



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

219502
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 F 7/46

(22) Přihlášeno 14 10 81
(21) (PV 7510-81)

(40) Zveřejněno 30 07 82

(45) Vydáno 15 08 85

(75)

Autor vynálezu

RYTÍŘ ZDENĚK RNDr., KLOFCOVÁ MILUŠE, SMÍŠEK VÁCLAV,
UHLÍŘ MIROSLAV ing., ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob přípravy čistého oxidu hlinitého chlorací kovových nečistot

1

2

Cílem vynálezu bylo připravit oxid hlinitý, který by splňoval požadavky kladené na jeho čistotu pro speciální aplikace i z méně kvalitních surovin. Tohoto cíle bylo dosaženo způsobem přípravy oxidu hlinitého podle vynálezu chlorací kovových nečistot chlorem, který se při reakci uvolňuje z organického chlorderivátu, jež se zároveň rozkládá na plynné produkty.

Vynález se týká přípravy oxidu hlinitého vysoké chemické čistoty, který je důležitou surovinou zejména pro syntézu monokrystalů korundu a jeho odrůd, pro přípravu keramiky na bázi oxidu hlinitého technologií slinování. Pro přípravu katalytického oxidu hlinitého, jakož i pro přípravu substrátů na bázi oxidu hlinitého pro mikroelektroniku.

Výchozí surovinou k výrobě oxidu hlinitého pro výše uvedené účely jsou sloučeniny hliníku, převážně kyslíkaté, zejména pak dodekahydrát síranu hlinitoamonného (dále pouze kamenec) nebo hydroxid hlinitý připravený z hlinitých solí. Tyto sloučeniny se tepelně rozkládají (dále pouze kalcinují) při teplotách 500 až 1300 °C, za vzniku oxidu hlinitého a plynných produktů. Chemická čistota oxidu hlinitého je přitom dána zcela čistotou výchozích sloučenin hliníku.

Požadavky na chemickou čistotu oxidu hlinitého pro výše uvedené účely jsou vysoké, rozvojem keramiky na bázi oxidu hlinitého, s rozvojem jeho technických, speciálních i exkluzivních aplikací stoupají nároky na minimalizaci obsahu některých kovových nečistot. Dodatečné snížení obsahu kovových nečistot je částečně možné pouze u monokrystalických materiálů, například zahříváním monokrystalů ve vodíkové atmosféře na vysoké teploty. Dále je možno snižovat obsah některých kovových nečistot oxidu hlinitého jejich převedením na těkavé chloridy. Tento proces se provádí v atmosféře plynného chloru při teplotě do 1000 stupňů Celsia a vyšší, kdy chloraci podléhají oxidy kovů, vyjma alkalických, hořčíku, bóru hliníku a křemíku. Tento proces čištění je nevýhodný, neboť se používá vysokých koncentrací toxického chlóru a proces se vyznačuje vysokou technologickou, energetickou a materiálovou náročností.

Uvedené nedostatky způsobu přípravy čistého oxidu hlinitého odstraňuje postup podle vynálezu tím, že se směs suroviny pro výrobu oxidu hlinitého nebo znečištěného oxidu hlinitého a organického chlorderivátu, uvolňujícího při zahřátí minimálně na 300 stupňů Celsia chlor a rozkládajícího se výhradně na plynné produkty, v molárním poměru hliníku ku chloru 1:0,001 až 0,1, zahřívá alespoň 30 minut na teplotu 500 až 1300 °C.

Výhoda způsobu podle vynálezu spočívá v tom, že oxosloučenina hliníku při svém tepelném rozkladu nebo oxid hlinitý při dalším zahřívání jsou vystaveny za teploty 500 až 1300 °C působení nascentního a plynného chloru, který se uvolňuje při tepelném

rozkladu organických sloučenin. Chlor reaguje s kovovými nečistotami ve formě oxidů na těkavé chloridy.

Chloraci za těchto podmínek podléhají zejména oxidy Fe, Cr, Pb, Ga, Ti, Ca a další zejména barevné kovy. Pro některé aplikace lze do oxidu hlinitého vnášet příměsi sloučenin kovů, například Mg, Si, B, Mn a alkalické kovy, které chloraci nepodléhají. Výhoda tohoto způsobu spočívá dále kromě nižší energetické a technologické náročnosti také v tom, že proces čištění lze provést při tepelném rozkladu výchozí suroviny, takže lze získat přímo čistý oxid hlinitý.

Příklad 1

Kamenec, obsahující 0,0074 % hmotnosti Fe, 0,0002 % hmotnosti Mn, 0,0029 % hmotnosti Cr, 0,0015 % hmotnosti Mg a 0,0030 procenta hmotnosti Ni, byl zkalcinován a vzniklý oxid hlinitý byl 1 hodinu zahříván při teplotě 1050 °C s 0,5 % hmotnosti technického hexachlorbenzenu. Obsah Fe klesl o 60 %, obsah Cr a Ni o 30 %, obsah Mn a Mg zůstal nezměněn.

Příklad 2

Kamenec podle příkladu 1 byl kalcinován s 3 % hmotnosti hexachlorbenzenu po dobu 1 hodiny při teplotě 1000 °C. Monokrystal korundu z takto připraveného oxidu hlinitého měl o 50 % nižší intenzitu zabarvení způsobenou přítomnými kovovými příměsami než monokrystal připravený z oxidu hlinitého získaného kalcinací kamence podle příkladu 1 bez příměsi organické sloučeniny s obsahem chloru.

Příklad 3

Oxid hlinitý s obsahem 0,03 % hmotnosti Fe a 0,15 % hmotnosti Mg byl zahříván při teplotě 1250 °C po dobu 3 hodin s 5 % hmotnosti směsi hexachlorbenzenu a hexachlorbutadienu v poměru 1:1. Obsah Fe klesl na 0,003 %, obsah Mg zůstal nezměněn.

Příklad 4

Oxalát hlinitý o celkovém obsahu kovových nečistot 0,05 % tvořených převážně Fe, Zn, Na, K byl zkalcinován při teplotě 600 °C za přítomnosti 9 % hexachlorethanu. Celkový obsah nečistot byl o 55 % nižší než u vzorku kalcinovaného bez přítomnosti organického chlorderivátu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy čistého oxidu hlinitého chlorací kovových nečistot vyznačený tím, že se směs suroviny pro výrobu oxidu hlinitého nebo znečištěného oxidu hlinitého a organického chlorderivátu, uvolňujícího při

zahřátí nad 300 °C chlór a rozkládajícího se výhradně na plynné produkty, v molárním poměru hliníku ku chlóru 1 : 0,001 až 0,1, zahřívá alespoň 30 minut na teplotu 500 až 1300 °C.