

Корисна модель належить до неорганічної хімії, зокрема стосується способів одержання магнію оксиду високої чистоти з природного бішофіту, і може бути використана в хімічній, фармацевтичній, електронній та вогнетривкій промисловості.

Відомий спосіб отримання магнію оксиду з бішофіту шляхом обробки його розчину газоподібним амоніаком або аміачною водою, відділення осаду магнію гідроксиду, додаткове осадження магнію шляхом введення CO_2 , промивання обох осадів та їх прожарювання за температури 900-1200 °C протягом 2-3 годин з отримання кінцевого продукту [А.С. СРСР № 967954, С01F 5/08, 1982].

Недоліками цього способу є високі втрати MgCl_2 з маточними розчинами, недостатня чистота кінцевого продукту та високі витрати енергії на стадії прожарювання.

Відомий спосіб отримання магнію оксиду з бішофіту шляхом осадження магнію оксиду сумішшю розчинів амоніаку та натрію бікарбонату з подальшим фільтруванням, промиванням осаду водою і 1 %-им розчином NaOH , після чого осад піддають прожарюванню [А.С. СРСР № 1404459, С01F 5/20, 1988].

Недоліками відомого способу є втрати MgCl_2 з маточними розчинами та недостатня чистота кінцевого продукту.

Найбільш близьким до запропонованого є спосіб одержання магнію оксиду з бішофіту, що включає осадження з останнього магнію гідроксиду обробкою його амоніаком, відділення отриманого осаду, осадження магнію у вигляді карбонатної сполуки з маточного розчину, промивку обох осадів, термообробку їх з отриманням цільового продукту, видалення надлишкового амоніаку з розчинів перед поверненням їх у процес, який відрізняється тим, що бішофіт перед обробкою амоніаком піддають фільтрації, магній гідроксид з нього осаджують при рН 10,0-10,5 в кількості 85-90 мас. доосадження магнію з маточного розчину ведуть амонію карбонатом при 11,0-11,5, термообробку осадів проводять при 500-750 °C протягом 1-2 год, а розчин амонію хлористого, що утворюється на стадії обробки бішофіту амоніаком, після видалення з нього надлишкового амоніаку направляють у свердловину для видобутку бішофіту. [Патент РФ № 2097326, С01F 5/08, 1997].

Недоліком відомого способу є недостатній ступінь чистоти цільового продукту, що обумовлено присутністю у вихідному бішофіті сульфат-іонів та інших домішок, а також неможливість повного їх видалення при одноразовій термообробці.

В основу корисної моделі поставлено задачу вдосконалення способу одержання магнію оксиду високої чистоти з бішофіту шляхом ефективного видалення сульфатних домішок та залишкових розчинних солей з розчину бішофіту з подальшою фільтрацією осаду та подвійного прожарювання з проміжним промиванням, що дозволяє одержати MgO високої чистоти при зменшенні втрат магнію у процесі.

Поставлена задача вирішується тим, що у способі одержання магнію оксиду високої чистоти з бішофіту, що включає осадження магнію гідроксиду з розчину бішофіту обробкою його амоніаком, відділення осаду, що утворюється, його промивання і прожарювання з одержанням магнію оксиду, згідно з корисною моделлю, перед осадженням магнію гідроксиду з розчину бішофіту видаляють сульфати шляхом їх осадження барію хлоридом з подальшою фільтрацією осаду, осадження магнію гідроксиду ведуть розчином амоніаку при температурі 40-50 °C та рН 10,0-10,5, одержаний осад магнію гідроксиду декантують, двічі промивають дистильованою водою і фільтрують, після чого осад промивають на фільтрі та сушать при температурі 105-140 °C, потім прожарюють при температурі 500-600 °C, одержаний порошок магнію оксиду промивають водою 3-4 рази методом декантації при витраті 40 л води на 1 кг магнію оксиду, після чого магнію оксид сушать і повторно прожарюють при температурі 550-650 °C з отриманням продукційного магнію оксиду - порошку магнію оксиду зі ступенем чистоти не менше 99 %.

