

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2750006

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОРУНДА

Патентообладатели: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет» (RU), Акционерное общество «СЕФКО» (RU)*

Авторы: *Белоглазов Илья Ильич (RU), Мустафаев Александр Сейт-Умерович (RU), Савченков Сергей Анатольевич (RU), Сухомлинов Владимир Сергеевич (RU), Фурсенко Владислав Владимирович (RU), Лербаум Валерия Владимировна (RU), Анисимов Дмитрий Олегович (RU), Анисимова Алла Юрьевна (RU)*

Заявка № 2020136433

Приоритет изобретения 06 ноября 2020 г.

Дата государственной регистрации  
в Государственном реестре изобретений  
Российской Федерации 21 июня 2021 г.

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает 06 ноября 2040 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C04B 35/107 (2021.05); C04B 2235/3217 (2021.05); C04B 2235/658 (2021.05)

(21)(22) Заявка: 2020136433, 06.11.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
06.11.2020Дата регистрации:  
21.06.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.11.2020

(45) Опубликовано: 21.06.2021 Бюл. № 18

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,  
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный  
университет", Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Белоглазов Илья Ильич (RU),  
Мустафаев Александр Сейт-Умерович (RU),  
Савченков Сергей Анатольевич (RU),  
Сухомлинов Владимир Сергеевич (RU),  
Фурсенко Владислав Владимирович (RU),  
Лербаум Валерия Владимировна (RU),  
Анисимов Дмитрий Олегович (RU),  
Анисимова Алла Юрьевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования «Санкт-Петербургский горный  
университет» (RU),  
Акционерное общество «СЕФКО» (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: CN 102627449 A, 08.08.2012. RU  
2656647 C1, 06.06.2018. RU 2347766 C2,  
27.02.2009. UA 81956 C2, 25.10.2008. US 5028572  
A1, 02.07.1991.

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОРУНДА

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам получения корунда. Техническим результатом изобретения является обеспечение стабильного выхода корунда высокой химической чистоты (не менее 99,98 мас.%) и фазовой однородности. Способ получения корунда включает нагрев порошка глинозема до расплавленного состояния с

использованием плазменно-дугового нагрева. Глинозем подают в реактор и плавят при плазменно-дуговом нагреве в интервале температур от 2050 до 2500°C в атмосфере смеси газов азота и аргона, а после проведения реакции полученный корунд разливают в изложницы. 1 з.п. ф-лы, 1 ил., 1 табл., 5 пр.

RU 2 750 006 C1

RU 2 750 006 C1



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

*C04B 35/107 (2021.05); C04B 2235/3217 (2021.05); C04B 2235/658 (2021.05)*(21)(22) Application: **2020136433, 06.11.2020**(24) Effective date for property rights:  
**06.11.2020**Registration date:  
**21.06.2021**

Priority:

(22) Date of filing: **06.11.2020**(45) Date of publication: **21.06.2021 Bull. № 18**

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU  
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet",  
Patentno-litsenziannyj otdel

(72) Inventor(s):

**Beloglazov Iliia Ilich (RU),  
Mustafaev Aleksandr Seit-Umerovich (RU),  
Savchenkov Sergei Anatolevich (RU),  
Sukhomlinov Vladimir Sergeevich (RU),  
Fursenko Vladislav Vladimirovich (RU),  
Lerbaum Valeriia Vladimirovna (RU),  
Anisimov Dmitrii Olegovich (RU),  
Anisimova Alla Iurevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhetnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi  
universitet» (RU),  
Aktionernoe obshchestvo «SEFKO» (RU)**

(54) **METHOD FOR PRODUCING CORUNDUM**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to methods for producing corundum. The method for producing corundum includes heating alumina powder until melting using plasma-arc heating. Alumina is fed into the reactor and melted at plasma-arc heating in the temperature range from 2050 to 2500°C in the

atmosphere of nitrogen and argon gas mixture. After conducting the reaction, the obtained corundum is poured into molds.

