



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 123551

(13) C2

(51) МПК

C01F 5/02 (2006.01)

НАЦІОНАЛЬНИЙ ОРГАН
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
ДЕРЖАВНЕ ПІДПРИЄМСТВО
"УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ"

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки: а 2018 11338	(72) Винахідник(и): Костів Іван Юрійович (UA), Костів Юрій Іванович (UA), Держко Ольга Іванівна (UA)
(22) Дата подання заявки: 19.11.2018	
(24) Дата, з якої є чинними права інтелектуальної власності: 22.04.2021	
(41) Публікація відомостей про заявку: 25.05.2020, Бюл.№ 10	(73) Володілець (володільці): Костів Іван Юрійович, пр. Винниченка, 10, кв. 45, м. Калуш, Івано-Франківська обл., 77300 (UA), Костів Юрій Іванович, вул. Кондратюка, 18, кв. 3, м. Рожище, Волинська обл., 45100 (UA), Держко Ольга Іванівна, пр. Винниченка, 12, кв. 9, м. Калуш, Івано-Франківська обл., 77300 (UA)
(46) Публікація відомостей про державну реєстрацію: 21.04.2021, Бюл.№ 16	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою: UA 6046 U, 15.04.2005 RU 2198842 C2, 20.02.2003 US 4370422 A, 25.01.1983 CN 103803590 A, 21.05.2014 CN 108585000 A, 28.09.2018 SU 574391 A1, 30.09.1977 SU 1699920 A1, 23.12.1991

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ МАГНІЮ ОКСИДУ**(57)** Реферат:

Винахід належить до хімічної галузі промисловості, зокрема до технології одержання магнію оксиду, і може знайти застосування у виробництві магnezіальних вогнетривів, магnezіальних наповнювачів пластмас, легких форм магnezій, магnezіальних в'язучих. Заявлено спосіб, який включає осадження магнію гідроксиду із розчину магнію хлориду із концентрацією 24-32 мас. % $MgCl_2$ доданням розчину натрію гідроксиду із концентрацією 15-30 мас. % із швидкістю 0,01-0,10 м³/м³с, фільтрування осаду, його очищення від солей, сушіння і прожарювання, причому непромитий осад після фільтрування прожарюють, а очищення продукту від домішок солей здійснюють після прожарювання осаду.

UA 123551 C2

Винахід належить до хімічної галузі промисловості, зокрема до технології магнезійного оксиду, і може знайти застосування у виробництві магнезійних наповнювачів пластмас, вогнетривів, легких форм магнезій, магнезійних в'язучих.

Відомий спосіб одержання магнезійного оксиду із розчинів магнезійних солей, який включає осадження магнезійного гідроксиду натрію гідроксидом, відділення розчинних солей від осаду, його сушіння і прожарювання (див., напр., А.С. СРСР № 1699920, кл. C01F 5/14. Опубл. Б. В. 1991, № 47), який за сукупністю ознак є близьким до заявленого способу. Спільними ознаками аналога і способу, який заявляється, є осадження магнезійного гідроксиду, фільтрування осаду, його промивання сушіння і прожарювання.

Недоліком цього способу є те, що він потребує використання кристалічного натрію гідроксиду, промивання дрібнодисперсного осаду, не дозволяє досягнути високої швидкості розділення суспензії, не забезпечує високої чистоти продукту.

Найбільш близьким за технічною суттю до способу, який заявляється, є спосіб одержання магнезійного оксиду, який включає осадження магнезійного гідроксиду із розчину магнезійного хлориду розчином натрію гідроксиду, відділення осаду, його промивання, наступне сушіння і прожарювання (Див. А.С. СРСР № 574391, кл. C01F 5/22. Опубл. Б.В. 1977, № 36).

Ознаками цього способу, які збігаються з суттєвими ознаками способу, що заявляється, є також осадження магнезійного гідроксиду із розчину магнезійного хлориду розчином натрію гідроксиду, відділення осаду, його промивання, сушіння і прожарювання.