Зазначені у формулі корисної моделі інтервали значень технологічних параметрів вибрані з урахуванням забезпечення стабільності процесу одержання магнію оксиду, відтворюваності результатів та можливості промислового здійснення способу.

Осадження магнію гідроксиду з розчину бішофіту здійснюють при температурі 40-50 °C та значеннях рН 10,0-10,5, що забезпечує повноту осадження магнію за прийнятною швидкості процесу та формування осаду, придатного до подальшого промивання і фільтрації. Підвищення температури або значень рН понад зазначені межі не призводить до суттєвого підвищення ступеня осадження магнію, однак ускладнює процес за рахунок збільшення витрат реагентів та енергії, що є недоцільним при промисловому здійсненні способу.

Інтервал температур сушіння осаду магнію гідроксиду 105-140 °C вибраний з урахуванням необхідності ефективного видалення вологи без його термічного розкладання та агломерації частинок. Зазначений температурний діапазон забезпечує достатню швидкість сушіння та стабільність властивостей висушеного продукту перед стадією прожарювання.

Перше прожарювання осаду здійснюють при температурі 500-600 °C з метою переведення магнію гідроксиду у магнію оксид та видалення летких і розчинних сполук, що залишаються після стадій осадження та промивання. Проведення первинного прожарювання у зазначеному температурному

діапазоні забезпечує отримання порошку магнію оксиду, придатного до подальшого водного очищення.

Друге прожарювання магнію оксиду здійснюють після стадії промивання при температурі 550-650 °С з метою видалення залишкової вологи та стабілізації властивостей кінцевого продукту. Зазначений температурний діапазон забезпечує відновлення оксидної структури порошку магнію оксиду після водної обробки та отримання продукту зі стабільними фізико-хімічними характеристиками.

Спосіб одержання магнію оксиду високої чистоти з бішофіту здійснюється наступним чином.

У реактор завантажують розчин природного бішофіту з масовою концентрацією магнію хлориду 25-30 % і вмістом сульфат-іонів 0,5-1,0 мас. %. До розчину при перемішуванні додають водний розчин барію хлориду в стехіометричній кількості, що забезпечує осадження сульфат-іонів у вигляді кальцій сульфату. Після завершення реакції осад, що утворився, відокремлюють фільтрацією, отримуючи десульфатований розчин бішофіту.

До одержаного розчину при температурі 40-50 °С при інтенсивному перемішуванні додають водний розчин амоніаку до осадження магнію гідроксиду. Осад магнію гідроксиду, що утворився, витримують у маточному розчині протягом 20-30 хв, після чого декантують, двічі промивають дистильованою водою і фільтрують.

Відфільтрований осад магнію гідроксиду промивають на фільтрі до відсутності іонів хлору в промивних водах, сушать при температурі 105-140 °С до постійної маси, потім піддають первинному прожарюванню при температурі 500-600 °С протягом 1-2 годин з отриманням магнію оксиду.

Отриманий магнію оксид промивають водою 3-4 рази методом декантації при витраті води 40 л на 1 кг магнію оксиду, після чого продукт сушать і повторно прожарюють при температурі 550-650 °С протягом 1-2 год.

В результаті одержують порошок магнію оксиду з масовою часткою основної речовини не менше 99 % та вмістом сульфат-іонів не більше 0,01 мас. %.

Приклади конкретного здійснення способу.

