



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C01F 7/441 (2025.05); C01F 7/023 (2025.05)

(21)(22) Заявка: 2025113837, 23.05.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
23.05.2025

Дата регистрации:
21.10.2025

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 23.05.2025

(45) Опубликовано: 21.10.2025 Бюл. № 30

Адрес для переписки:

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ
"БелГУ", Шевцова Ирина Владимировна

(72) Автор(ы):

Трубицын Михаил Александрович (RU),
Воловичева Наталья Александровна (RU),
Лисняк Виктория Владимировна (RU),
Морозова Наталия Александровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2791045 C1, 01.03.2023. RU
2015105 C1, 30.06.1994. RU 2766630 C1,
15.03.2022. WO 2023075484 A1, 04.05.2023. CN
104229844 B, 25.01.2017.

(54) Способ получения реактивного альфа-оксида алюминия

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химической технологии, а именно к способам получения реактивного альфа-оксида алюминия (α -Al₂O₃). Способ получения реактивного альфа-оксида алюминия включает приготовление шихты из гидроксида алюминия с медианным размером частиц D₅₀, составляющим 12 мкм, и комплексной минерализующей добавки, включающей оксид хрома (Cr₂O₃) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr³⁺ и фторид алюминия (AlF₃) в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F⁻. Компоненты гомогенизируют в шаровой мельнице в течение 2 часов. Далее в полученную

шихту добавляют воду до получения пастообразного состояния. Затем готовят брикеты и подвергают их кальцинации при 1100-1300 °C в течение 2 часов. Продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм в течение 4 часов. При этом к продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля. Обеспечивается снижение температуры синтеза хромсодержащего альфа-оксида алюминия и повышение шлакоустойчивости корундовой керамики, изготовленной с использованием высокодисперсных порошков реактивного альфа-оксида алюминия. 4 ил., 2 табл., 4 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C01F 7/441 (2025.05); *C01F 7/023* (2025.05)(21)(22) Application: **2025113837, 23.05.2025**(24) Effective date for property rights:
23.05.2025Registration date:
21.10.2025

Priority:

(22) Date of filing: **23.05.2025**(45) Date of publication: **21.10.2025** Bull. № 30

Mail address:

**308015, g. Belgorod, ul. Pobedy, 85, NIU "BelGU",
Shevtsova Irina Vladimirovna**

(72) Inventor(s):

**Trubitsyn Mikhail Aleksandrovich (RU),
Volovichova Natalia Aleksandrovna (RU),
Lisniak Viktoriia Vladimirovna (RU),
Morozova Nataliia Aleksandrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia "Belgorodskii gosudarstvennyi
natsionalnyi issledovatel'skii universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**(54) **METHOD FOR OBTAINING REACTIVE ALUMINIUM ALPHA OXIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemical technology.

SUBSTANCE: invention relates to methods for producing reactive aluminium alpha oxide (α -Al₂O₃). The method for producing reactive aluminium alpha oxide includes preparing a mixture of aluminium hydroxide with a median particle size of D₅₀ of 12 mcm, and a complex mineralising additive comprising chromium oxide (Cr₂O₃) in an amount of 5 mol% calculated as Cr³⁺ and aluminium fluoride (AlF₃) in an amount of 0.5-1.0 wt.% calculated as F⁻ ion. The components are homogenised in a ball mill for 2 hours.

Next, water is added to the resulting mixture until a paste-like consistency is obtained. Then briquettes are prepared and calcined at 1100-1300°C for 2 hours. The calcination products are ground in a ball mill for 4 hours until primary crystals 2-5 mcm in size are obtained. Before grinding, 0.05% polyethylene glycol is added to the calcination products.

EFFECT: reduction in the synthesis temperature of chromium-containing aluminium alpha oxide and increased slag resistance of corundum ceramics manufactured using highly dispersed powders of reactive aluminium alpha oxide.

1 cl, 4 dwg, 2 tbl, 4 ex

RU 2 848 763 C1

RU 2 848 763 C1

Изобретение относится к области химической технологии, а именно к способам получения реактивного альфа-оксида алюминия (α - Al_2O_3), который используется как высокодисперсный компонент при производстве биосовместимой, конструкционной и технической корундовой керамики, как компонент матричных систем в технологии
5 низкоцементных огнеупорных литевых масс, а также в качестве катализатора, адсорбента, абразивного материала.