Недоліком цього способу є те, що для осадження магнезійного гідроксиду беруть розбавлені розчини солей магнезій і осадження здійснюють розбавленим розчином лугу, в результаті чого утворюється суспензія з низькою швидкістю освітлення, а також велика кількість рідкої фази, цей спосіб є енергоємний, складний у апаратному оформленні, потребує сушіння продукту з високою вологістю.

В основу винаходу поставлено задачу удосконалення технології магнезійного оксиду шляхом встановлення заданого рівня концентрацій магнезійного хлориду в вихідному розчині і натрію гідроксиду в розчині лугу, режиму осадження магнезійного гідроксиду, забезпечення зниження кількості рідких фаз, питомих енергетичних затрат на виробництво магнезійного оксиду, підвищення швидкості розділення суспензії, що призведе також до спрощення процесу і зменшення габаритів обладнання.

Суттєвими ознаками винаходу, що забезпечують досягнення технічної задачі, є технологія, яка включає осадження магнезійного гідроксиду додаванням розчину натрію гідроксиду, фільтрування осаду, його сушіння і прожарювання, розчин магнезійного хлориду беруть із концентрацією 24-32 мас. % MgCl_2 , як розчин натрію гідроксиду беруть луг із концентрацією 15-30 мас. % NaOH , додавання розчину натрію гідроксиду у розчин магнезійного хлориду здійснюють із швидкістю 0,1-1,0 $\text{м}^3/\text{м}^3$ с, а очищення продукту від домішок солей здійснюють після його прожарювання.

Ознаками цього способу, що співпадають із суттєвими ознаками відомого способу, є осадження магнезійного гідроксиду додаванням розчину натрію гідроксиду, фільтрування осаду, його промивання, сушіння і прожарювання.

Відмінними ознаками винаходу, що заявляється, від прототипу є те, що розчин магнезійного хлориду беруть із концентрацією 24-32 мас. % MgCl_2 , в якості розчину натрію гідроксиду беруть луг із концентрацією 15-30 мас. % NaOH , очищення продукту від домішок солей здійснюють після прожарювання осаду, а додавання розчину натрію гідроксиду у розчин магнезійного хлориду здійснюють із швидкістю 0,01-0,10 $\text{м}^3/\text{м}^3$ с.

Ознаками, достатніми у всіх випадках, на які поширюється обсяг правової охорони, є технологія, яка включає осадження магнезійного гідроксиду додаванням розчину натрію гідроксиду, фільтрування осаду, його очищення від солей, сушіння і прожарювання, і відрізняється тим, що розчин магнезійного хлориду беруть із концентрацією 24-32 мас. % MgCl_2 , осадження магнезійного гідроксиду здійснюють додаванням розчину натрію гідроксиду із концентрацією 15-30 мас. % NaOH , а очищення продукту від домішок солей здійснюють після прожарювання осаду.

Ознаками, що характеризують винахід у конкретних формах виконання, є ті, що додавання розчину натрію гідроксиду у розчин магнезійного хлориду здійснюють із швидкістю 0,01-0,10 $\text{м}^3/\text{м}^3$ с.

Нові технічні властивості винаходу досягаються за рахунок вибору оптимальних величин концентрацій реагуючих речовин, умов змішування реагентів, очищення продукту від домішок солей, зміни послідовності здійснення технологічних операцій.

Використання концентрованих розчинів магнезійного хлориду і натрію гідроксиду, високої швидкості додавання розчину натрію гідроксиду, а також невелика тривалість перемішування суспензії призводить до утворення осаду магнезійного гідроксиду, який швидко відстоюється і легко розділяється фільтруванням.

Вплив концентрації $MgCl_2$ у розчині магнезій хлориду наведено у таблиці 1. Як видно з наведених даних, зменшення концентрації $MgCl_2$ у розчині магнезій хлориду нижче 24 мас. % призводить до збільшення кількості відхідних розчинів на 1 тону MgO і кількості води, яку потрібно висушити, що призводить до збільшення енергетичних затрат, а також до зниження чистоти продукту. Збільшення концентрації $MgCl_2$ в розчині магнезій хлориду вище 32 мас. % на процес практично не впливає.

