



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
C01F 7/02 (2021.02)

(21)(22) Заявка: 2019137278, 19.11.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
19.11.2019

Дата регистрации:  
19.01.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 19.11.2019

(43) Дата публикации заявки: 19.05.2021 Бюл. № 14

(45) Опубликовано: 19.01.2022 Бюл. № 2

Адрес для переписки:

454080, г. Челябинск, пр. Ленина, 69, Южно-Уральский государственный гуманитарно-педагогический университет, и. о. ректора Т.А. Чумаченко

(72) Автор(ы):

Посельская Юлия Владимировна (RU),  
Викторов Валерий Викторович (RU),  
Жеребцов Дмитрий Анатольевич (RU),  
Ковалев Игорь Николаевич (RU),  
Белая Елена Александровна (RU),  
Рябков Юрий Иванович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Южно-Уральский государственный гуманитарно-педагогический университет" (ФГБОУ ВО "ЮУрГГПУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: RU 2424186 C1, 20.07.2011. RU 2482061 C1, 20.05.2013. RU 2060821 C1, 27.05.1996. CN 101391786 A, 25.03.2009.

(54) Способ получения оксида алюминия

(57) Реферат:

Изобретение относится к химико-технологическим процессам, в частности к химическим способам получения оксида алюминия из нитрата алюминия с высокоупорядоченной структурой. Способ получения оксида алюминия, включает предварительное смешивание водного раствора нитрата алюминия с компонентом, повышающим однородность структуры раствора, и последующую термообработку. В качестве компонента, повышающего однородность структуры раствора, используют полиэтиленгликолевый

эфир изооктилфенола (ОП-10), при этом 37,5 масс. % водный раствор нитрата алюминия смешивают с 39-49 масс. % ОП-10. Полученный раствор подвергают гидролизу парами аммиака в реакторе с сосудом с 10 масс. % раствором аммиака. Полученный продукт промывают в 96 масс. % этаноле, затем высушивают при 80-90°C и подвергают прокаливанию при 440-460°C. Обеспечивается повышение химической активности оксида алюминия путем увеличения однородности размера мезопор. 1 табл.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC  
*C01F 7/02 (2021.02)*

(21)(22) Application: **2019137278, 19.11.2019**

(24) Effective date for property rights:  
**19.11.2019**

Registration date:  
**19.01.2022**

Priority:

(22) Date of filing: **19.11.2019**

(43) Application published: **19.05.2021 Bull. № 14**

(45) Date of publication: **19.01.2022 Bull. № 2**

Mail address:

**454080, g. Chelyabinsk, pr. Lenina, 69, Yuzhno-Uralskij gosudarstvennyj gumanitarno-pedagogicheskij universitet, i. o. rektora T.A. Chumachenko**

(72) Inventor(s):

**Poselskaya Yuliya Vladimirovna (RU),  
Viktorov Valerij Viktorovich (RU),  
Zherebtsov Dmitrij Anatolevich (RU),  
Kovalev Igor Nikolaevich (RU),  
Belaya Elena Aleksandrovna (RU),  
Ryabkov Yuriy Ivanovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego obrazovaniya "Yuzhno-Uralskij gosudarstvennyj gumanitarno-pedagogicheskij universitet" (FGBOU VO "YUUrGGPU") (RU)**

(54) **METHOD FOR PRODUCING ALUMINUM OXIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemical and technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to chemical and technological processes, in particular to chemical methods for producing aluminum oxide from aluminum nitrate with highly ordered structure. The method for producing aluminum oxide includes pre-mixing of an aqueous solution of aluminum nitrate with a component increasing the homogeneity of the solution structure, and following heat-treating. As a component increasing the homogeneity of the solution structure, polyethylene glycol ether of isooctyl phenol (hereinafter – OP-10) is

used, wherein 37.5 wt. % of an aqueous solution of aluminum nitrate is mixed with 39-49 wt. % of OP-10. The produced solution is hydrolyzed with ammonia vapor in a reactor with a vessel with 10 wt. % of ammonia solution. The produced product is washed in 96 wt. % of ethanol, and then dried at 80-90°C, and ignited at 440-460°C.

EFFECT: chemical activity of aluminum oxide is increased by increasing the homogeneity of mesopore size.

1 cl, 1 tbl

Изобретение относится к химико-технологическим процессам, в частности к химическим способам получения оксида алюминия из нитрата алюминия с высокоупорядоченной структурой.