Высокодисперсные порошки α - Al_2O_3 в англоязычной технической терминологии известны как реактивный глинозем (Reactive alumina). В реактивном глиноземе материал диспергирован до размера первичных кристаллов (0,5-2 мкм). Для многотоннажного
10 производства тонко- и ультрадисперсного активированного α - Al_2O_3 в качестве исходного сырья в настоящее время используют, как правило, кальцинированный глинозем. Такой реактивный глинозем получают термообработкой (кальцинацией) байеровского гидроксида алюминия от 1300 до 2000 °С. На размеры образующихся кристаллов α -оксида алюминия влияют как температура, так и скорость кальцинации. Чем выше
15 температура кальцинации, тем больше размер плотных первичных кристаллов и содержание Al_2O_3 в α -форме. Это в свою очередь существенно влияет на размолоспособность материала и медианный размер частиц D_{50} реактивного глинозема. Далее кальцинированный глинозем подвергают сухому или мокрому измельчению до
20 размера первичных кристаллов в вибрационных, струйных и шаровых мельницах [Воробьев Н.Д. Моделирование процесса измельчения в шаровых мельницах // Горный журнал. 2004. №5. С. 65-68].

Известно, что синтез α - Al_2O_3 может быть осуществлен путем термической обработки гидроксида алюминия $\text{Al}(\text{OH})_3$ или переходных фаз оксида алюминия Al_2O_3 . В статье
25 [D. Riello, C. Zetterstrom, C. Parr, M.A.L. Brulio, M. Moreira et.ell. AlF_3 reaction mechanism and its influence on α - Al_2O_3 mineralization // Ceram. Int. 2016. - Vol. 42. - P. 9804-9814] подробно изучены механизмы фазовых превращений оксида алюминия, а также процессы формирования и роста кристаллов α - Al_2O_3 в зависимости от типа исходного
30 прекурсора. В качестве исходных материалов использовались гидроксид алюминия и переходные модификации оксида алюминия. Результаты исследования показали, что синтез кристаллов α - Al_2O_3 из низкотемпературных фаз Al_2O_3 возможен при температуре термообработки 1200 °С, тогда как завершение образования α -фазы из гидроксида алюминия происходит при температуре свыше 1250 °С.

Известно, что при синтезе α - Al_2O_3 из разных прекурсоров (байеровского гидроксида алюминия $\text{Al}(\text{OH})_3$, низкотемпературных модификаций Al_2O_3) используют
35 минерализующие добавки разного состава, существенно влияющие на процессы полиморфных превращений, морфологию и размер частиц готового продукта. Авторами статьи Effect of AlF_3 seed concentrations and calcination temperatures on the crystal growth of hexagonally shaped α -alumina powders [H. S. Kim, N. Park, T. J. Lee, M. Kang // Ceram. Int.
40 2015. - Vol. 40. - P. 3813-3818] исследовано влияние фторид-ионов на размер образующихся кристаллов α - Al_2O_3 . Показано, что добавка приводит к снижению температуры образования α -фазы, а также влияет на размер и морфологию частиц и
45 обеспечивает интенсификацию процессов роста первичных кристаллов α - Al_2O_3 и низкую температуру кальцинации.

Влияние введения хромсодержащей добавки (Cr_2O_3) на микроструктуру и физико-механические свойства корундовых образцов, полученных методом горячего

прессования при 1500 °C, представлено в научной статье Effect of Cr₂O₃ addition on microstructural evolution and mechanical properties of Al₂O₃ [D. Riu, Y. Kong, H. Kim // J. Eur. Ceram. - 2000. - Vol. 10. - P. 1475-1481]. При введении небольших количеств Cr₂O₃ (2 и 5
 5 мол. %) зерна α-Al₂O₃ становились крупнее и характеризовались бимодальным распределением. Отмечено, что вязкость разрушения, трещиностойкость, твердость и модуль упругости таких образцов были значительно повышены при введении менее 5 мол. % Cr₂O₃. Однако механическая прочность всех изученных образцов, содержащих Cr₂O₃, снижалась. При увеличении концентрации вводимого оксида хрома до 10 мол.
 10 % принципиальных изменений структурно-морфологических характеристик зерен α-глинозема не наблюдалось.