1. Розчин бішофіту Полтавського родовища в кількості 4000 мл з наступним складом: $MgCl_2$ 330 г/дм³, $CaCl_2$ 2,6 г/дм³, Fe_2O_3 0,08 г/дм³, SO_4^{2-} 20,5 г/дм³, густиною $d=1280$ г/дм³, нагрівають до 90-95 °С та осаджують сульфати шляхом додавання розчину барію хлориду з розрахунку 100-110 % від стехіометричної кількості (229,0 г $BaCl_2 \cdot 2H_2O$), потім розчин фільтрують. Після видалення сульфатів з розчину бішофіту осаджують магній гідроксид шляхом додавання розчину амоніаку при рН 10-10,5. Кількість розчину амоніаку для проведення осадження складає 130-180 % від стехіометричної, на 4000 мл розчину бішофіту витрата розчину амоніаку складає 3260 мл ($d=0,91$ г/см³). Отриману суспензію магнію гідроксиду двічі промивають дистильованою водою шляхом декантації для видалення надлишкового амоніаку, з розрахунку 5000-7000 мл дистильованої води на 400 г MgO . Суспензію магнію гідроксиду фільтрують та промивають на фільтрі дистильованою водою з розрахунку 5000-10000 мл дистильованої води на 400 г MgO . Осад магнію гідроксиду сушать при температурі 105-140 °С та прожарюють при температурі 500-600 °С. Прожарений магнію оксид промивають 3-4 рази дистильованою водою шляхом декантації з розрахунку 5000-7000 мл дистильованої води на 400 г MgO , фільтрують, промивають на фільтрі з розрахунку 3000-6000 мл дистильованої води на 400 г MgO , сушать при температурі 105-140 °С та прожарюють протягом 2 годин при температурі 550-650 °С. Отримують продукт з вмістом MgO не менше 99,5 % в кількості 455,3 г.

2. Із розчину бішофіту Новоподільського родовища в кількості 4000 мл з наступним складом: $MgCl_2$ 306 г/дм³, $CaCl_2$ 2,1 г/дм³, Fe_2O_3 0,07 г/дм³, SO_4^{2-} 12,6 г/дм³, густиною $d=1260$ г/дм³ отримували магнію оксид за методикою прикладу 1. Витрата $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ для осадження сульфатів складала 140,4 г, витрата розчину амоніаку складала 3020 мл ($d=0,91$ г/см³), отримано продукт з вмістом MgO не менше 99,5 % в кількості 421,2 г.

3. Із розчину бішофіту Полтавського родовища в кількості 4000 мл з наступним складом: $MgCl_2$ 320 г/дм³, $CaCl_2$ 2,4 г/дм³, Fe_2O_3 0,08 г/дм³, SO_4^{2-} 18,5 г/дм³, густиною $d=1280$ г/дм³, отримували магнію оксид за методикою прикладу 1. Витрата $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ для осадження сульфатів складала 206,8 г, витрата розчину амоніаку складала 3160 мл ($d=0,91$ г/см³), отримано продукт з вмістом MgO не менше 99,5 % в кількості 439,5 г.

Характеристики процесу та якості магнію оксиду, отриманого за способом-найближчим аналогом та заявленим способом наведені в таблиці.

Таблиця

Характеристики отриманого магнію оксиду

№	Найменування показника	Випробування			
		Найближчий	Приклад 1	Приклад 2	Приклад 3

		аналог			
1	Попереднє осадження сульфатів	відсутнє	BaCl ₂	BaCl ₂	BaCl ₂
2	Кількість стадій прожарювання	1	2	2	2
3	Додаткове промивання після прожарювання	відсутнє	3-4 рази	3-4 рази	3-4 рази
4	Температура прожарювання, °C	500-700	550-650	550-650	550-650
5	Масова частка магнію оксиду, %	93	97,3	96,7	97,1
6	Масова частка кальцію оксиду, %	1,2	0,2	0,14	0,2
7	Масова частка феруму у перерахунку на ферум II оксид, %	0,08	0,02	0,04	0,02
8	Масова частка сульфатів у перерахунку на SO ₄ ²⁻ , %	0,4	0,10	0,10	0,10
9	Масова частка хлоридів у перерахунку на Cl ⁻ , %	0,08	0,05	0,08	0,08
10	Втрати при прожарюванні, %	5,5	1,2	2,9	1,6
11	Насипна вага, г/см ³	0,35	0,24	0,26	0,25

Аналіз результатів випробувань, наведених в таблиці, свідчить про можливість одержання порошку магнію оксиду зі ступенем чистоти не менше 99 % і низьким вмістом сульфат-іонів та іонів хлору, що підтверджує досягнення заявленого технічного результату.