



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

214 450

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20 02 81
(21) PV 1232-81

(51) Int. Cl.³ C 01 F 7/56

(40) Zveřejněno 15 09 81
(45) Vydáno 01 07 84

(75)

Autor vynálezu

HAVLÍČEK JAN ing., NEŠTĚMICE

(54)

Způsob výroby roztoků chloridů - hydroxidů hlinitých

Účelem vynálezu bylo nalézt jednoduchý způsob výroby roztoků chloridů - hydroxidů hlinitých se zaručenou konstantní kvalitou produktu. Tohoto cíle se dosáhne tak, že do roztoku kyseliny chlorovodíkové nebo roztoku chloridu hlinitého se postupně za míchání přidá vodní disperze hliníku. Reakce se provádí nejlépe při bodu varu reakční směsi.

Vynález se týká způsobu výroby roztoků chloridů - hydroxidů hlinitých.

Tyto roztoky se připravují zhruba čtyřmi odlišnými postupy. Je to rozpouštění, hydroxidu hlinitého v podstechiometrickém množství kyseliny chlorovodíkové, částečná neutralizace chloridu hlinitého pomocí amoniaku, sodného louhu, močoviny apod., elektrolytické postupy a rozpouštění kovového hliníku v podstechiometrickém množství kyseliny chlorovodíkové. Posledně jmenovaný postup je technologicky nejjednodušší. Například podle patentu USA č. 3 891 745 se připravuje roztok $\text{Al}_2(\text{OH})_{6-n}\text{Cl}_n$, kde $n = 1 - 5$, průchodem 5 až 15%ního vodného roztoku kyseliny chlorovodíkové pevným ložem hliníkových částic hustoty 0,3 - 0,8 kg/l. Střední doba zadržky kapaliny v loži je 2 - 8 hodin. Spodní část se ohřívá na teplotu 70 - 95 °C; vrchní je vzhledem k exotermní reakci opatřena zpětným kondenzátorem, který umožňuje odvádění uvolněného vodíku. Hodnota pH odebíraného produktu je 3 - 4. Podle USA pat. č. 3 523 130 se do reakční nádoby předloží roztok chloridu hlinitého a přidává se práškový hliník takovou rychlostí, aby se teplota udržela na 85 °C. Reakční doba je okolo 6 hodin.

Nevýhodou postupů podle výše zmíněných amerických patentů je obtížná regulace reakce v loži hliníkových granulí, kde je nutno v jedné části chladit a v druhé ohřívát, resp. dávkování hliníkového prášku v suchém stavu, přičemž je nutno zabránit pronikání vodní páry do poměrně složitého dávkovacího zařízení.

Uvedené nevýhody nemá způsob výroby roztoků chloridů - hydroxidů hlinitých reakcí roztoku chloridu hlinitého nebo kyseliny chlorovodíkové s hliníkem podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že do roztoku kyseliny chlorovodíkové nebo roztoku chloridu hlinitého se postupně za míchání přidá vodní disperze hliníku, přičemž reakce se provádí při teplotě 90 °C až teplotě varu reakční směsi.

Výhodou způsobu vynálezu je, že je snadno proveditelný bez vysokých nároků na aparaturní vybavení. Kvalita produktu vyrobeného způsobem podle vynálezu je konstantní a vyšší než resultuje ze známých postupů.

Použití roztoku kyseliny chlorovodíkové je výhodnější cenově a méně výhodné v tom, že při rozpouštění prvých podílů hliníku je reakce bouřlivá (silně exotermní). Při použití chloridu hlinitého je nutno počítat s vyšší cenou a nepříjemnou manipulací při rozpouštění.

Pro přípravu vodné disperze je vhodný hliníkový prášek, případně jemné krupice hliníku. Vhodná velikost zrna krupice je 0,1 - 0,8 mm. Disperzi krupice je vhodné připravovat těsně před vlastní reakcí ale může být připravena i dříve. Stárí disperze hliníku ve vodě by však nemělo překročit 24 hodin, protože dochází k částečné hydrataci hliníku. Disperzi je nutno míchat, aby nedocházelo k usazování hrubších podílů.