При изучении уровня техники были выявлены аналоги предлагаемого способа получения реактивного альфа-оксида алюминия.

Известен патент KR 1020040077294 (опубл. 04.09.2004), в котором представлен Способ
 15 приготовления сверхтонкого порошка оксида алюминия путем введения полимерных материалов в раствор, содержащий ионы алюминия, или гидроксид алюминия, или суспензию гамма-оксида алюминия. Наноразмерный порошок α-оксида алюминия (α-Al₂O₃) получают с помощью следующих этапов: добавление полимерных материалов
 20 или полимеризованных органических соединений к раствору Al(NO₃)₃, AlCl₃ или Al₂(SO₄)₃, либо к свежесажённому Al(OH)₃, либо к суспензии гамма-Al₂O₃. В качестве органических добавок используют низкомолекулярные органические вещества, такие как этиленгликоль и глицин; далее проводят измельчение затвердевшей карбидной смолы, содержащей ионы алюминия и осуществляют последующую кальцинацию
 25 карбидного порошка при температуре 1000-1200°C для перехода аморфного оксида алюминия в α-форму. Оставшиеся карбиды удаляют из полученного продукта путем термообработки прокаленного порошка при 600 °C на воздухе. Предлагаемый способ предусматривает большое количество технологических операций, необходимость
 30 введения различных органических веществ и не может быть использован для организации многотоннажного производства.

Наиболее близким к предлагаемому техническому решению, является патент RU 2791045 (опубл. 01.03.2024), где описан Способ получения реактивного альфа-оксида алюминия, включающий сухой помол глинозема в шаровой мельнице при использовании
 35 мелющих тел цилиндрической формы объемом 6,3 см³ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %. В качестве исходного сырья используется металлургический оксид алюминия с медианным размером частиц D50, составляющим 9-22 мкм, содержащий кристаллические фазы γ-Al₂O₃ и θ-Al₂O₃, в который вводят комплексную добавку-минерализатор - дихромат аммония в количестве 0,005-0,5 мол.
 40 % в пересчете на хром, далее в полученную шихту добавляют воду до получения пастообразного состояния, готовят брикеты путем укладки в формы и высушивают до постоянной массы при температуре 110±15°C, после чего брикеты подвергают кальцинации при температуре 1350-1550°C в течение 3ч, далее продукты обжига дробят, к кальцинированному глинозему сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля, а
 45 затем измельчают в шаровой мельнице при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом 6,3 см³ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 % в течение 2-8 ч. В результате сухого помола получают порошки реактивного альфа-оксида алюминия со средним размером первичных кристаллов 0,5-1 мкм и удельной

поверхностью более $27000 \text{ см}^2/\text{г}$.

Технической задачей предлагаемого технического решения является расширение арсенала способов получения реактивного альфа-оксида алюминия путем разработки нового способа.

Техническим результатом предлагаемого технического решения является способ получения реактивного альфа-оксида алюминия, обеспечивающий снижение температуры синтеза хромсодержащего альфа-оксида алюминия до 1100°C с формированием кристаллов глинозема размером 2-5 мкм.

Второй технический результат - повышение шлакоустойчивости корундовой керамики, изготовленной с использованием высокодисперсных порошков реактивного альфа-оксида алюминия.

Для реализации поставленных задач предложен способ получения реактивного альфа-оксида алюминия, который осуществляют следующим способом.

В качестве исходного сырья используют гидроксид алюминия ($\text{Al}(\text{OH})_3$ чда, 98,0 %) с медианным размером частиц $D_{50} \sim 12$ мкм. Для приготовления шихты гидроксид алюминия смешивают с комплексной минерализующей добавкой, включающей оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3)

