

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2004-732

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. :
C 04 B 35/185

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **16.06.2004**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.10.2005**
(Věstník č. 10/2005)

(71) Přihlašovatel:

Ústav anorganické chemie AV ČR, Řež u Prahy, CZ

(72) Původce:

Černý Zbyněk Ing. CSc., Praha, CZ

Čázenský Bohuslav Ing. CSc., Praha, CZ

Hanykýř Vladimír Doc. Ing. DrSc., Řevnice, CZ

Macháček Jiří Ing. CSc., Kralupy nad Vltavou, CZ

(74) Zástupce:

Patentové a licenční služby SSČ AV ČR, tř. Politických
vězňů 7, Praha, 11121

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby amorfního mullitového
prekurzoru**

(57) Anotace:

Předmětem řešení je způsob výroby amorfního mullitového
prekurzoru z odpadního síranu hlinitoamonného a oxidu
křemičitého při teplotách 30 až 100 °C, spočívající v tom, že
se na alkalické roztoky hydratovaného oxidu křemičitého a
hydroxidu amonného současně působí síranem
hlinitoamonným v molárních poměrech (0,8 až 1,2) Si : 3 Al :
(7 až 12) NH₄.

CZ 2004 - 732 A3

-1-
T184

18.03.01
PV 2004-732

Způsob výroby amorfního mullitového prekurzoru

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby amorfního mullitového prekurzoru z odpadního síranu hlinitoamonného a ^{oxidu} ~~kyslíčnicku~~ křemičitého.

Dosavadní stav techniky

Mullit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) je žádoucí složkou keramických hmot, porcelánu, šamotu a kameniny, a vytváří se v nich v podobě jehličkovitých krystalů z vhodné keramické suroviny v průběhu vypalovacího procesu.

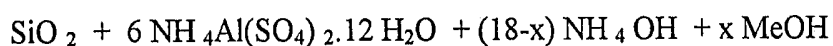
Materiály obsahující mullit mají ve srovnání s normálními keramickými materiály získanými z kaolinu řadu žádaných vlastností, jako jsou vysoký dielektrický odpor, vysokou pevnost, tvrdost, chemickou odolnost vůči kyselinám i zásadám a odolnost proti změně teploty.

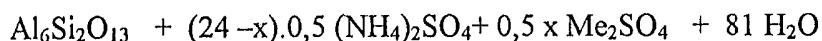
Proto jsou v keramickém průmyslu vyhledávány suroviny obsahující mullit a nebo využívány cesty k jejich získání z přírodních materiálů jako jsou kalcinace kaolinitu, které však nevedou k přípravě čistému mullitu a jsou technicky a energeticky náročné. Jako příklady lze uvést ^{patentové spisy} ~~US pat. 3615778~~ ^{US} 4960738 a CZ ~~pat.~~ 293 367.

Podstata vynálezu

Způsob výroby amorfního mullitového prekurzoru z odpadního síranu hlinitoamonného a ^{oxidu} ~~kyslíčnicku~~ křemičitého, spočívá podle vynálezu v tom, že amorfní mullitový prekuzor se připravuje současným srážením alkalických roztoků hydratovaného ^{oxidu} ~~kyslíčnicku~~ křemičitého, hydroxidu amonného a síranu hlinitoamonného v molárních poměrech $(0,8, 1, 2) \text{Si} : 3 \text{Al} : (7, 12) \text{NH}_4$ při teplotách 30 až 100 °C.

Způsob tvorby mullitového prekurzoru podle vynálezu lze vyjádřit následující rovnici:





kde ~~Me = Na, K~~ ; ~~x = 0 až 4~~ .

Amorfni mullitové prekurzory získané koprecipitací příslušných mullitových složek mají strukturu charakteristickou pro nanomateriály.

Jako zdroj oxidu křemičitého se používají vodné gely kyseliny křemičité nebo jejich solí, jako jsou vodní skla sodná nebo draselná.

Pro výrobu mullitového prekurzoru lze podle vynálezu zpracovat *odpadní* síran hlinitoamonný (odpadní), který pochází z hydrochemické těžby uranových rud pomocí kyseliny sírové, a který představuje vážné ekologické nebezpečí v České republice.