Stechiometrický poměr reakčních složek závisí na požadovaném složení produktu $\text{Al}_2(\text{OH})_2\text{Cl}_4$ až $\text{Al}_2(\text{OH})_5\text{Cl}$, tj. molární poměr $\text{Al} : \text{Cl} = 1 : 2$ až $2 : 1$.

Reakce probíhá po dobu 2 až 12 hodin, nejlépe 6 až 8 hodin. Reakční doba závisí na velikosti zrna hliníku a stárí vodné disperze. Reakce se provádí při teplotě 90 °C až teplotě varu, nejlépe však při bodu varu reakční směsi, čímž se zaručí konstantní vysoká kvalita produktu.

Způsob podle vynálezu lze realizovat v jednoduché reakční nádobě opatřené ohřevem, mícháním a zpětným chladičem. Vodní disperzi hliníku je možno dávkovat volným nátokem z výše položeného míchaného zásobníku. Protože při reakci dochází vlivem uvolňovaného vodíku k pění, je vhodné počítat s rezervou volného objemu pro případ nadměrného pění. Reakci rozpouštění hliníku lze provádět tak, že uvolněný vodík se přes zpětný chladič odvádí do atmosféry, zkondenzovaná voda se vrací do reakční nádoby a žádanou koncentraci produktu se upraví nakonec odpařením přebytečné vody. S výhodou lze reakci provádět za konstantního objemu, tzn., že voda nadávkováná s disperzí hliníku se odpařuje průběžně.

Roztoky připravené dle vynálezu je možno použít jako pojivo v keramickém průmyslu, kosmetickém průmyslu jako antiperspirátor, jako surovinu pro výrobu speciálních solí SiO_2 , pro úpravu vody apod.

Příklad 1

Do skleněné reakční nádoby bylo předloženo 182 g kyseliny chlorovodíkové (36 % hmotnosti HCl) a 428 g destilované vody. Roztok byl předehřát na 70°C a za míchání bylo dávkováno 97 g Al krupice ve formě vodné disperze ($\text{H}_2\text{O} : \text{Al} = 5$) po dobu 2,5 h. Reakční směs byla udržována v mírném varu. Po nadávkování veškeré disperze Al byla míchána reakční směs ještě 3,5 h. Produkt obsahoval 44 % hmotnosti chloridu - hydroxidu hlinitého s molárním poměrem $\text{Al} : \text{Cl} = 1,98$.

Příklad 2

Do roztoku 89 g AlCl_3 v 610 g H_2O bylo předáno 85 g Al krupice během 6 h. Teplota reakční směsi se udržovala na $90 - 95^\circ\text{C}$. Reakční nádoba byla opatřena zpětným chladičem - kondenzátorem. Produkt obsahoval 43 % hmotnosti chloridu - hydroxidu hlinitého s molárním poměrem $\text{Al} : \text{Cl} = 1,92$.

Příklad 3

Do reakční nádoby objemu $0,05 \text{ m}^3$, opatřené zpětným chladičem s možností odpouštění kondenzátu mimo reakční nádobu, topným hadem na ohřev parou a míchadlem, bylo předloženo 4900,0 g kyseliny chlorovodíkové (36 % hmotnosti HCl) a 11500,0 g destilované vody. Za míchání bylo přidáno během 12 h 2615 g Al krupice ve formě vodné disperze s poměrem $\text{H}_2\text{O} : \text{Al} = 3,8$. Reagující směs byla udržována neustále v mírném varu. Produkt obsahoval 45 % hmotnosti chloridu - hydroxidu hlinitého s molárním poměrem $\text{Al} : \text{Cl} = 1,88$.

P R Ě D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby roztoků chloridů - hydroxidů hlinitých reakcí roztoku chloridu hlinitého nebo kyseliny chlorovodíkové s hliníkem vyznačený tím, že do roztoku kyseliny chlorovodíkové nebo roztoku chloridu hlinitého se postupně za míchání přidává vodní disperze hliníku, přičemž reakce se provádí při teplotě 90°C až bod varu reakční směsi.