



Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 80 b, 8/01

Zgłoszono: 28.IV.1965 (P 108 585)

Pierwszeństwo:

MKP C 04 b

35/04

Opublikowano: 31.III.1969

UKD

Właściciel patentu: Nordac Limited, Uxbridge (Wielka Brytania)

Sposób wytwarzania zwartych elementów z kalcynowanej magnezji

1

Wynalazek dotyczy sposobu wytwarzania zwartych, o małej porowatości elementów (zwanych dalej dla skrócenia — wypraskami), z kalcynowanej magnezji, które mogą służyć jako produkt pośredni przy otrzymywaniu całkowicie wypalanej magnezji o małej porowatości, przeznaczonej głównie jako surowiec do wytwarzania materiałów ognio- i/lub chemicznie odpornych.

Według znanego sposobu wodorotlenek magnezu poddaje się kalcynacji w temperaturze 600—1100°C i tak otrzymaną pół wypaloną magnezję tabletkuje się pod ciśnieniem 100 kG/cm² lub wyższym, po czym tabletki spieka się w temperaturze wyższej niż 1600°C.

Niedogodnością jednak tego sposobu jest nadmierne tworzenie się pyłu podczas procesu kalcynacji, jak również duże zużycie urządzenia do tabletkowania, wskutek ściernych właściwości pół wypalanej magnezji, przy czym łamliwość tabletek magnezji pociąga za sobą konieczność ostrożnego obchodzenia się z nimi i zastosowania odpowiednich urządzeń w czasie dalszego procesu spiekania.

Ponadto sposobem tym nie można otrzymywać kształtek z całkowicie wypalanej magnezji o małej porowatości. Przeciwnie, całkowicie wypalona magnezja musi z zasady być łamana na kruszywo, które służy jako surowiec do wyrobu materiałów ognio- i/lub chemicznie odpornych.

Innymi znanymi sposobami otrzymuje się bez-

2

pośrednio całkowicie wypaloną magnezję, pomijając etap wypalania częściowego wodorotlenku.

Celem niniejszego wynalazku jest opracowanie sposobu otrzymywania wyprasek pół wypalanej magnezji z wodorotlenku magnezu w jednym ciągłym procesie w odróżnieniu od dwuetapowości znanego sposobu (kalcynacja i tabletkowanie.) Wypraski pół wypalanej magnezji wytwarzane sposobem według wynalazku mogą być wykonane w postaci kształtek, takich jak na przykład tygle, cegły, wykładzinowe itp.

Surowcem wyjściowym przy wytwarzaniu kalcynowanej magnezji sposobem według wynalazku jest wodorotlenek magnezu dowolnego pochodzenia, na przykład wodorotlenek magnezu wytrącony z roztworów soli magnezowych wodorotlenkiem alkalicznym lub amoniakiem, albo wytrącony z solanek karnalitowych kalcynowanym dolomitom, lub wodorotlenek magnezu utworzony przez uwodnienie „aktywnego” to znaczy przylączającego wodę tlenku magnezu, na przykład produktu rozkładu termicznego soli magnezowych, takich jak chlorek lub siarczan.

Sposób według wynalazku polega na poddaniu wodorotlenkiem magnezu w temperaturze kalcynacji do pół wypalanej magnezji pod działaniem nacisku w celu sprasowania na odpowiednie kształtki.

Prasowanie prowadzi się podwyższając stopniowo temperaturę do temperatury rzędu 1100°C.

Sam proces prasowania może odbywać się wieloma sposobami, jednak najkorzystniejszy jest sposób w którym masę umieszcza się pod zasadniczo stałym naciskiem w matrycy i poddaje ogrzewaniu, podczas którego jest ściskana przy zachowaniu stałego nacisku jednostkowego.

Najkorzystniejszy nacisk jednostkowy prasowania zawarty jest w granicach od 1 do 100 kG/cm². Są to najkorzystniejsze warunki prasowania, niemniej jednak nie ograniczają zakresu nacisku jednostkowego poza którym można przeprowadzić proces według wynalazku.

Dla ułatwienia kształtowania masy w czasie wypalania pod naciskiem, do wodorotlenku magnezu można dodawać substancje plastyfikującej, która topi się w temperaturze wypalania i ułatwia rozkładając się, lub nie. Jako substancje plastyfikujące stosuje się na przykład sole metali alkalicznych takich jak chlorek sodu oraz łatwo rozkładające się sole magnezu takie jak chlorek lub siarczan.

Sposobem według wynalazku otrzymuje się wypraski z pół wypalanej magnezji o różnym kształcie. Wypraski poddaje się kolejnemu procesowi wypalania, w którym pół wypaloną magnezję przeprowadza się w całkowicie wypaloną magnezję o małej porowatości zachowując nadal pierwotne kształty wyprasek. Proces ten przebiega bez pękania wyprasek, rozpadania się ich na pył i wichrowaniu kształtów.

