



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

224 094

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 14 12 81
(21) PV 9255-81

(51) Int. Cl.³ C 04 B 33/32

(40) Zveřejněno 25 02 83
(45) Vydáno 01 10 84

(75)

Autor vynálezu BULANDR JIRÍ ing., PRAHA
JERIOVÁ JITKA ing., CASLAV
JUSKO FRANTIŠEK ing., BANSKA BYSTRICA
URBÁNEK MILAN ing., BANSKÁ BYSTRICA

(54) Způsob kalcinace sypké křemelinové hmoty

224 094

Vynález se týká způsobu kalcinace sypké křemelinové hmoty, použitelné jako plnivo do nátěrových hmot, nosič katalyzátorů, chromatografická hmota, sorbent a pod.

Upravená přírodní sypká křemelinová hmota obsahuje rozsivkové schránky a znečišťující minerální přímíseniny s obsahem kysličníku železitého, kysličníku hlinitého a pod. Účelem kalcinace neboli vypalování je převést opálovou hmotu rozsivkových schránek na cristobalit při současném zvýšení aktivity jeho povrchu, případně lokálním slinutím dosáhnout spojení malých schránek rozsivek a jejich úlomků do větších agregátů dostatečné mechanické pevnosti při zachování charakteristické morfologie rozsivkového materiálu.

Dosud se sypká křemelinová hmota kalcinuje např. v rotačních nebo fluidních pecích zahřátím na teplotu 800[°] až 1 100[°] C (Kirk-Othmer: Encyclopedia of Chemical Technology, 7, 603-14, N. York 1979). Pro dokonalejší slinutí částic sypké křemelinové hmoty a pro zvýšení mechanické pevnosti výsledného produktu se někdy aplikuje do vsázky tavidlo, např. uhličitán sodný nebo chlorid sodný (Lefond S.J.: Industrial Minerals and Rocks, AIME, N. York, 1975).

Známy způsob kalcinace sypké křemelinové hmoty neumožňuje dokonale zneškodnit škodlivé příměsi s kysličníkem železitým, hlinitým a dalšími. Tyto složky přecházejí do kalcinátů a zhoršují jejich chemické, fyzikálně mechanické i vzhledové vlastnosti. Kalcinát vykazuje relativně velký obsah vyloužitelných látek, poměrně velký podíl jeho objemu tvoří neaktivní skelná nebo alumosilikátová fáze, má sytě růžový, hnědočervený nebo červenofialový odstín.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob kalcinace sypké křemelinové hmoty podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že sypká křemelinová hmota se zahřeje na teplotu 450°C až 700°C , ponechá se při této teplotě po dobu 30 až 120 minut, načež se zahřeje na teplotu 850°C až $1\,150^{\circ}\text{C}$ a ponechá se při ní po dobu 60 až 150 minut.

Obsahuje-li sypká křemelinová hmota větší než akcesorické množství znečištěnin a je-li jejich minerální vazba nepříznivá, je vhodné přidat do křemelinové hmoty před zahřátím některé známé kalcinační činidlo, např. chlorid sodný nebo chlorid amonný.

Výhody způsobu kalcinace sypké křemelinové hmoty podle vynálezu se projevují ve vyšší jakosti kalcinátu. Při první teplotní prodlevě se odpaří ze vsázky převážná část vody vázané v opálu rozsivek a dojde k chemickým reakcím mezi jednotlivými složkami sypké křemeliny, případně mezi těmito složkami a použitými tavidly. Tyto chemicko-mineralogické pochody umožňují, aby nečistoty přítomné v kalcinované křemelině unikly při zvýšené teplotě ve formě těkavých sloučenin nebo se vázaly do stabilních sloučenin nebo fází chemicky inertních a příznivých fyzikálně-mechanickými vlastnostmi i barevným odstínem. Při dalším ohřevu a druhé teplotní prodlevě se ukončí přeměny opálu na cristobalit, odstraní se těkavé složky z kalcinovaného materiálu, ukončí se průběh zmíněných chemicko-mineralogických pochodů a částice rozsivkového materiálu slinou a vytvoří agregáty. Slinutí částic rozsivkového materiálu je dokonalé a agregáty vykazují vysoké fyzikální a mechanické vlastnosti a příznivou morfologii.

Příklad 1.

