

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 2008-139
(22) Přihlášeno: 07.03.2008
(40) Zveřejněno: 14.10.2009
(Věstník č. 41/2009)
(47) Uděleno: 02.09.2009
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: 14.10.2009
(Věstník č. 41/2009)

(11) Číslo dokumentu:

301 006

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:

C09C 1/36 (2006.01)

C01G 23/053 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:

US 2004095660 A; CZ 2001-2718 A; WO 2005/054135 A.

(73) Majitel patentu:

Ústav anorganické chemie AV ČR, v. v. i., Husinec -
Řež, CZ

(72) Původce:

Černý Zbyněk Ing. CSc., Praha 8, CZ
Štengl Václav Mgr. Ph.D., Husinec-Řež, CZ

(74) Zástupce:

Středisko společných činností AV ČR, v. v. i. Patentové
a licenční služby, Národní 1009/3, Praha 1, 11000

(54) Název vynálezu:

**Způsob výroby fotokatalyticky aktivního
monodisperzního oxidu titaničitého**

(57) Anotace:

Způsob výroby fotokatalyticky aktivního monodisperzního oxidu titaničitého spočívá v tom, že se na hydrolyzát $Ti(OH)_4 \cdots xH_2O$ ve vodné suspenzi působí peroxidem vodíku za vzniku žlutého transparentního gelu a tento gel se ve vodném prostředí následně rozkládá při teplotách v rozmezí 80 až 100 °C na bílý produkt, který se po jeho filtraci a promytí suší při teplotách do 120 °C; takto získaná sušina je tvořena monodisperzními vřetenkovitými částicemi TiO_2 . Vzniklou sušinu je možno žítat při teplotě do 1000 °C v kyslíkové atmosféře pro zvýšení její fotokatalytické aktivity.

CZ 301006 B6

Způsob výroby fotokatalyticky aktivního monodisperzního oxidu titaničitého

Oblast techniky

5 Vynález se týká způsobu výroby monodisperzního fotokatalyticky aktivního oxidu titaničitého.

Dosavadní stav techniky

10 TiO_2 pigmenty mají polovodičový charakter a jejich povrch lze chemicky aktivovat UV zářením. Této aktivace lze využít v procesech obecně zvaných fotokatalýza. Z důvodů své vysoké fotokatalytické aktivity je v současné době považován za standard v oblasti fotokatalýzy TiO_2 pigment s extrémním povrchem, který se vyrábí fluidním spalovacím procesem TiCl_4 .

15 Pro mnoho aplikací je však fotokatalytická účinnost i u tohoto TiO_2 pigmentu tak nízká, že tyto aplikace jsou v současné době prakticky nerealizovatelné. Nejvýznamnějším příkladem tohoto stavu je využití fotokatalytického jevu pro možný rozklad vody za účelem výroby nejčistšího paliva budoucnosti – vodíku. Účinnost rozkladu vody fotokatalýzou pomocí stávajících typů pigmentů TiO_2 v nejrůznějších technických uspořádáních je zatím tak neefektivní, že významnější technologie fotokatalýzy vody prakticky neexistuje. Dalším příkladem je zvyšování účinnosti 20 TiO_2 pigmentů jako aditiv do nátěrových a stavebních hmot, kde vyšší účinnost zvyšuje samočisticí efekt povrchů těchto stavebních materiálů nebo umožňuje v porovnání s dnešními pigmenty jejich nižší dávkování do jejich objemu, čímž se snižují náklady na jejich velkoobjemovou výrobu.

25 Východiskem z této situace je snaha neustále zvyšovat fotokatalytickou účinnost TiO_2 pigmentů jak v samotné oblasti UV záření, tak i v oblasti viditelného světla, popřípadě ještě dále do oblasti fotokatalytické aktivace tepelným zářením.

30 V dokumentu US 2004/095660 je popsán výrobek sestávající ze substrátu potaženého vrstvou fotokatalyticky aktivního pigmentu, který se připravuje nanášením gelu, získaného reakcí hydroxidu titaničitého s peroxidem vodíku, na substrát a následným sušením substrátu s vrstvou gelu.

Podstata vynálezu

35 Předmětem vynálezu je způsob výroby monodisperzního fotokatalyticky aktivního oxidu titaničitého, jehož podstata spočívá v tom, že se produkt reakce hydrolyzátu $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ s peroxidem vodíku, žlutý transparentní gel, rozkládá ve vodném prostředí při teplotách 80 až 100 °C na bílý produkt. Vzniklý bílý produkt z této rozkladné reakce se po jeho filtraci a promytí suší při teplotách do 120 °C a takto získaná sušina je tvořena monodisperzními vřetenkovitými 40 částicemi TiO_2 . Pro zvýšení fotokatalytické aktivity lze sušinu vyžítat v kyslíkové atmosféře do 1000 °C.