EFFECT: providing a stable yield of corundum of high chemical purity (not less than 99.98 wt.%) and phase homogeneity.

2 cl, 1 dwg, 1 tbl, 5 ex

Изобретение относится к области металлургии, в частности к способам получения корунда.

Известен способ получения мелкокристаллического корунда (патент РФ № 2229441, опубликован 27.05.2004), при котором гидроксид алюминия или оксигидроксид алюминия предварительно подвергают термообработке на воздухе при температуре от 310 до 1200°C или гидротермальной обработке в автоклаве при температуре от 150 до 300°C и затем подвергают термопаровой обработке при температуре от 380 до 450°C и давлении от 3,0 до 40 МПа.

Недостатком способа является необходимость предварительной подготовки исходных компонентов, а именно, предварительная термообработка на воздухе гидроксида или оксигидроксида алюминия при высоких температурах или гидротермальной обработке в автоклаве.

Известен способ получения корунда высокой чистоты (патент РФ № 2519450, опублик. 10.06.2014), включающий водоподготовку и регулируемое дозирование воды и алюминия в смеситель, разогрев реактора высокого давления до температуры от 200 до 400°C, регулируемую подачу суспензии порошкообразного алюминия из смесителя с помощью регулируемого насоса высокого давления в реактор высокого давления, распыл суспензии в реакторе с помощью распылительных форсунок, отделение пароводородной смеси от бемита, аккумуляирование и осушку бемита, причем в предложенном способе дополнительно сепарируют бемит, после чего подают его в термошкаф, где производят его сушку в диапазоне температур от 50 до 200°C в течение от 1 до 5 ч, после чего подают его в муфельную печь, где в диапазоне температур от 400 до 1200°C из него удаляют кристаллизационную воду в течение от 3 до 10 ч, а образовавшийся в муфельной печи продукт затем загружают в вакуумную печь с последующей термообработкой в диапазоне температур от 900 до 1900°C в течение от 3 до 8 ч.

Недостатками известного технического решения являются необходимость предварительной подготовки исходных компонентов, а также длительные технологические операции, необходимые для реализации способа, а именно сушка бемита в термошкафу в течение от 1 до 5 ч, последующая сушка в муфельной печи в течение от 3 до 10 ч и последующая термообработка в вакуумной печи в течение от 3 до 8 часов.

Известен способ получения плавленого корунда (патент РФ № 2620800, опублик. 29.05.2017), включающий смешение исходных компонентов, в качестве которых используют составляющие железо-алюминиевого термита, зажигание шихты и возникновение процесса СВС, охлаждение и его измельчение, причем исходные компоненты вступают в экзотермическую реакцию, в результате которой синтезируется плавленный корунд.

Недостатком известного способа является не стабильный выход корунда высокой химической чистоты и фазовой однородности из-за необходимости поддержания высокой экзотермичности реакции взаимодействия исходных порошковых реагентов для того, чтобы реакция синтеза продуктов прошла в виде явления горения.

Известен способ получения корунда (патент РФ № 2176985, опублик. 20.12.2001), включающий приготовление исходной смеси, содержащей алюминийсодержащий порошок с размерами фракции от 20 до 600 мкм, воду и карбоксиметилцеллюлозу, воспламенение смеси, горение, причем в исходную смесь вводят силикат натрия в количестве от 0,45 до 1,55 мас.ч. на 100 ч. исходной смеси, а массовое соотношение вода/чистый алюминий выдерживают (от 1,05 до 1,25):1.

Недостатками способа являются необходимость предварительной подготовки

исходных компонентов, а также не стабильный выход корунда высокой химической чистоты из-за высокой скорости горения смеси, а также рецептуры исходной смеси, что не позволяет продифундировать кислороду в объем каждой частицы сплава и расширить фронт реакции, в результате чего остается до 35% непрореагировавшего алюминийсодержащего порошка.

