



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 С1, 20.11.1997. RU 2224728 С1,
27.02.2004. SU 1073231 A, 15.02.1984. RU
2347768 С1, 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.

R U 2 4 3 3 1 0 3 C 1

R U 2 4 3 3 1 0 3 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(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

R U 2 4 3 3 1 0 3 C 1

R U 2 4 3 3 1 0 3 C 1

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 бруцит, 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.

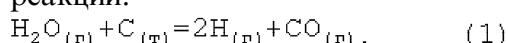
Недостатком данного способа является зависимость выделяемого количества воды от наличия легковосстановляемых оксидов по реакции:

$\text{MeO} + \text{H}_2 = \text{Me} + \text{H}_2\text{O}$. Периклаз при 1300°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 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 FeH при температуре 700°C , а максимальный выход с 1200°C (фиг.1). Верхний предел температуры 1400°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 алюндовая трубка, для подачи паров воды, опущенная до середины высоты занимаемой углеродистой добавкой. Место сочленения алюндовой 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.%: MgO - 96,09; SiO_2 - 1,62; Al_2O_3 - 0,95; CaO - 1,12; 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 - алюндовая 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 алюндовый тигель 2, помещается слой периклаза 3 и слой обожженного нефтекокса, разделенные между собой картонной перегородкой для предотвращения перемешивания периклаза и нефтекокса. Алюндовый стакан 2 помещался в силитовую печь 1, работающую в области температур 20-1300°C. В верхнюю часть стакана вставлена алюндовая 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 алюндовую 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

5 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

10 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.%.

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

20 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.

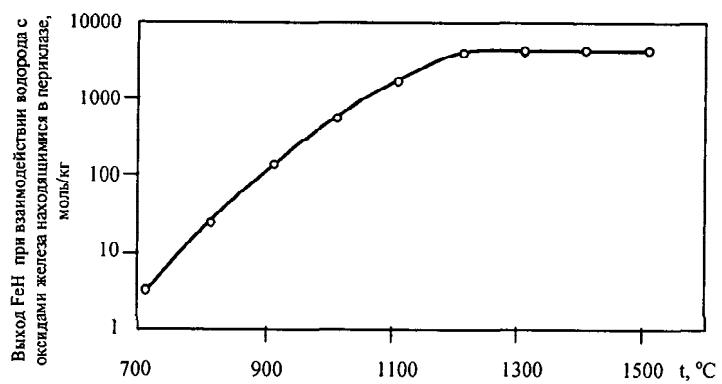
30

35

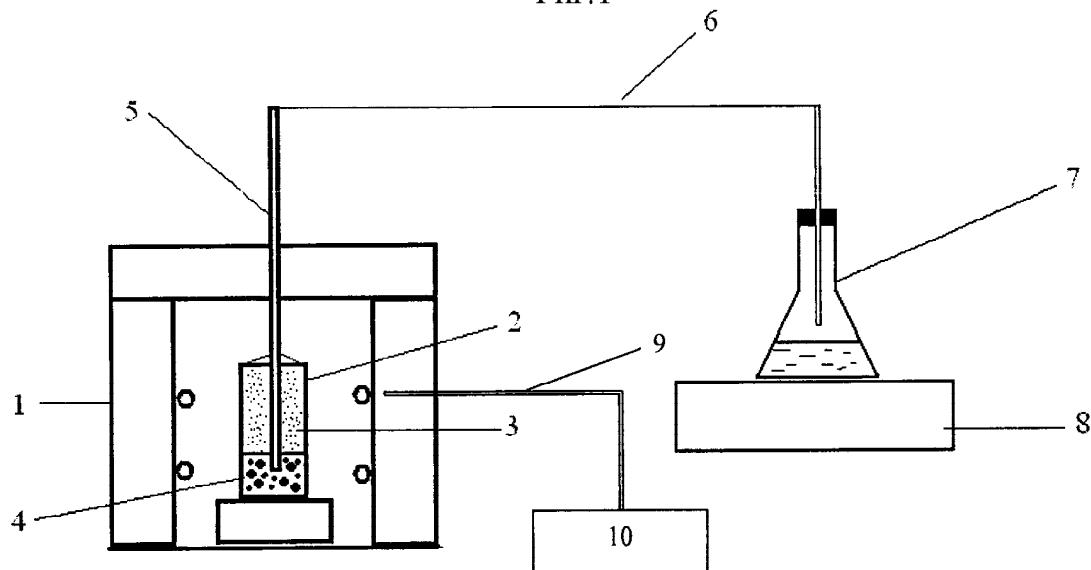
40

45

50



Фиг.1



Фиг.2