Вплив концентрації натрію гідроксиду в розчині на процес осадження магнезій гідроксиду наведено у таблиці 2. Як видно з наведеної таблиці, зменшення концентрації нижче 15 % призводить до збільшення кількості відхідної рідкої фази на 1 тону MgO і маси висушеної води, що призводить до збільшення енергетичних затрат, а збільшення її вище 30 % на процес осадження магнезій гідроксиду практично не впливає.

Таблиця 1

Показники	Прототип	Спосіб, який заявляється				
Концентрація $MgCl_2$ в розчині, мас. %	12,2	20	24	28	32	34
Маса фільтрату, т на 1 т MgO	28	21,4	16,2	13,1	12,3	11,0
Маса висушеної води, т на 1 т MgO	2,83	0,93	0,76	0,69	0,75	0,84
Чистота продукту, %	99,4	94,1	98,5	99,4	99,0	98,2

Таблиця 2

Показники	Прототип	Спосіб, який заявляється				
Концентрація $NaOH$, мас. %	1,0	10	15	20	30	35
Маса фільтрату, т на 1 т MgO	28	22,7	17,1	14,0	12,1	13,9
Маса висушеної води, т на 1 т MgO	2,83	0,98	0,71	0,64	0,58	0,57
Чистота продукту, %	99,4	92,8	97,9	99,6	99,2	98,6

Вплив швидкості приливання розчину електролітичного лугу у розчин магнезій хлориду на процес осадження магнезій гідроксиду наведено у таблиці 3. Як видно з наведених даних, зменшення швидкості додавання нижче $0,01 \text{ м}^3/\text{м}^3 \text{ год}$ призводить до зниження чистоти продукту, збільшення маси фільтрату на 1 тону магнезій оксиду і збільшення маси висушеної води, що призводить до збільшення енергетичних затрат, а збільшення її вище $0,10 \text{ м}^3/\text{м}^3 \text{ год}$ на показники процесу практично не впливає.

Таблиця 3

Показники	Прототип	Спосіб, який заявляється				
Швидкість приливання розчину лугу, $\text{м}^3/\text{м}^3 \text{ год}$		0,008	0,01	0,075	0,10	0,12
Маса фільтрату, т на 1 т MgO	28	24,0	15,8	13,3	12,6	13,3
Маса висушеної води, т на 1 т MgO	2,83	0,93	0,70	0,54	0,49	0,48
Чистота продукту, %	99,4	92,7	97,8	99,2	99,4	98,5

Здійснення способу дає змогу використовувати концентровані розчини магнезій і хлориду (наприклад розчин природного бішофіту чи відхідний розчин перероблення полімінеральних калійних руд) і концентровані розчини каустичної соди і одержувати невеликі об'єми фільтрату і промивних вод. Для здійснення способу у вихідний розчин магнезій хлориду із температурою 20-30 °C швидко додають концентрований розчин натрію гідроксиду і повільно перемішують. Утворюється драглистий осад магнезій гідроксиду. Його відстоюють і фільтрують, після чого висушують за температури 105-110 °C і прожарюють за температури 550-600 °C. Після цього осад охолоджують, промивають від солей холодною водою і висушують за температури 105-110 °C.

Приклади здійснення способу Приклад 1

До 1,0 л розчину магнію хлориду густиною 1271 кг/м³ складу, мас. %: 0,09 K⁺; 7,75 Mg²⁺; 0,04 Ca²⁺; 0,07 Na⁺; 22,35 Cl⁻; 0,71 SO₄²⁻; 68,99 H₂O, що в перерахунку на концентрацію MgCl₂ складає 30,36 мас. % приливали без додаткового перемішування при початковій температурі 30 °C 1,62 кг або 1,33 л 20 %-ного розчину NaOH протягом 17,7 с, що відповідало швидкості приливання 0,075 м³/м³ с. Суміш повільно перемішували протягом 12 с. Суспензію відстояли і декантували. Згущену суспензію фільтрували. Одержали 0,36 кг непромитого осаду магнію гідроксиду складу, мас. %: 25,99 Mg²⁺; 0,25 Ca²⁺; 6,10 Na⁺; 8,03 Cl⁻; 0,42 SO₄²⁻; і 2,96 кг рідкої фази. Осад висушили і прожарили за температури 600 °C, після чого промили 1,0 л води, одержали 0,261 кг промитого осаду, який висушили при температурі 105 °C. Одержали 0,157 кг продукту складу, мас. %: 0,05 K⁺; 59,21 Mg²⁺; 0,33 Ca²⁺; 0,27 Na⁺; 0,63 Cl⁻; 0,46 SO₄²⁻, що відповідає чистоті продукту 98,20 % MgO.