Způsobem podle vynálezu se připravují vysoce amorfni mullitové prekurzory na úrovni nanočástic. Tato homogenita amorfniho charakteru materiálu a vysoká čistota umožňuje získat z těchto prekurzorů mullitové koncentráty s vysokým obsahem mullitu již při teplotách do 1 400 °C.

Příklady provedení vynálezu

Dále je vynález blíže osvětlen na příkladech provedení vynálezu.

Příklad 1

Do 1500 ml Erlenmeyrovky baňky opatřené magnetickým míchadlem, zpětným vodním chladičem a dávkovacím zařízením bylo předloženo 50g vodního sodného skla s obsahem 13,5 g SiO_2 a 4 g Na_2O (225 mmol Si, 129 mmol Na – koloidní roztok hydratovaného ~~kyslíkem~~ ^{oxidu} křemičitého s poměrem $\text{SiO}_2 / \text{Na}_2\text{O}$ 3,5), 400 g vody a 300 g 24% ~~amoniaku~~ ^{amoniaku} NH_4OH (2118 mmol). Reakční směs byla zahřívána na teplotu 40 °C a za míchání bylo za 5 hod. přidáno po cca 1 g celkem 300 g síranu hlinitoamonného (662 mmol Al). Po nadávkování byla reakční směs ještě 1 hod. míchána a pak byl produkt zfiltrován a promyt do ztráty síranů (negativní reakce filtrátu s choridem barnatým). Poté byl produkt sušen při 100 °C ⁴⁰ do konstantní váhy. Bylo získáno 71 g mullitového prekurzoru s obsahem do 0,5 % hmot. zbytkových síranů a s plochou na 500 m²/g. Zahřátím na 1300 °C došlo ke ztrátě 33,3 % hmot. a bylo získáno 47,3 g čistého ^{el} mullitového koncentrátu, což představuje 98,7 % teoretického množství. Obsah mullitové fáze v koncentrátu po zahřátí na teplotu 1400 °C na dobu 10 min. byl ^{lim} min. 90 %; zbytek tvořil korund, Crystobalit a amorfni SiO_2 .

Příklad 2

Do baňky jako v příkladu 1 bylo předloženo 14 g koloidního roztoku hydratovaného ~~kyslíkem~~ ^{Oxid} křemičitého s obsahem 40 % hmot. ^w SiO_2 a 0,3 % hmot. ^w Na_2O ~~(93)~~ (93 mmol Si a 1,5 mmol Na), 50 g vody a 128 g 24% ^{mno} NH_4OH (903 mmol). Reakční směs byla zahřívána na teplotu 50 °C a za míchání k ní byla během 30 min. přidána suspence 114 g síranu hlinitoamonného v 800 g vody (251 mmol Al). Po nadávkování byla reakční směs ještě 1 hod. míchána a pak byl produkt odfiltrován a promyt do ztráty síranů (negativní reakce filtrátu s chloridem barnatým). Poté byl produkt sušen v sušárně při 100 °C do konstantní váhy. Bylo získáno 26,5 g mulitového prekursoru s obsahem do 0,5 % hmot. ^w zbytkových síranů. Zahřátím na 1300 °C bylo získáno 18,6 g čistého mulitového koncentrátu, což představuje 93,6 % teoretického množství. Obsah mulitové fáze v koncentrátu po zahřátí na teplotu 1400 °C na dobu 10 min. byl ^{min} 90 %, zbytek tvoří korund, crystobalit a amorfní SiO_2 .

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby podle vynálezu lze použít pro zpracování odpadního síranu hlinitoamonného k získání velmi čistého mullitu a speciálních mullitových materiálů.

T182-4 -

PV 2004-432

PATENTOVÉ NÁROKY

X. Způsob výroby amorfního mullitového prekursoru z odpadního síranu hlinitoamonného a ^{oxidu} ~~kyslíčnatého~~ křemičitého při teplotách 30 až 100 °C, vyznač^{uje se} tím, že se na alkalické roztoky hydratovaného ^{oxidu} ~~kyslíčnatého~~ křemičitého a hydroxidu amonného současně působí síranem hlinitoamonným v molárních poměrech $(0,8 \text{ až } 1,2) \text{ Si} : 3 \text{ Al} : (7 \text{ až } 12) \text{ NH}_4$.