Zušlechtěná, upravená přírodní sypká křemelinová hmota zrnitosti 95 % pod 0,035 mm a 40 % pod 0,005, obsahující 84,7 % kysličníku křemičitého SiO_2 , 4,9 % kysličníku hlinitého Al_2O_3 , 1,8 % kysličníku železitého FeO_3 a 1,1 % rozpustných látek, přepočteno na vyžíhaný stav, byla kalcinována ve stacionární sili-

224 094

tové peci při nárůstu teploty 5°C za minutu. Při teplotě 700°C byla dodržena dvouhodinová prodleva a při teplotě 1050°C jednohodinová prodleva. Pokles teploty po ukončení záhřevu činil 1°C za minutu. Kysličník hlinitý a kysličník železitý byl vázán ve vsázce do kalcinace na jemně dispergovaný montmorillonit. Kysličník železitý byl nadto vázán i na limonitové povlaky a impregnace. Po kalcinaci byl získán produkt slabě naružovělé barvy, obsahující 85,1 % kysličníku křemičitého, 4,8 % kysličníku hlinitého a 1,6 % kysličníku železitého. Malá část kysličníku železitého a kysličníku hlinitého během kalcinace sublimovala ve formě sloučenin s vysokou tenzí par, zbytek zreagoval s opálem a cristobalitem za vzniku silikátových a alumosilikátových fází slabě růžové barvy, chemicky inertních, takže obsah rozpustných látek v kalcinátu klesl pod 0,1 %. Kalcinát vykazoval dobré mechanické vlastnosti, při mletí se nerozpadal na prach a byl způsobilý pro přípravu filtrační křemeliny s výhodnou morfologií částic zrnitosti 90 % pod 0,06 mm a 10 % pod 0,005 mm. Za mokra měla filtrační křemelina objem $4,2 \text{ l.kg}^{-1}$, průtočnost vody činila $470 \text{ l.min}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$.

Příklad 2.

Zušlechtěná, upravená přírodní sypká křemelinová hmota zrnitosti 90 % pod 0,03 mm a 50 % pod 0,005 mm obsahovala ve vyžíhaném stavu 83,6 % kysličníku křemičitého SiO_2 , 5,3 % kysličníku hlinitého Al_2O_3 , 2,2 % kysličníku železitého Fe_2O_3 a 1,5 % rozpustných látek. Hmota byla smíchána s 10 % chloridu sodného NaCl , vztaženo na hmotnost kalcinační vsázky, o zrnitosti 100 % pod 0,02 mm. Poté byla hmota kalcinována v rotační peci s nárůstem teploty 3°C za minutu. Při teplotě 650°C byla dodržena dvouhodinová prodleva a při teplotě 950°C prodleva hodinu a půl. Kalcinát byl chlazen na vzduchu při gradientu 8°C za minutu a dosahoval 84,2 % kysličníku křemičitého, 4,9 % kysličníku hlinitého, 1,7 % kysličníku železitého a 0,1 % rozpustných látek. Kysličník železitý a kysličník hlinitý, které byly v kal-

cínační vsázce přítomny převážně jako tufit, montmorillonit a limonit, zreagovaly zčásti s chloridem sodným a sublimovaly jako chloridy. Jejich zbytek byl stabilně vázán do silikátových a alumosilikátových, chemicky inertních fází světlé barvy. Získaný kalcinát vykazoval bílou barvu a dobré mechanické vlastnosti. Jeho mletím a tříděním meliva byla získána filtrační křemelina s hodnotou objemu za mokra $3,9 \text{ l.kg}^{-1}$ a s průtočností vody $390 \text{ l.min}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ a plnivová křemelina bělosti 82,5 % vůči kyslíčníku hořečnatému MgO .

Způsob kalcinace sypké křemelinové hmoty podle vynálezu lze realizovat ve stacionárních podmínkách v muflových, silitových, superkantarových pecích i v dynamických podmínkách v rotačních a fluidních pecích, a to jak v normální, tak v inertní nebo redukční atmosféře.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob kalcinace sypké křemelinové hmoty, obsahující s výhodou přídavek kalcinačního činidla, vyznačený tím, že sypká křemelinová hmota se zahřeje na teplotu 450° až 700°C , ponechá se při této teplotě po dobu 30 až 120 minut, načež se zahřeje na teplotu 850° až 1150°C a ponechá se při ní po dobu 60 až 150 minut.