Pro přípravu výchozího hydrolyzátu $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ lze s výhodou použít prekurzorů TiOSO_4 , TiOCl nebo TiCl_3 .

45 Příklady provedení vynálezu

Dále je vynález blíže osvětlen na příkladech provedení vynálezu

Příklad 1

50

100 g TiOSO_4 bylo rozpuštěno v 1 litru vody s přídavkem 20 ml koncentrované kyseliny sírové. Roztok byl zneutralizován 1M roztokem amoniaku. Vzniklý hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ve

formě bílé sraženiny byl promyt dekantací na vodivost destilované vody a zfiltrován. Takto zpracovaný hydrolyzát byl suspendován ve 100 ml 30% peroxidu vodíku. Reakcí hydrolyzátu s peroxidem vodíku vznikl žlutý, transparentní gel. Tento gel byl následně zahříván pod refluxem. Při zvýšené teplotě dochází k jeho rozkladu, což se projevuje postupným odbarvením reakční směsi. Vzniklý bílý reakční produkt byl zfiltrován a usušen při teplotě 105 °C. Získaná sušina je tvořena monodisperzními vřetenkovitými částicemi TiO_2 o velikosti 50 nm.

Pro zvýšení fotokatalytické aktivity lze sušinu vyžítat v kyslíkové atmosféře do 1000 °C.

10

Příklad 2

50 ml TiOCl_3 bylo rozpuštěno v 1 litru vody s přidavkem 10 ml koncentrované kyseliny sírové. Roztok byl zneutralizován 1M roztokem amoniaku. Vzniklý hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ve formě bílé sraženiny byl promyt dekantací na vodivost destilované vody a zfiltrován. Takto zpracovaný hydrolyzát byl suspendován ve 100 ml 30% peroxidu vodíku. Reakcí hydrolyzátu s peroxidem vodíku vznikl žlutý transparentní gel. Tento gel byl následně zahříván pod refluxem. Při zvýšené teplotě dochází k jeho rozkladu, což se projevuje postupným odbarvením reakční směsi. Vzniklý bílý reakční produkt byl zfiltrován a usušen při teplotě 105 °C. Získaná sušina je tvořena monodisperzními vřetenkovitými částicemi TiO_2 o velikosti 60 nm.

Pro zvýšení fotokatalytické aktivity lze sušinu vyžítat v kyslíkové atmosféře do 1000 °C.

Příklad 3

25

100 ml TiCl_3 bylo rozpuštěno v 1 litru vody. Roztok byl zneutralizován 1M roztokem amoniaku. Vzniklý hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ve formě bílé sraženiny byl promyt dekantací na vodivost destilované vody a zfiltrován. Takto zpracovaný hydrolyzát byl suspendován ve 100 ml 30% peroxidu vodíku. Reakcí hydrolyzátu s peroxidem vodíku vznikl žlutý transparentní gel. Tento gel byl následně zahříván pod refluxem. Při zvýšené teplotě dochází k jeho rozkladu, což se projevuje postupným odbarvením reakční směsi. Vzniklý bílý reakční produkt byl zfiltrován a usušen při teplotě 105 °C. Získaná sušina je tvořena monodisperzními vřetenkovitými částicemi TiO_2 o velikosti 40 nm. Pro zvýšení fotokatalytické aktivity lze tuto sušinu vyžítat v kyslíkové atmosféře do 1000 °C.

35

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby fotokatalyticky aktivního oxidu titaničitého podle vynálezu lze použít jako vysoce účinný pigment pro výrobu samočisticích nátěrových barev nebo jako náplň klimatizačních jednotek pro čištění vzduchu, případně pro objemové čištění vody, a dále jako součást účinných fotokatalytických vrstev.

45

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby fotokatalyticky aktivního monodisperzního oxidu titaničitého z hydrolyzátu $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, vzniklého hydrolyzou prekurzoru, na který se ve vodné suspenzi působí peroxidem vodíku za vzniku žlutého transparentního gelu, **vyznačující se tím**, že tento gel se ve vodném prostředí následně rozkládá při teplotách od 80 °C do 100 °C na bílý produkt, který se po jeho filtraci a promytí suší při teplotách do 120 °C.

50

2. Způsob výroby podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ se připraví z prekursoru TiOSO_4 .
- 5 3. Způsob výroby podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ se připraví z prekursoru TiOCl .
4. Způsob výroby podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že hydrolyzát $\text{Ti}(\text{OH})_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ se připraví z prekursoru TiCl_3 .
- 10 5. Způsob výroby podle nároků 2 nebo 3 nebo 4, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že vzniklá sušina se následně žihá při teplotě do 1000°C na vzduchu nebo v kyslíkové atmosféře.

15

Konec dokumentu