Кроме того, известен способ получения корунда методом плазменной металлургии (Патент Китая № 102627449, опубл. 08.08.2012), принятый за прототип, включающий следующие этапы: укладка алюминиевого блока в нижней части огнеупорного тигля, засыпка порошка оксида железа, нагрев порошка оксида железа до расплавленного состояния с использованием плазменно-дугового нагрева и инициирование реакции между алюминием и оксидом железа для превращения  $Fe_2O_3 + 2Al$  в  $Al_2O_3 + 2Fe$ , нагрев продукта реакции до расплавленного состояния, последующее охлаждение расплава и его кристаллизация.

Недостатком способа является не стабильный выход корунда из-за не полного протекания реакции восстановления железа, кроме того полученный корунд не обладает высокой химической чистотой и фазовой однородностью из-за примесей железа.

Техническим результатом изобретения является обеспечение стабильного выхода корунда высокой химической чистоты.

Технический результат достигается тем, что способ получения корунда включает в себя нагрев порошка до расплавленного состояния с использованием плазменно-дугового нагрева, при этом в качестве порошка используют глинозем, который подают в реактор и плавят при плазменно-дуговом нагреве в интервале температур от 2050 до 2500°C в атмосфере смеси газов азота и аргона, а после проведения реакции полученный корунд разливают в изложницы. Используют смесь газов с концентрацией азота, заданной из диапазона от 25 до 30 % и аргона от 70 до 75 %.

Способ поясняется следующей фигурой  
фиг.1 – технологическая схема, где:

- 1 – бункер для сырья,
- 2 – патрубок подачи сырья,
- 3 – плазменный реактор,
- 4 – изложница,
- 5 – выталкиватель.

Способ осуществляется следующим образом. В качестве исходного сырья выбран глинозем в виде порошка. В способе могут применяться различные марки глинозема, например, глинозем металлургических марок Г000, Г00, Г0, Г1, Г2, согласно ГОСТ 30558-98 «Глинозем металлургический», поскольку при использовании данного сырья обеспечивается стабильный выход корунда высокой химической чистоты и фазовой однородности. Глинозем подают из бункера для сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом плазменном реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве в интервале температур от 2050 до 2500°C в атмосфере смеси газов азота и аргона. За счет применения плазменно-дугового нагрева глинозема в интервале температур от 2050 до 2500°C обеспечивается стабильный выход корунда высокой химической чистоты, при этом значительно упрощается способ его получения. При температуре реакции менее 2050°C не достигается стабильно высокий выход корунда, при температуре более 2500°C возрастают потери глинозема, в результате чего снижается выход корунда. Смесь газов азота и аргона выбрана как смесь, имеющая более высокий КПД нагрева поверхности при плазменно-дуговом нагреве по сравнению с чистым аргоном, а в сравнении с чистым азотом более низкое напряжение поджига

и горения плазмотрона. Использование смеси газов азота и аргона также позволяет уменьшить эрозию электродов плазмотрона, и получать корунд высокой химической чистоты и фазовой однородности. При использовании предложенной смеси газов достигается высокая эффективность энергообмена между струей газа и глиноземом.

5 Выбор смеси газов с концентрацией азота, заданной из диапазона от 25 до 30 % и аргона от 70 до 75 %, объясняется следующим образом. В плазме смеси аргона с азотом резко возрастает доля атомов азота, что связано с трансформацией функции распределения электронов по энергиям. При этом установлено, что максимум наблюдается при  
10 содержании азота от 25 до 30 %. В свою очередь, появление значительного количества атомарного азота приводит к явлению азотирования поверхностей электродов, что ведет к улучшению их твердости и эрозионных свойств, что улучшает качество получаемого корунда. Описанное содержание азота и аргона в газовой смеси является предпочтительное, но не ограничительное, способ может быть реализован и при другом  
15 содержании выбранных газов. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Способ поясняется следующими примерами.

Таблица 1 – исходные данные и результаты процесса получения корунда.