Известен способ получения оксида алюминия из бокситовых руд. Чаще всего  
5 применяется метод спекания боксито-известковой шихты (алюминиевой руды, соды и известняка), с последующим выщелачиванием полученного спека водой. (Металлургия цветных металлов. Уткин Н.И. Учебник для техникумов. М.: Metallurgia, 1985. 440 с.).

Недостатком данного способа являются низкая чистота, а также низкая химическая  
10 активность получаемого оксида алюминия.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому предлагаемому эффекту является способ получения однородной фазы нанокристаллического порошка оксида алюминия с размером частиц менее 100 нм (Патент РФ №2424186, Способ получения нанокристаллов оксида алюминия МПК C01F 7/02, B82B 3/00 от 20.07.2011 г.). В данном  
15 способе соединения алюминия (из ряда: хлорид, нитрат, сульфат, гидроксид) смешивают с целлюлозой в воде до образования однородной дисперсной фазы. Состав исходной смеси соединений алюминия с целлюлозой готовят при массовом соотношении 1:1,3÷2,0. Полученную дисперсную фазу отфильтровывают, нагревают до 500-850°C, затем помещают в автоклав, где осуществляется гидротермальная обработка в кислой среде.

Недостатком указанного метода является низкая степень однородности размера  
20 мезопор оксида алюминия, а также техническая сложность осуществления автоклавной обработки.

Технической проблемой является трудность получения оксида алюминия с высокой степенью однородности размера мезопор.

Техническим результатом является повышение химической активности оксида  
25 алюминия путем увеличения однородности размера мезопор.

Поставленный технический эффект достигается тем, что в способе получения оксида алюминия, включающем предварительное смешивание водного раствора нитрата алюминия с компонентом, повышающим однородность структуры раствора, с  
30 последующей термообработкой, согласно предлагаемому решению, в качестве компонента, повышающего однородность структуры раствора, используют полиэтиленгликолевый эфир изооктилфенола (ОП-10), при этом 37,5 масс. % водный раствор нитрата алюминия смешивают с 39-49 масс. % ОП-10, затем подвергают гидролизу парами аммиака в реакторе с сосудом с 10 масс. % раствором аммиака, после  
35 чего полученный продукт промывают в 96 масс. % этаноле, затем высушивают при 80-90°C и подвергают прокаливанию при 440-460°C.

То, что в предлагаемом решении предварительно смешивают водный раствор нитрата алюминия с неионогенным поверхностно-активным веществом ОП-10 позволяет влиять на морфологию и дисперсный состав конечного продукта оксида алюминия, т.е.  
40 получить высоко однородный наноразмерный материал за счет образования промежуточного жидкокристаллического раствора с последующим его гидролизом. Известно, что в многокомпонентных системах, содержащих воду и ПАВ, могут возникать термодинамически устойчивые фазы, в т.ч. жидкие кристаллы, обладающие однородной структурой с характерным размером мицелл от 3 до 100 нм. Образование  
45 таких жидких кристаллов, содержащих нитрат алюминия, позволяет при последующей обработке парами аммиака получать однородный по дисперсной структуре оксигидроксид алюминия, обладающий высоким объемом мезопор, в результате чего повышается химическая активность конечного продукта. При использовании паров

аммиака формирование оксигидроксида алюминия протекает медленно, в условиях, близких к равновесию, так что при гидролизе образуется однородный высоко упорядоченный продукт.

При этом используют постоянные по массе количества нитрата алюминия и воды и переменные концентрации поверхностно-активного вещества (ОП-10).

Введение менее 39 масс. % ОП-10 не позволяет получить жидкокристаллический раствор и приводит к формированию оксида алюминия с неоднородной структурой и низким объемом мезопор. Увеличение количества ОП-10 более 49 масс. % практически полностью исключает образование оксида алюминия ввиду его растворимости в столь концентрированных растворах ОП-10.

Высушивание полученного продукта при температуре менее 80°C увеличивает время выдержки для обеспечения полного испарения спирта, а при температуре более 90°C процесс высушивания происходит очень интенсивно и приводит к перегреву образцов.

Прокаливание продукта при температуре менее 440°C увеличивает время выдержки для обеспечения полного разрушения остатков, а при температуре более 460°C процесс прокаливании происходит очень интенсивно и приводит к изменению морфологии образцов.

Способ осуществляется следующим образом.