Aby zapobiec nadmiernemu kurczeniu się wyprasek w trakcie kolejnych operacji wypalania, do wodorotlenku magnezu, służącego jako materiał wyjściowy, należy dodać w ilości nie więcej niż 40% ciężaru mieszaniny aktywnej lub całkowicie wypalanej magnezji.

Można również sposobem według wynalazku otrzymywać elementy o prostym kształcie na przykład tabletki, które można następnie łamać na kruszywo klinkierowe do dalszego przerobu. Wodorotlenek przed poddaniem go obróbce termicznej pod wysokim naciskiem, należy poddać procesowi suszenia. Temperatura suszenia nie może jednak przekraczać wartości, przy której zachodzi rozkład wodorotlenku magnezu.

Proces suszenia można również prowadzić w trakcie kalcynacji pod naciskiem sposobem według wynalazku, stopniowo podnosząc temperaturę. Zwarte elementy z kalcynowanej, pół wypalanej magnezji otrzymane wyżej opisanym sposobem mają gęstość 1,8 do 2,4 co odpowiada 50 do 30% porowatości masy.

Przykład I. Urządzenie do prasowania składa się z cylindra z gliny ognio- i/lub chemicznie odpornej, o średnicy wewnętrznej 13,8 mm, z tłoka nurnikowego z gliny ognio- i/lub chemicznie odpornej. Stosowano stały nacisk tłoka 46 kG/cm². Cylinder ustawiono pionowo i napełniono prawie całkowicie suchym proszkiem wodorotlenku magnezu o wielkości cząstek poniżej 200 oczek na cal, następnie z góry umieszczono tłok nurnikowy i całe urządzenie wstawiono do pionowej rury pieca elektrycznego.

Temperaturę wypalania podnoszono z szybkością $10 \pm 2^\circ\text{C}$ na minutę, aż do 1000°C, którą to

temperaturę utrzymywano przez dwie godziny. Stopniowy wzrost gęstości masy w przebiegu procesu wypalania określony jest głębokością zanurzenia tłoka nurnikowego w cylindrze i jest przedstawiony w cyfrach poniżej. W tablicy I, gdzie względna gęstość wyrażona jest jako procent „teoretycznej” gęstości krystalicznego peryklazu, która wynosi 3,58.

Tablica I

Temperatura wypalania	Gęstość względna
500°C	18
600°C	19
700°C	19,5
800°C	21
900°C	25
0 minuta w 1000°C	47
30 minuta w 1000°C	57
60 minuta w 1000°C	62
120 minuta w 1000°C	67

Cylindryczne wypraski z pół wypalanej magnezji otrzymane tym sposobem mają jednolitą strukturę i dużą wytrzymałość mechaniczną jak wytrzymałość na ściskanie, odporność na tarcie i udarność.

Przykład II. Przeprowadzono proces tak samo jak w przykładzie I, przy stałym nacisku jednostkowym prasowania wynoszącym 1,8 kG/cm². Wyniki przedstawiono poniżej na tablicy II w sposób analogiczny jak na tablicy I.

Tablica II

Temperatura wypalania	Gęstość względna
500°C	12
600°C	12,5
700°C	13
800°C	13,5
900°C	21
0 minuta w 1000°C	49
30 minuta w 1000°C	59
60 minuta w 1000°C	61
120 minuta w 1000°C	62

Porównanie tablic I i II wykazuje, że wyższy nacisk prasowania daje wyższą gęstość w niższej temperaturze wypalania, lecz że w końcowej temperaturze nie ma praktycznie różnic w gęstości. Sprasowane cylindry z pół wypalanej magnezji otrzymane zgodnie z przykładem II są zasadniczo nie do odróżnienia od otrzymanych zgodnie z przykładem I, jeżeli chodzi o ich strukturę i odporność mechaniczną.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania zwartych elementów z kalcynowanej magnezji, o małej porowatości, **znamienny tym**, że wodorotlenek magnezu formuje się pod wysokim naciskiem w temperaturze, w której zachodzi kalcynacja wodorotlenku do tlenku magnezu bez spieczenia tlenku.

5

2. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że temperaturę kalcynowania wodorotlenku podnosi się stopniowo do temperatury rzędu 1100°C.
3. Sposób według zastrz. 1 **znamienny tym**, że ogrzewaną masę przetrzymuje się pod zasadniczo stałym naciskiem w matrycy.
4. Sposób według zastrz. 1—4 **znamienny tym**, że stosuje się nacisk jednostkowy w granicach od 1 do 100 kG/cm².

6

5. Sposób według zastrz. 1—5 **znamienny tym**, że wodorotlenek magnezu miesza się z aktywną lub całkowicie wypaloną magnezją, w ilości nie przekraczającej 40% wagowych mieszaniny.
- 5 6. Sposób według zastrz. 1—6 **znamienny tym**, że wodorotlenek magnezu miesza się z substancją plastyfikującą która topi się w temperaturze wypalania i ułatwia rozkładając się lub nie.

10