижении температуры опыта, значительно превосходящей температуру начала взаимодействия паров воды с углеродом. Масса подаваемого пара измерялась по количеству испаренной воды в мерной колбе 7, отношение массы воды к массе углеродистой добавки (по реакции (1)) по содержанию в ней углерода выбирают равным 1,5, которое поддерживалось во всех опытах одинаковым.

Осуществление заявляемого способа в промышленных условиях можно проводить в колпаковой печи, например, марки СГЗ-3.4/7.

#### Пример 1

Порошок периклаза подвергался обжигу в колпаковом устройстве совместно с углеродистой добавкой. При температуре 1100°C через кокс продували пары воды в течение 60 мин. Полученные газы продувались через слой порошка периклаза. После обжига периклаз анализировался на содержание оксида железа, которое

составляло 0,18 мас. %.

#### Пример 2

Порошок периклаза подвергался обжигу в колпаковом устройстве совместно с углеродистой добавкой. При температуре 1200°C через кокс продували пары воды в течение 60 мин. Причем полученные газы продувались через слой порошка периклаза. После обжига периклаз анализировался на содержание оксида железа, которое составляло 0,12 мас. %.

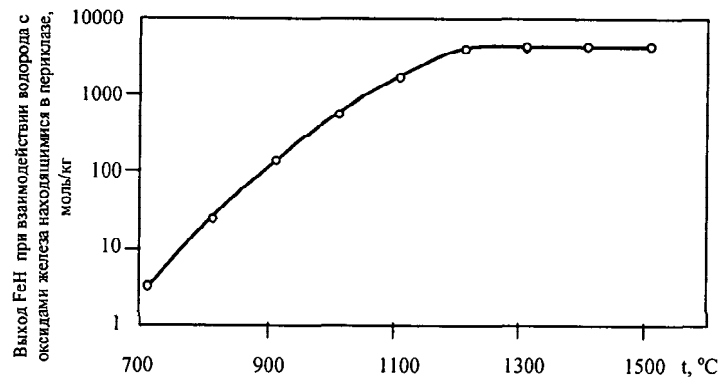
#### Пример 3

Порошок периклаза подвергался обжигу в колпаковом устройстве совместно с углеродистой добавкой. При температуре 1300°C через кокс продували пары воды в течение 60 мин. Причем полученные газы проходили через слой порошка периклаза. После обжига периклаз анализировался на содержание оксида железа, которое составляло 0,12 мас. %.

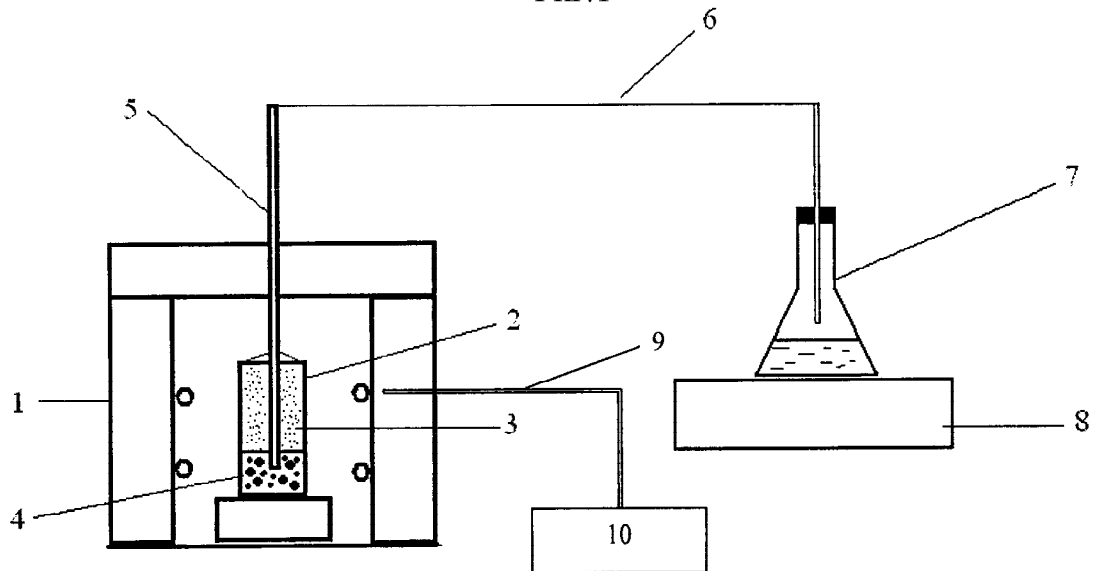
Таким образом, заявляемый способ позволяет повысить качество периклаза за счет снижения в нем оксида железа, а осуществить его можно в существующих колпаковых печах.

#### Формула изобретения

Способ получения порошка электротехнического периклаза в присутствии твердого углеродистого восстановителя, включающий укладку периклаза и восстановителя в реакционный объем с газонепроницаемым сводом, нагрев и изотермическую выдержку, отличающийся тем, что через углеродистый восстановитель продувают пары воды, а процесс ведут при 1200-1400°C в течение 60 мин.



Фиг.1



Фиг.2