Пример	Температура, °С	Смесь газов азота и аргона, %	Выход корунда, %	Чистота, мас. %
1	2050	25 и 75	99,4	99,98
2	2500	30 и 70	99,3	99,99
3	2250	28 и 72	99,5	99,98
4	1950	25 и 75	-	-
5	2600	30 и 70	89,1	-

20 Пример 1. Глинозем подают из бункера сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве при температуре 2050°С в атмосфере смеси газов азота и аргона. При реализации  
30 способа используют смесь газов с концентрацией азота 25%, и аргона 75 %. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Технологические условия обеспечивают стабильный выход корунда – 99,4% высокой химической чистоты (99,98% мас.%) и фазовой однородности.

35 Пример 2. Глинозем подают из бункера сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве при температуре 2500°С в атмосфере смеси газов азота и аргона. При реализации  
40 способа используют смесь газов с концентрацией азота 30% и аргона 70 %. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Технологические условия обеспечивают стабильный выход корунда - 99,3% высокой химической чистоты (99,99% мас.%) и фазовой однородности.

45 Пример 3. Глинозем подают из бункера сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве при температуре 2250°С в атмосфере смеси газов азота и аргона. При реализации  
50 способа используют смесь газов с концентрацией азота 28% и аргона 72 %. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Технологические условия обеспечивают стабильный выход корунда - 99,5% высокой

химической чистоты (99,98% мас.%) и фазовой однородности.

Пример 4. Глинозем подают из бункера сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве при температуре 1950°C в атмосфере смеси газов азота и аргона. При реализации  
5 способа используют смесь газов с концентрацией азота 25%, и аргона 75 %. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Технологические условия вне заданного диапазона не обеспечивают стабильный выход корунда.

Пример 5. Глинозем подают из бункера сырья 1 через патрубок подачи сырья 2 в плазменный реактор 3. Плавку ведут в закрытом реакторе 3 при плазменно-дуговом нагреве при температуре 2600°C в атмосфере смеси газов азота и аргона. При реализации  
10 способа используют смесь газов с концентрацией азота 30%, и аргона 70 %. После проведения реакции полученный корунд разливают в изложницу 4, затем после кристаллизации расплава корунда изложница 4 транспортируется на выталкиватель 5.

Технологические условия вне заданного диапазона не обеспечивают стабильный выход корунда – 89,1%.

Таким образом, как показано в вышеприведённом описании изобретения, достигается  
20 технический результат, заключающийся в обеспечении стабильного выхода корунда (более 99%) высокой химической чистоты (не менее 99,98% мас.%).

#### (57) Формула изобретения

1. Способ получения корунда, включающий нагрев порошка до расплавленного состояния с использованием плазменно-дугового нагрева, отличающийся тем, что в  
25 качестве порошка используют глинозем, который подают в плазменный реактор и плавят при плазменно-дуговом нагреве в интервале температур от 2050 до 2500°C в атмосфере смеси газов азота и аргона, а после проведения реакции полученный корунд разливают в изложницы.

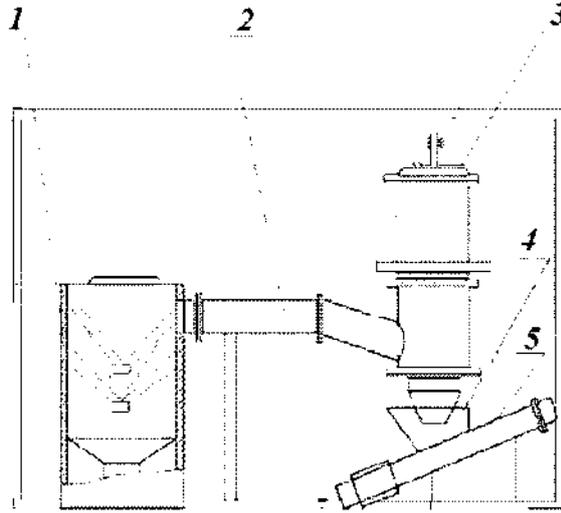
2. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют смесь газов с концентрацией  
30 азота, заданной из диапазона от 25 до 30 %, и аргона от 70 до 75 %.

35

40

45

1/1



Фиг. 1