в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- . Полученную шихту подвергают гомогенизации путем сухого перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм^3 в течение 2 ч. К полученной шихте добавляют воду в количестве 30-40 мас. % до получения пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы и высушивают до постоянной массы при температуре $110 \pm 15^\circ\text{C}$. Далее брикеты подвергают кальцинации при температуре $1100-1300^\circ\text{C}$ в течение 2 часов. В указанном интервале температур происходит термическое разложение гидроксида алюминия до низкотемпературных модификаций оксида алюминия с последующим фазовым переходом в $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Далее продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице в течение 4 часов при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом $6,3 \text{ см}^3$ каждое, и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной 100 об/мин до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм. Скорость вращения барабана шаровой мельницы зависит от технических характеристик оборудования и не влияет на осуществление предлагаемого способа получения реактивного альфа-оксида алюминия. Коэффициент К, характеризующий соотношение объема измельчаемого материала к объему пустот между мелющими телами во всех случаях принимают равным 1. К продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

Отличительной особенностью предлагаемого способа получения реактивного альфа-оксида алюминия является использование в качестве прекурсора гидроксида алюминия с введением комплексной минерализующей добавки - оксида хрома (Cr_2O_3) и фторида алюминия (AlF_3), а также снижение температуры синтеза до $1100-1300^\circ\text{C}$.

Применение гидроксида алюминия в качестве прекурсора обуславливает формирование кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ с характерным размером в диапазоне 2-5 мкм.

Синергетическое действие вводимой комплексной минерализующей добавки, содержащей фторид-ион и катион хрома (III), обеспечивает формирование твердого раствора Cr^{3+} в поверхностном слое частиц $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и оптимальную дисперсность при температурах $1100-1200^\circ\text{C}$. Наличие такого поверхностного хромсодержащего твердого

раствора существенно улучшает размолоспособность материала после кальцинации, а также обеспечивает повышение шлакоустойчивости корундовой керамики, изготовленной из высокодисперсных порошков хромсодержащего реактивного альфа-оксида алюминия.

5 Примеры реализации изобретения

Пример 1

К гидроксиду алюминия с медианным размером частиц $D_{50} \sim 12$ мкм, добавляют комплексную минерализующую добавку, содержащую оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве
 10 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3) в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- . Полученную шихту подвергают гомогенизации путем сухого перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм^3 в течение 2 ч. К полученной шихте добавляют воду в количестве 30-40 мас. % до получения
 15 пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы и высушивают до постоянной массы при температуре $110 \pm 15^\circ\text{C}$. Далее брикеты подвергают кальцинации при температуре $1100-1300^\circ\text{C}$ в течение 2 часов. Далее продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице в течение 4 часов при
 20 использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом $6,3 \text{ см}^3$ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной 100 об/мин, до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм, при этом к продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

На фиг. 1, 2, 3 отображены результаты определения фазового состава продуктов
 25 кальцинации гидроксида алюминия с предварительным введением добавки Cr_2O_3 в количестве 5 мол. % в пересчете на Cr^{3+} и гидроксида алюминия с предварительным введением комплексной минерализующей добавки, включающей Cr_2O_3 в количестве 5 мол. % в пересчете на Cr^{3+} и AlF_3 в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- .

30 Полученные результаты рентгенофазового анализа, представленные на фиг. 1, порошка, синтезированного при температуре 1200°C из смеси гидроксида алюминия и оксида хрома(III), выявили полифазный состав, включающий модификации оксида алюминия $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ и $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Образование твердого раствора в системе
 35 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ является кинетически затрудненным процессом, требующим значительных энергетических затрат. Это, в свою очередь, ингибирует протекание фазовых переходов из низкотемпературных модификаций оксида алюминия в термодинамически стабильную фазу $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Данными, приведенными на фиг. 1, 2, 3 подтверждается, что температура
 40 кальцинации, равная 1100°C , является достаточной для образования твердого раствора в системе $\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ при синтезе реактивного альфа-оксида алюминия в присутствии комплексной минерализующей добавки, включающей Cr_2O_3 и AlF_3 . Продукты синтеза являются монофазными и содержание фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ составляет 100 %. При температуре
 45 1300°C процессы образования поверхностного твердого раствора остаются без изменений.

