



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

220144
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 F 7/30

(22) Přihlášeno 30 10 81
(21) (PV 7977-81)

(40) Zveřejněno 27 08 82

(45) Vydáno 15 10 85

(75)

Autor vynálezu

RYTÍŘ ZDENĚK RNDr., KLOFCOVÁ MILUŠE, KÁLA KAREL, SMÍŠEK
VÁCLAV, ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob přípravy alfa modifikace oxidu hlinitého z nízkoteplotních
modifikací oxidu hlinitého

1

2

Cílem vynálezu bylo připravit prášek alfa modifikace oxidu hlinitého předem určených fyzikálních vlastností. Toho bylo dosaženo postupem podle vynálezu tím, že kalcinace nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého probíhá za přítomnosti fluoridů a/nebo organických fluorderivátů.

Vynález se týká přípravy práškové vysokoteplotní alfa modifikace oxidu hlinitého, která se používá pro výrobu keramiky na bázi oxidu hlinitého (dále pouze korundová keramika).

K přípravě α -modifikace oxidu hlinitého pro uvedené účely se v současné době používají nízkoteplotní modifikace oxidu hlinitého, zejména gama-modifikace oxidu hlinitého, které se zahřívají (dále pouze přezíhávají) spolu se slinovacími přísadami, zejména sloučeninami hořčíku na teplotu vyšší než 150 °C, což je teplota polymorfni přeměny na alfa- Al_2O_3 , po dobu několika hodin.

Fyzikální vlastnosti takto připravené alfa-modifikace oxidu hlinitého, jako je velikost specifického povrchu, polydisperzita, zrnitost, soudržnost nebo přilnavost je přitom dána zejména dobou a teplotou přezíhávání nízkoteplotních forem oxidu hlinitého, přičemž regulace těchto vlastností je záležitostí ryze empirickou.

Nevýhodou tohoto postupu je, že příprava alfa-modifikace oxidu hlinitého s předem definovanou hodnotou specifického povrchu nebo zrnitosti je velmi obtížná. Získání práškového alfa- Al_2O_3 s extrémně nízkou velikostí specifického povrchu je za těchto podmínek energeticky a časově nesmírně náročná nebo zcela nemožná.

Uvedené nedostatky řeší způsob přípravy alfa-modifikace oxidu hlinitého z nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého jejich zahříváním na teplotu 900 až 1400 °C podle vy-

nálezu tím, že zahřívání nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého probíhá za přítomnosti anorganických fluoridů nebo organických fluorderivátů anebo anorganických fluoridů a organických fluorderivátů, v množství obsahujícím 0,05 až 5 % hmotnosti fluoru, vztaženého na Al_2O_3 .

Výhodou postupu podle vynálezu je nižší energetická a časová náročnost, lepší možnost regulace fyzikálních vlastností alfa-modifikace oxidu hlinitého a dosažitelnost práškového alfa-oxidu hlinitého s extrémně nízké velikosti specifického povrchu v závislosti na množství fluoru přítomného při přezíhávání nízkoteplotních forem oxidu hlinitého, neboť množství a druh sloučenin fluoru při dané teplotě a době přezíhávání přímo určuje fyzikální vlastnosti vznikajícího alfa oxidu hlinitého. Teplota polymorfni přeměny se při způsobu podle vynálezu snižuje až o 200 °C a doba potřebná k docílení alfa modifikace oxidu hlinitého se zkracuje oproti dosavadnímu způsobu přípravy až o 75 %.

Příklad 1

Nízkoteplotní γ - Al_2O_3 s přísadou 0,25 % hmotnosti byl přezíháván za přítomnosti 1 proc. NH_4HF_2 , vztaženo na Al_2O_3 , při různé teplotě po různě dlouhou dobu. Docílené hodnoty specifického povrchu alfa- Al_2O_3 , případně se stopami nepřeměněného γ - Al_2O_3 za nižších časů, jsou uvedeny v tabulce 1.

TABULKA 1

Specifický povrch alfa- Al_2O_3 ($\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$)

Teplota (°C)			Doba (h)			
	0,25	0,5	1	2	4	8
1000	—	—	38,6	16,0	—	2,3
1200	40,0	30,8	15,2	6,1	1,7	1,5
1250	40,2	—	—	4,5	1,5	—
1320	31,3	—	10,7	—	—	0,8

Příklad 2

Směs nízkoteplotních forem Al_2O_3 s obsahem 30 až 40 % hmotnosti γ - Al_2O_3 , 30 až 40 % hmotnosti η - Al_2O_3 a 20 až 40 % hmotnosti ρ - Al_2O_3 s přísadou oxidů MgO , Y_2O_3 a Al_2O_3 v celkovém množství 0,4 % hmotnosti byla přezíhávána za přítomnosti 1 % hmotnosti AlF_3 , vztaženo na Al_2O_3 , při teplotě 1200 °C po různě dlouhou dobu. Docílená střední velikost zrna vzniklého alfa- Al_2O_3 α d_{50%} v mikrometrech je uvedena v tabulce 2.

TABULKA 2

Střední velikost zrna d_{50%} alfa Al_2O_3

Doba (min)	d _{50%} (μm)
15	9
25	11
35	12
45	13
55	14,5
240	16,5

Příklad 3

Nízkoteplotní γ - Al_2O_3 byl po dobu jedné až dvou hodin zahříván při teplotě 1050°C s těmito sloučeninami a jejich směsí (procenta hmotnosti vztažená na Al_2O_3):

- a) 0,5 % AlF_3 + 0,5 % NH_4HF_2
- b) 3,0 % BaF_2 + 0,5 % $\text{C}_6\text{H}_5\text{F}$

- c) 2 % K_2TiF_6
- d) 10 % CFH_2COOK

Ve všech případech a) až d) byl získán alfa- Al_2O_3 , případně se stopami γ - Al_2O_3 , o střední velikosti zrna d^{50%} v rozmezí 7,7 až $13,2\ \mu\text{m}$ a o velikosti specifického povrchu v rozmezí 81 až $18\ \text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob přípravy alfa-modifikace oxidu hlinitého z nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého jejich zahříváním na teplotu 900 až 1400°C , vyznačený tím, že zahřívání nízkoteplotních modifikací oxidu hlinitého pro-

bíhá za přítomnosti anorganických fluoridů a/nebo organických fluorderivátů v množství obsahujícím $0,05$ až 5% hmotnosti fluoru, vztaženo na Al_2O_3 .