Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **896**

(51) МПК C01B 6/00; C01B 6/06

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

(12) Описание изобретения

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

(21) 1801168
(22) 02.01.2018
(46) Бюл.135, 2017
(71) Агентство по ядерной и радиационной безопасности Академии наук Республики Таджикистан (TJ).
(72) Мирсаидов У.М.(TJ); Бадалов А.Б.(TJ); Акрамов М.Ю.(TJ Азизов О.А.(TJ).
(73) Агентство по ядерной и радиационной безопасности Академии наук Республики Таджикистан (TJ).

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГИДРИДА АЛЮМИНИЯ МЕХАНО-ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ.**

(56) 1. Finholt A.E., Bond A.S., Schlesinger H.J. Lithium Aluminum Hydride, Aluminum Hydride and some of their Application in organic and inorganic Chemistry // J. Chem. Soc, 1949, №5, h.1199.
2. Мирсаидов У.М., Пулатов М.С., Джураев Х.Ш., Дымова Т.Н. Исследование взаимодействия алюмогидридов лития и натрия с хлоридами водорода в среде органических растворителей // Известия АН ТаджССР, отд. физ.-мат. и геол.-хим. наук, 1975, №4, с.92.
3.Мирсаидов У.М. Синтез и свойства гидрида алюминия. - Душанбе: Дониш, 2005, с. 104.

(57) Изобретение относится к способу получения гидрида алюминия механо-химическим методом, используемого, как компонент твёрдого ракетного топлива и в тонком органическом синтезе.

Цель изобретения является получение гидрида алюминия механо-химическим методом без участия растворителей путём использования твёрдого алюмогидрида натрия и хлористого алюминия на планетарных и центробежных мельницах.

Для синтеза гидрида алюминия использовались планетарная шаровая и центробежная мельницы. При использовании планетарной шаровой мельницы для обработки порошков, в процессе измельчения в веществе отмечаются структурные изменения. Вещество приобретает реакционно способность, в нем происходит образование множества дефектов. В процессе обработки нескольких веществ между ними происходят химические реакции. Однако чтобы механохимическая реакция прошла, необходимо к порошку подвести определенное количество механической энергии.

Преимущество способа заключается в том, что используется дешёвый алюмогидрид натрия вместо алюмогидрида лития, а также исключается применение токсичных растворителей.

Изобретение относится к способу получения гидрида алюминия механо-химическим методом, используемого, как компонент твёрдого ракетного топлива и в тонком органическом синтезе.

Известен способ синтеза гидрида алюминия [1] взаимодействием алюмогидрида лития с хлоридом алюминия по реакции

$$3LiAlH_4 + AlCl_3 \xrightarrow{Et_2O\text{—толуол}} AlH_3 + 3LiCl \quad (1)$$

в среде органических растворителей.

Также известны методы получения AlH_3 через кислоты и хлорпроизводные углеводородов по реакции [2, 3]:

$$LiAlH_4 + HCl \xrightarrow{Et_2O\text{ -толуол}} AlH_3 + MCl + H_2,$$

где Et_2O - диэтиловый эфир;

$LiAlH_4 + C_2H_5CH_2Cl$ (хлористый бензил) —> AlH_3 + LiCl+ толуол.

Известные способы получения AlH_3 трудоёмкие и требуют применения токсичных растворителей, а также используется дорогостоящий реагент алюмогидрид лития – $LiAlH_4$.

Цель изобретения является получение гидрида алюминия механо-химическим методом без участия растворителей путём использования твёрдого алюмогидрида натрия и хлористого алюминия на планетарных и центробежных мельницах.

Технология механохимического синтеза в лабораторных и промышленных масштабах широко применяется для синтеза различных материалов. Для синтеза гидрида алюминия механохимический метод использован впервые.

Для синтеза гидрида алюминия использовались планетарная шаровая (Фиг. 1) или центробежная мельницы (Фиг. 2).

При использовании планетарной шаровой мельницы для обработки порошков, в процессе измельчения в веществе отмечаются структурные изменения. Вещество приобретает реакционную способность, в нем происходит образование множества дефектов. В процессе обработки нескольких веществ между ними происходят химические реакции. Однако чтобы механо-химическая реакция прошла, необходимо к порошку подвести определенное количество механической энергии, при этом для интенсивного перемешивания реагентов увеличивают скорости вращения центральной оси и барабанов мельницы.

Энергию в порошок проводится при помощи планетарной мельницы-активатора (Фиг. 1), если увеличить скорость вращения центральной оси и барабанов. Шары в планетарной мельнице импульсно воздействуют на порошок, и сила такого воздействия (и последствия, в виде степени превращения в химической реакции) зависят от ускорения, с которым эти шары двигаются внутри барабана в поле центробежных сил. Ускорение зависит от радиуса и квадрата угловой скорости центральной оси. Так же квадратично, с оборотами, возрастает нагрузка на опоры вращения.

Установлено, что в синтезе AlH_3 без использования растворителя, планетарная или центробежная мельницы способствуют интенсивному перемешиванию реагентов, реакция протекает без участия растворителя с высокой скоростью.

Процесс синтеза проводится в атмосфере инертного газа, включая загрузку реакторов, обработку на центробежной мельнице реакционных смесей, а также подготовку образцов для исследования. Смесь алюмогидрид натрия ($NaAlH_4$) с хлоридами алюминия перемешивают 10-20 минут механо-химическим методом.