Пример 2

К гидроксиду алюминия с медианным размером частиц $D_{50} \sim 12$ мкм, добавляют

комплексную минерализующую добавку, содержащую оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3) в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- . Полученную шихту подвергают гомогенизации путем сухого перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм^3 в течение 2 ч. К полученной шихте добавляют воду в количестве 30-40 мас. % до получения пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы и высушивают до постоянной массы при температуре 110 ± 15 °С. Далее брикеты подвергают кальцинации при температуре 1100-1300 °С в течение 2 часов. Далее продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице в течение 4 часов при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом 6,3 см^3 каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной 100 об/мин, до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм, при этом к продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

Влияние состава вводимой минерализующей добавки на гранулометрический состав полученных порошков реактивного альфа-оксида алюминия, приведены в таблице 1.

Таблица 1

Количество вводимой добавки, мол. %	T=1100 °С		T=1200 °С		T=1300 °С	
	D ₅₀ , мкм	Среднее содержание субмикронной фракции (≥ 1 мкм), %	D ₅₀ , мкм	Среднее содержание субмикронной фракции (≥ 1 мкм), %	D ₅₀ , мкм	Среднее содержание субмикронной фракции (≥ 1 мкм), %
5 мол. % Cr^{3+} (контроль)	-	-	1,68	42	1,84	36
5 мол. % Cr^{3+} + 0,5 мас. % F^-	1,84	30	3,80	16	4,00	14
5 мол. % Cr^{3+} + 1,0 мас. % F^-	1,25	33	3,00	19	3,20	17

Данными, приведенными в таблице, подтверждается, что при 1200 °С без введения комплексной минерализующей добавки получить отдельные первичные кристаллы альфа-оксида алюминия в готовом продукте невозможно.

Контрольный образец реактивного альфа-оксида алюминия представлен преимущественного агломератами частиц с медианным размером 1,68 мкм. При введении комплексной минерализующей добавки (T=1200 °С), включающей 5 мол. % Cr^{3+} и 0,5 мас. % F^- , медианный размер отдельных первичных кристаллитов альфа-оксида алюминия составляет 3,80 мкм.

Увеличение содержания фторид-ионов в комплексной минерализующей добавке до 1,0 мас. % приводит к уменьшению размера отдельных первичных кристаллитов альфа-оксида алюминия в результате возрастания количества центров кристаллизации фазы $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Температура кальцинации, равная 1100 °С является недостаточной для завершения процессов формирования крупных отдельных первичных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. В тоже время повышение температуры до 1300 °С увеличивает энергозатраты на процесс роста кристаллов, но не обеспечивает значительного увеличения размеров первичных отдельных кристаллитов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Пример 3

К гидроксиду алюминия с медианным размером частиц $D_{50} \sim 12$ мкм, добавляют комплексную минерализующую добавку, содержащую оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3) в количестве 0,5-1,0 мас. %

5 в пересчете на ион F^- . Полученную шихту подвергают гомогенизации путем сухого перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм^3 в течение 2 ч. К полученной шихте добавляют воду в количестве 30-40 мас. % до получения пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы и
10 высушивают до постоянной массы при температуре 110 ± 15 °С. Далее брикеты подвергают кальцинации при температуре 1100-1300 °С в течение 2 часов. Далее продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице в течение 4 часов при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом $6,3 \text{ см}^3$ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной
15 100 об/мин, до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм, при этом к продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

Определение морфологии частиц и их кристаллической структуры осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi SU1510. Микроскоп
20 позволяет проводить анализ поверхности, определять размеры структурных элементов в проводящих и непроводящих образцах различной природы. Изображения получали с использованием детектора вторичных электронов. Съемку проводили при ускоряющем напряжении 15 кВ в условиях низкого вакуума (6-270 кПа). Максимальное разрешение - 4 нм. Для исследования в сканирующем режиме воздушно-сухие порошки фиксировали
25 с помощью углеродного скотча, размещенного на предметном столике. Результаты представлены на фиг. 4.

Результатами, приведенными на фиг. 4, подтверждается, что введение комплексной добавки, включающей 5 мол. % Cr^{3+} и 0,5 мас. % F^- , подтверждает увеличение размеров первичных кристаллитов $\alpha-Al_2O_3$ до 2-5 мкм. Увеличение содержания фторид-ионов в
30 комплексной добавке до 1,0 мас. % не является целесообразным, поскольку приводит к возрастанию количества центров кристаллизации в процессе синтеза, и, как следствие, к уменьшению размеров первичных кристаллитов и увеличению их агрегации.