Приклад 2

До 1,0 л розчину магнію хлориду густиною 1308 кг/м³ складу, мас. %: 0,07 K⁺; 8,15 Mg²⁺; 0,01 Ca²⁺; 0,07 Na⁺; 23,74 Cl⁻; 0,89 SO₄²⁻; 67,07 H₂O, що в перерахунку на концентрацію MgCl₂ складає 31,92 мас. % добавили без додаткового перемішування при початковій температурі 25 °C 1,11 кг або 0,837 л 30 %-ного розчину NaOH протягом 84,2 с, що відповідало швидкості приливання 0,01 м³/м³ с. Суміш повільно перемішували протягом 1,0 хв. Суспензію відстояли і декантували. Згущений осад фільтрували. Одержали 0,457 кг непромитого осаду магнію гідроксиду складу, мас. %: 22,17 Mg²⁺; 8,23 Na⁺; 12,84 Cl⁻; 0,33 SO₄²⁻; і 2,2 кг рідкої фази. Осад висушили і прожарили за температури 600 °C, після чого промили на фільтрі 1,0 л води, одержали 0,282 кг промитого осаду, який висушили при температурі 105 °C. Одержали 0,169 кг продукту складу, мас. %: 59,87 Mg²⁺; 0,16 Ca²⁺; 0,21 Na⁺; 0,14 Cl⁻; 0,12 SO₄²⁻, що відповідає чистоті продукту 99,30 % MgO.

Приклад 3

До 1,0 л розчину магнію хлориду (бішофітового розчину) густиною 1260 кг/м³ складу, мас. %: 0,19 K⁺; 6,13 Mg²⁺; 0,04 Ca²⁺; 0,16 Na⁺; 17,53 Cl⁻; 1,15 SO₄²⁻; 74,80 H₂O, що в перерахунку на концентрацію MgCl₂ складає 24,01 мас. % приливали без додаткового перемішування при початковій температурі 20 °C 1,61 кг або 1,384 л 15 %-ного розчину NaOH протягом 14 с, що відповідало швидкості приливання 0,10 м³/м³ с. Суміш повільно перемішували протягом 0,6 хв. Суспензію відстояли і декантували. Згущений осад фільтрували. Одержали 0,30 кг непромитого осаду магнію гідроксиду складу, мас. %: 24,61 Mg²⁺; 0,18 Ca²⁺; 4,71 Na⁺; 6,20 Cl⁻; 0,26 SO₄²⁻; і 2,86 кг рідкої фази. Осад висушили і прожарили за температури 600 °C, після чого промили на фільтрі 1,0 л води, одержали 0,210 кг промитого осаду, який висушили при температурі 105 °C. Одержали 0,123 кг продукту складу, мас. %: 0,03 K⁺; 59,53 Mg²⁺; 0,20 Ca²⁺; 0,26 Na⁺; 0,42 Cl⁻; 0,36 SO₄²⁻, що відповідає чистоті продукту 98,73 % MgO.

ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

Спосіб одержання магнію оксиду, який включає осадження магнію гідроксиду із розчину магнію хлориду із концентрацією 24-32 мас. % MgCl₂ добавленням розчину натрію гідроксиду із концентрацією 15-30 мас. % із швидкістю 0,01-0,10 м³/м³с, фільтрування осаду, його очищення від солей, сушіння і прожарювання, який **відрізняється** тим, що непромитий осад після фільтрування прожарюють, а очищення продукту від домішок солей здійснюють після прожарювання осаду.