Нитрат алюминия помещают в сосуд и добавляют воду. Затем полученную смесь перемешивают 20-30 минут до полного растворения соли. После этого к раствору добавляют ОП-10, нагревают до 80-90°C и перемешивают до однородности в течение 1-1,5 ч, охлаждают и выдерживают 1,5-2 ч при комнатной температуре до формирования жидкокристаллической структуры. Емкость с полученным жидкокристаллическим раствором помещают в реактор совместно с сосудом с 10 масс. % раствором аммиака в воде и оставляют на 15-20 суток до полного протекания гидролиза. Полученный продукт промывают 96 масс. % раствором этанола, объем которого в 5-7 раз больше объема влажного оксигидроксида. После 3-5 суток выдержки влажного оксигидроксида в этаноле, раствор сливают, а промытый оксигидроксид высушивают при 80-90°C в течение 1-1,5 суток и подвергают прокаливанию при 440-460°C в течение 1-1,5 суток с целью окончательного удаления примесей ОП-10 и нитрата аммония, а также формирования оксида алюминия.

Согласно предлагаемому способу был осуществлен синтез оксида алюминия. Нитрат алюминия ( $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) в количестве 36 г растворяли в 60 г воды для получения 37,5 масс. % водного раствора нитрата алюминия. Затем к полученному раствору добавляли 39 масс. % полиэтиленгликолевого эфира изооктилфенола (ОП-10). После этого выдерживали при 80°C 1,5 ч до полного растворения компонентов и 2 ч при комнатной температуре до формирования жидкокристаллического раствора. Полученный жидкокристаллический раствор помещали в реактор с сосудом, содержащим 10 масс. % раствор аммиака и оставляли до полного формирования осадка оксигидроксида алюминия в течение 20 суток. Полученный продукт промывали в 96 масс. % этаноле в течение 4 суток, затем высушивали при 80°C в течение 1,5 суток и подвергали прокаливанию при 450°C в течение 1,5 суток.

Аналогично был получен оксид алюминия в условиях, отличающихся тем, что использовали 37,5 масс. % водный раствор нитрата алюминия, к которому добавляли 29 или 49 масс. % ОП-10. Каждый опыт проводился дважды для увеличения надежности результатов.

Результаты исследования удельной площади поверхности, объема и среднего диаметра пор оксида алюминия сведены в таблицу. Данные получены по изотермам

низкотемпературной адсорбции-десорбции азота. Для расчета применялись методы, реализованные программным обеспечением прибора ASAP Micromeritics.

| №<br>п/п | Содержание<br>ОП-10<br>(масс. %) | Удельная<br>площадь<br>поверхности,<br>м <sup>2</sup> /г | Объем<br>микропор,<br>см <sup>3</sup> /г | Объем<br>мезопор,<br>см <sup>3</sup> /г | Диаметр<br>мезопор,<br>нм |
|----------|----------------------------------|----------------------------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------------------------|---------------------------|
| 1        | 29                               | 390,1                                                    | 0,151                                    | 0,155                                   | 2,86                      |
| 2        | 29                               | 414,8                                                    | 0,160                                    | 0,193                                   | 2,70                      |
| 3        | 39                               | 407,8                                                    | 0,159                                    | 0,217                                   | 3,84                      |
| 4        | 39                               | 397,1                                                    | 0,155                                    | 0,218                                   | 3,48                      |
| 5        | 49                               | 389,7                                                    | 0,153                                    | 0,367                                   | 6,71                      |

Как видно из таблицы, все образцы обладают одинаково высокой удельной поверхностью и объемом микропор, но диаметр и объем мезопор монотонно увеличивается с ростом концентрации ОП-10. При этом одновременно повышается однородность по размеру мезопор.

Предлагаемый способ найдет применение в химической промышленности для получения мезопористого оксида алюминия, предназначенного для изготовления специальных видов керамики, производства сорбентов и носителей для катализаторов.

#### (57) Формула изобретения

Способ получения оксида алюминия, включающий предварительное смешивание водного раствора нитрата алюминия с компонентом, повышающим однородность структуры раствора, с последующей термообработкой, отличающийся тем, что в качестве компонента, повышающего однородность структуры раствора, используют полиэтиленгликолевый эфир изооктилфенола (ОП-10), при этом 37,5 масс. % водный раствор нитрата алюминия смешивают с 39-49 масс. % ОП-10, затем подвергают гидролизу парами аммиака в реакторе с сосудом с 10 масс. % раствором аммиака, после чего полученный продукт промывают в 96 масс. % этаноле, затем высушивают при 80-90°C и подвергают прокаливанию при 440-460°C.