Пример 4

35 К гидроксиду алюминия с медианным размером частиц $D_{50} \sim 12$ мкм, добавляют комплексную минерализующую добавку, содержащую оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3) в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- . Полученную шихту подвергают гомогенизации путем сухого
40 перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм^3 в течение 2 ч. К полученной шихте добавляют воду в количестве 30-40 мас. % до получения пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы и высушивают до постоянной массы при температуре 110 ± 15 °С. Далее брикеты подвергают кальцинации при температуре 1100-1300 °С в течение 2 часов. Далее
45 продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице в течение 4 часов при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом $6,3 \text{ см}^3$ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной 100 об/мин, до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм, при этом к

продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

Влияние вводимой при синтезе реактивного альфа-оксида алюминия комплексной минерализующей добавки на шлакоустойчивость получаемой корундовой керамики оценивали статическим методом. Для испытания методом одноостного прессования были изготовлены полуфабрикаты размером 50×50 мм из порошков реактивного альфа-оксида алюминия, синтезированных с использованием добавки AlF_3 в концентрации 0,5 мас. % в пересчете на F^- и комплексной добавки, содержащей Cr_2O_3 и AlF_3 в концентрациях, соответствующих 5 мол. % Cr^{3+} и 0,5-1,0 мас. % F^- . Полученные прессованные полуфабрикаты подвергали обжигу при 1550 °С. Далее для исследования шлакоустойчивости в заранее отформованные углубления (диаметром и глубиной 20 мм) на поверхности спеченных образцов засыпали навеску металлургического шлака весом 3 г. После этого подготовленные образцы выдерживали в течение 2 ч при температуре 1450 °С в высокотемпературной печи. По окончании выдержки образцы охлаждали и распиливали на две части алмазным инструментом по оси симметрии. Далее на распиле для каждого образца измеряли степень пропитки и степень разъедания. В таблице 2 приведены средние значения для 5 образцов каждого состава.

Таблица 2

Образец	Степень пропитки, %	Степень разъедания, %
0 мол. % Cr^{3+} + 0,5 мас. % F^-	12,0	6,0
5 мол. % Cr^{3+} + 0,5 мас. % F^-	5,0	2,0
5 мол. % Cr^{3+} + 1,0 мас. % F^-	7,0	3,5

Данными, приведенными в таблице 2 подтверждается, что образцы на основе реактивного альфа-оксида алюминия, синтезированного в присутствии комплексной минерализующей добавки, включающей 5 мол. % Cr^{3+} и 0,5-1,0 мас. % F^- обладают лучшей шлакоустойчивостью. В то же время увеличение содержания F^- в комплексной добавке до 1,0 мас. % вызывает снижение шлакоустойчивости из-за увеличения площади контакта первичных кристаллов альфа-глинозема со шлаком как следствие уменьшения размера первичных кристаллов $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

В результате приведенных примеров подтверждено решение поставленных технических задач: снижение температуры синтеза хромсодержащего реактивного альфа-оксида алюминия до 1100 °С, получение кристаллов глинозема размером 2-5 мкм и повышение шлакоустойчивости корундовой керамики, изготовленной с использованием высокодисперсных порошков реактивного альфа-оксида алюминия.

(57) Формула изобретения

Способ получения реактивного альфа-оксида алюминия, включающий приготовление шихты, при этом в качестве исходного сырья используют гидроксид алюминия с медианным размером частиц D_{50} , составляющим 12 мкм, комплексную минерализующую добавку, включающую оксид хрома (Cr_2O_3) в количестве 5 мол. % в пересчете на ион Cr^{3+} и фторид алюминия (AlF_3) в количестве 0,5-1,0 мас. % в пересчете на ион F^- , затем компоненты гомогенизируют путем сухого перемешивания в барабане шаровой мельницы объемом 2 дм³ в течение 2 часов, далее в полученную шихту добавляют воду до получения пастообразного состояния, затем готовят брикеты путем укладки в формы

и высушивают до постоянной массы при температуре 110 ± 15 °С, затем брикеты подвергают кальцинации при температуре 1100-1300 °С в течение 2 часов, после чего продукты кальцинации измельчают в шаровой мельнице при использовании мелющих тел цилиндрической формы объемом $6,3 \text{ см}^3$ каждое и объемной загрузке барабана мелющими телами 35 %, при скорости вращения барабана, равной 100 об/мин, до получения первичных кристаллов размером 2-5 мкм в течение 4 часов, при этом к продуктам кальцинации перед началом измельчения сверх массы добавляют 0,05 % полиэтиленгликоля.

