

**ОПИСАНИЕ  
ИЗОБРЕТЕНИЯ  
К ПАТЕНТУ**  
(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) **ВУ** (11) **22985**

(13) **С1**

(46) **2020.06.30**

(51) МПК

*C 04B 35/00* (2006.01)

*C 04B 38/00* (2006.01)

(54) **СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КЕРАМИЧЕСКОГО ФИЛЬТРА**

(21) Номер заявки: а 20180445

(22) 2018.10.31

(43) 2020.06.30

(71) Заявитель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(72) Авторы: Павлюкевич Юрий Геннадьевич; Гундилович Николай Николаевич; Жих Божена Петровна (ВУ)

(73) Патентообладатель: Учреждение образования "Белорусский государственный технологический университет" (ВУ)

(56) ВУ 970 С1, 1995.

ВУ 5477 С1, 2003.

ВУ 9793 С1, 2007.

RU 2307723 С1, 2007.

SU 1661167 А1, 1991.

UZ 5568 С, 2018.

JP 2014-8432 А.

CN 106390772 А, 2017.

(57)

Способ изготовления керамического фильтра, включающий нанесение на обожженную пористую керамическую подложку слоя водной суспензии с последующей сушкой и обжигом полученной многослойной заготовки, **отличающийся** тем, что водную суспензию готовят из порошка, полученного экзотермическим синтезом при температуре от 350 до 500 °С в течение 10 мин из прекурсора, включающего  $Al(NO_3)_3$  в количестве 97,0-99,5 мол. % и добавку в количестве 0,5-3,0 мол. %, в качестве которой используют  $Mn(NO_3)_2$  или  $Fe(NO_3)_3$ .

Изобретение относится к керамической промышленности и может быть использовано при изготовлении пористых керамических изделий для микрофльтрации жидких и газообразных дисперсных систем.

Известен способ получения композитной керамической мембраны, включающий измельчение смеси исходных компонентов, приготовление суспензии, ее высушивание и последующий обжиг [1]. Высушенную суспензию размалывают, затем просеивают и отбирают фракцию с размером частиц не более 0,1 мм, которую подвергают формованию методом полусухого прессования и последующему обжигу.

Недостатком известного способа является низкая проницаемость фильтрующих изделий из-за высокого гидравлического сопротивления однослойного микрофильтрующего материала толщиной более 5 мм. Использование сухого помола сырьевой смеси с последующем просеиванием получаемого порошка обуславливает необходимость организации комплекса мер по предотвращению образования пыли и попадания ее в атмосферу, что снижает энергоэффективность производства фильтрующих изделий.

Известен способ изготовления многослойного керамического фильтра, включающий формование и термообработку пористой керамической подложки с последующим нанесением и термическим закреплением одного или нескольких микрофильтрующих слоев [2]. Микрофильтрующий слой состоит из близких по размерам частиц сферической формы, средние диаметры каркасообразующих частиц подложки и микрофильтрующего слоя относятся как 6:1.

Недостатком известного способа является низкая проницаемость получаемых керамических фильтров, обусловленная высокой плотностью упаковки сферических частиц при формовании. Высокое содержание (5-25 мас. %) связующего в составе композиций для получения подложки и микрофильтрующего слоя является причиной низкой открытой пористости керамического фильтрующего материала, что обуславливает низкие эксплуатационные характеристики фильтрующего изделия на его основе.

Наиболее близким по технической сущности и достигаемому результату является способ изготовления пористого керамического фильтра, заключающийся в нанесении слоя суспензии на обожженную пористую керамическую подложку, с последующей сушкой и обжигом полученной заготовки [3]. Твердая фаза суспензии представляет собой частицы неплавящегося наполнителя, покрытые оболочкой из стеклосвязки на основе алюмосиликатного или боросиликатного стекла. Получение наполнителя, покрытого оболочкой стеклосвязки, осуществлялось путем смешивания частиц неплавящегося наполнителя с более дисперсными порошками соединений, образующих при плавлении стекломассы, полученная смесь подвергалась полусухому прессованию. Сформованный полуфабрикат обжигался, размалывался в мельницах до необходимых размеров частиц, рассеивался на ситах и использовался для приготовления суспензии.

Недостатком известного способа являются высокие энергозатраты при производстве фильтрующих керамических изделий, обусловленные необходимостью обжига и последующего измельчения спека при получении каркасообразующих частиц мембранного слоя. Традиционные способы смешивания частиц неплавящегося наполнителя со стеклообразующими соединениями не обеспечивают равномерного нанесения порошка на поверхность частиц наполнителя, что является причиной неоднородности структуры получаемого материала и различной толщины стекловидного слоя. Использование стеклообразующих связующих при синтезе микрофильтрующего слоя обуславливает жидкофазный механизм спекания материала, характеризующийся усадкой материала, снижением открытой пористости, проницаемости материала и эксплуатационных характеристик фильтрующего изделия.