Показано, что реакция $NaAlH_4$с $AlCl_3$ протекает в течение 10-20 мин с количественным выходом AlH_3 при достаточно интенсивном перемешивании.

Пример 1.

Берём 8,2 г алюмогидрида натрия - $NaAlH_4$и 2,0 г $AlCl_3$ и помещаем в планетарную мельницу, перемешиваем в течение 20 мин. Образуется 1,56 г AlH_3 непосредственно в мельнице. Выход составляет 81%.

Пример 2.

Берём 6,9 г $NaAlH_4$и 2,8 г $AlCl_3$ и помещаем в центробежную мельницу. Образуется 1,92 г AlH_3. Выход составляет 82%.

Использование планетарной и центробежной мельниц позволяет получить непосредственно AlH_3 без участия органических растворителей.

Преимущество предложенного способа по сравнению с известным способом состоит в том, что используют дешёвый алюмогидрид натрия вместо алюмогидрида лития, а также исключается применение токсичных растворителей.

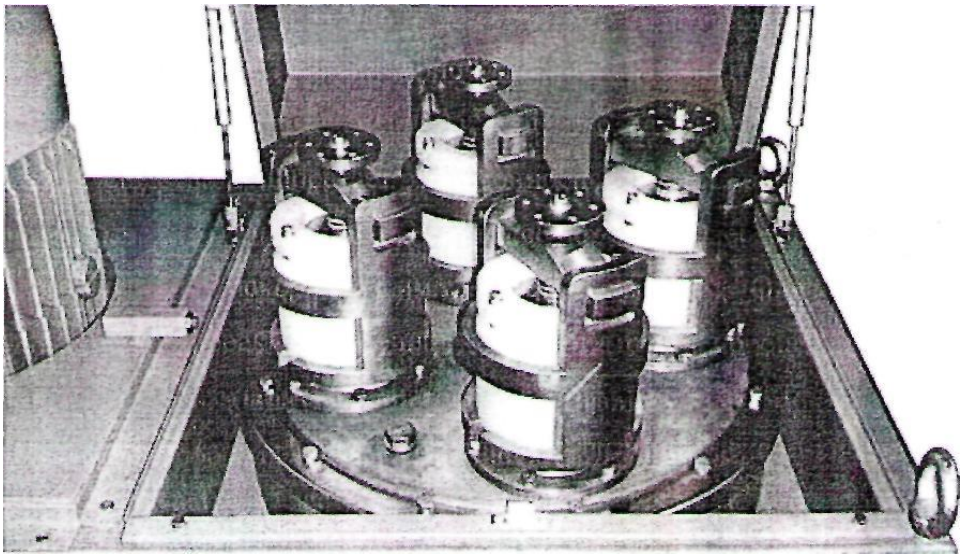
ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения гидрида алюминия механо-химическим методом, **отличающийся тем, что** алюмогидрида натрия с хлоридом алюминия помещают в планетарной шаровой или центробежной мельнице и перемешивают их в течение 10-20 мин., шары в планетарной мельнице импульсно воздействуют на порошок, и сила такого воздействия зависят от ускорения, в котором эти шары двигаются внутри барабана в поле центробежных сил, при этом для интенсивного перемешивания реагентов увеличивают скорости вращения центральной оси и барабанов мельницы.

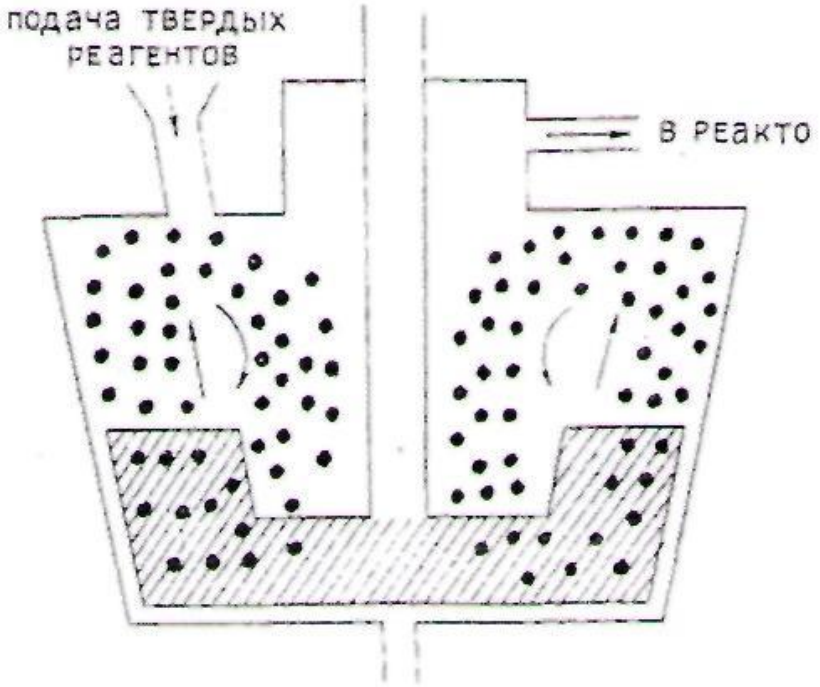
2. Способ получения гидрида алюминия механо-химическим методом по пункту 1, **отличающийся тем, что** процесс синтеза

проводят в атмосфере инертного газа.

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГИДРИДА АЛЮМИНИЯ МЕХАНО-ХИМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ



Фиг. 1



Фиг. 2

Компьютерный набор: Фатхуллаева М.С.

Заказ Тираж Подписное
Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а