10

15

20

25

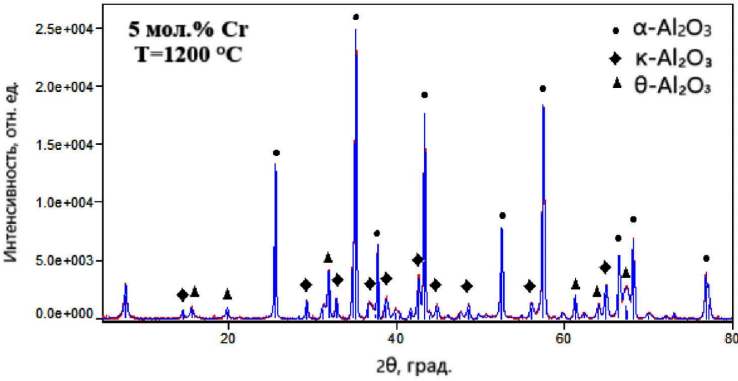
30

35

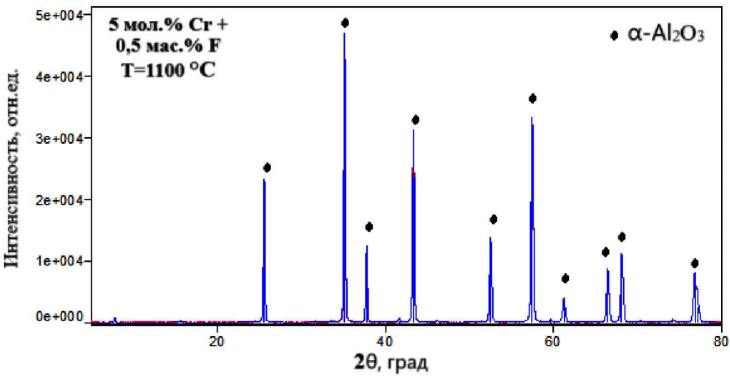
40

45

1

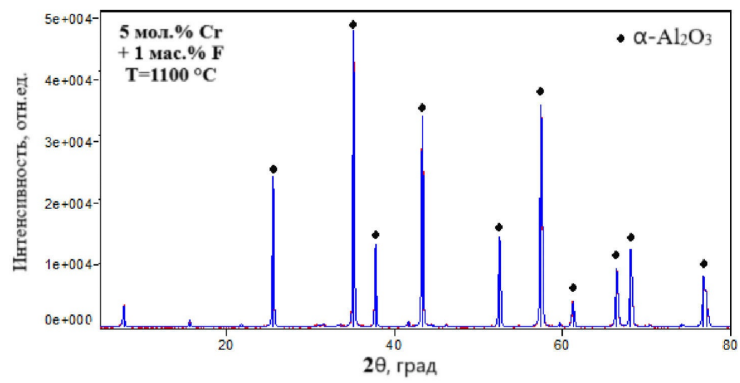


Фиг. 1

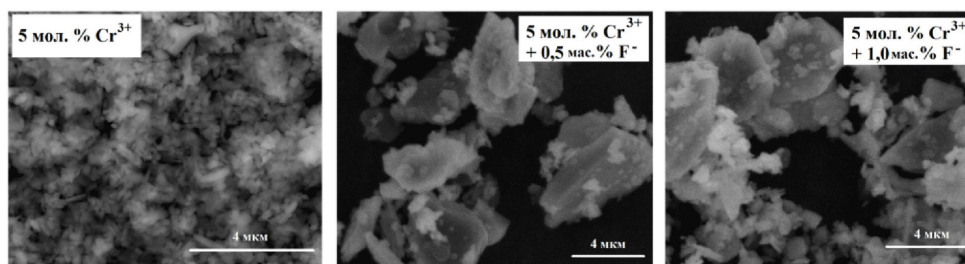


Фиг. 2

2



Фиг. 3



Фиг. 4