Задачей, на решение которой направлено заявляемое изобретение, является разработка энергоэффективного способа изготовления многослойного микрофильтрующего керамического материала. Достижимый при этом технический результат заключается в значительном снижении энергозатрат при производстве фильтрующих изделий, повышении однородности структуры и увеличении проницаемости материала.

Решение поставленной задачи достигается тем, что способ изготовления керамического фильтра включает нанесение слоя суспензии на обожженную пористую керамическую подложку с последующей сушкой и обжигом многослойной заготовки и отличается тем, что твердую фазу суспензии получают экзотермическим синтезом при температуре 350-500 °С в течение 10 мин из прекурсора, включающего  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$  в количестве 97,0-99,5 мол. % и добавку в количестве 0,5-3 %, в качестве которой используется  $\text{Mn}(\text{NO}_3)_2$  или  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ .

При реализации способа осуществляется следующая совокупность операций, составляющих сущность предлагаемого изобретения: изготовление макропористой керамической подложки; иницируемый экзотермический синтез ультрадисперсных керамических частиц из прекурсора; приготовление водной суспензии на основе синтезированных частиц; нанесение суспензии на керамическую подложку методами литья или полива; сушка и обжиг полученной заготовки.

# BY 22985 C1 2020.06.30

Предложенный способ изготовления керамического фильтра поясняется следующим примером.

Для получения корундовых макропористых проницаемых подложек в качестве наполнителя применяется электрокорунд белый марки 25А, размер фракции наполнителя составляет 100-250 мкм. В качестве связующего используются кремнийорганические соединения, которые смешиваются с наполнителем до образования однородного пресс-порошка. Прессование осуществляется на гидравлических прессах при давлении 60-80 МПа. Сформованные заготовки подвергаются обжигу при температурах 1200-1400 °С с выдержкой при максимальной температуре в течение 1-3 ч. Прекурсор, включающий  $Al(NO_3)_3$  в количестве 97,0-99,5 мол. % и добавку в количестве 0,5-3 мол. %, в качестве которой используется  $Mn(NO_3)_2$  или  $Fe(NO_3)_3$ , подвергается термообработке при 350-500 °С в течение 10 мин в электрической печи, при которой инициируется экзотермическая реакция, сопровождающаяся формированием ультрадисперсных частиц. Порошки на основе полученных ультрадисперсных частиц используются для приготовления водной суспензии влажностью 40-45 %, из которой методом пленочного литья наносится мембранное покрытие на поверхность обожженных керамических подложек. Заготовка с нанесенным покрытием подвергается сушке при температуре 95 °С в течении 3 ч, затем поступает на обжиг при температурах 1200-1300 °С с выдержкой при максимальной температуре в течение 1 ч.

При принятых условиях изготовления получены микрофильтрующие керамические материалы со следующими техническими характеристиками (таблица).

Характеристика	Изготовленный материал	Прототип
Механическая прочность при сжатии, МПа	19,46-21,76	-
Кислотостойкость, %	98,19-99,51	-
Коэффициент проницаемости, $m^2$	$(0,13-4,61) \cdot 10^{-12}$	$(0,48-2,85) \cdot 10^{-12}$
Открытая пористость, мкм:		
подложки	30-36	41-48
мембранного слоя	38-49	20-60
Средний эквивалентный диаметр пор подложки, мкм	18-25	8,7-22
Средний эквивалентный диаметр пор мембранного слоя, мкм	1-4	1,3-6,5
Доля изделий с дефектами, %	нет	5-33

Как следует из приведенных данных, полученный предложенным способом продукт техническим характеристикам близок к прототипу, однако характеризуется повышенным коэффициентом проницаемости, узким распределением пор мембранного слоя по размерам и отсутствием брака при получении.

К преимуществам предлагаемого способа можно отнести высокую однородность получаемого материала; сниженные энергозатраты при получении фильтров за счет исключения операции обжига и последующего измельчения спека при получении каркасообразующих частиц мембранного слоя, а также использования энергии экзотермического процесса; малые затраты времени на проведение синтеза и простоту аппаратурного оформления.

Предлагаемый способ изготовления керамического фильтра массы может быть использован при изготовлении пористых керамических изделий с высокими техническими характеристиками для микрофльтрации жидких и газообразных дисперсных систем в химической и пищевой промышленности Республики Беларусь.

# **ВУ 22985 С1 2020.06.30**

Источники информации:

1. RU 2592529 С2, 2016.
2. RU 2190461 С1, 2002.
3. ВУ 970 С1, 1995 (прототип).