



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

199 882
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 20 06 77

(21) PV 4034-77

(51) Int. Cl.³ C 01 B 33/20,
B 01 J 2/00

(40) Zverejnené 30 11 79

(45) Vydané 30 08 82

(75)

Autor vynálezu NOVÁK IVAN ing. CSc., ČÍČEL BLAHOŠLAV ing. CSc., BRATISLAVA a
LAZÁR RUDOLF ing. CSc., BANSKÁ BYSTRICA

(54) Spôsob výroby stabilizovaného vysokonapučiavého natrifikovaného bentonitu

1

Predmetom vynálezu je spôsob výroby stabilizovaného vysokonapučiavého natrifikovaného bentonitu, ktorý umožňuje, že takto pripravený bentonit si zachováva vysokú napučiavosť aj v priebehu dlhého skladovania.

Bentonit, ktorého zložkou je minerál montmorillonit, sa vyznačuje okrem iných vlastností napučiavosťou pri styku s vodou. Táto vlastnosť je veľmi žiadaná pri jeho používaní pre špeciálne účely, napr. v potravinárstve, farmaceutike, veterinárstve a pod.

Pre zvýšenie napučiavosti sa bentonit obyčajne upravuje, natrifikuje prídavkom určitého množstva Na_2CO_3 . Takto upravený bentonit má po zomletí hodnoty napučiavosti v rozmedzí 20 až 30 ml/2g, stanovené podľa ČSL - 3.

Je známa výroba vysokonapučiavého natrifikovaného bentonitu s hodnotou napučiavania nad 35 ml/2g, pri ktorej sa bentonit najskôr pomelie kotúčovými mlynmi, napr. typu Lösche a dodatočne sa podrobí ďalšej dezintegrácii na vibračnom mlyne. Iný postup vychádza z natrifikovaného bentonitu, ktorý sa suší v aerofontánových sušiarňach s odlučovaním klastických častíc a melie sa na vibračných mlynch.

Nevýhodou takto vyrábaných vysoko napučiavých bentonitov je to, že vyrobený bentonit si vysokú napučiavosť neuchováva, ale ju postupne stráca. Najväčší pokles napučiavosti je za 24 hod. po vibračnom mletí a po približne 14 dňoch od mletia sa napučiavosť približuje hodnote bežne vyrábaných druhov.

Tieto nedostatky odstraňuje spôsob výroby stabilizovaného vysokonapučiavého natrifikovaného bentonitu podľa predkladaného vynálezu, ktorý umožňuje pripraviť materiál s napučivosťou až nad 60 ml/2g, pričom si túto vlastnosť uchováva neobmedzene dlho. Natrifikovaný bentonit s vlhkosťou 4 až 20 % hmotn., s výhodou 6 až 12 % hmotn. vody sa melie vo vibračnom mlyne pri teplotách -60°C až $+80^{\circ}\text{C}$, s výhodou od 10°C do 40°C . Pomletý bentonit sa ihneď po ukončení mletia zbavuje vlhkosti. Výhodné je sušenie vo vákuovej sušiarňi pri tlaku 0 až 100 Pa alebo sušenie prúdom suchého vzduchu, pri teplotách od 0°C do $+60^{\circ}\text{C}$. Rovnakých výsledkov sa dosiahne tým, že na vibračnom mlyne pomletý bentonit sa zbaví vlhkosti v lyofilizátore pri teplotách od -70°C do 0°C . Obsah vlhkosti v materiáli musí klesnúť pod 1 % hmotn. vody. Týmto sa vysoká napučivosť stabilizuje a bentonit ju nestráca ani po dlhšom skladovaní, pokiaľ sa jeho vlhkosť nezvýši.

Ďalej uvedené príklady bližšie ozrejmujú vykonávanie postupu v zmysle tohto vynálezu.

Príklad 1

100 kg surového bentonitu (lokalita Jelšový potok) s vlhkosťou 22 % hmotn. sa homogenizuje so 4 kg Na_2CO_3 v miesidle. Týmto spôsobom natrifikovaný bentonit sa nechá uležať cca 200 hod., načo sa suší pri teplote 120°C a podrví na veľkosť pod 3 mm. Výstupná vlhkosť je 10 % hmotn. vody.

Príklad 2

50 g bentonitu, natrifikovaného podľa príkladu 1, sa ponechá 5 minút mlieť vo vibračnom laboratórnom mlyne. Takto mletý bentonit, ktorého vlhkosť bola 9,4 % hmotn. sa uchovával v uzavretej nádobe a po určitých časových intervaloch sa odoberala vzorka pre stanovenie napučivosti. Stanovenie napučivosti sa robilo podľa Čs. liekopisu - 3. Výsledky sú v tabuľke 1.

Príklad 3

50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa 5 minút mlelo vo vibračnom laboratórnom mlyne pri teplote 22°C , načo sa hneď po zomletí bentonit uložil do exikátora nad P_2O_5 a po odčerpaní vzduchu na vákuum približne 2 Pa sa ponechal bentonit v exikátore 24 hodín pri teplote 25°C . Výsledná vlhkosť bola 0,76 % hmotn. Po zrušení vákua sa ponechal bentonit v exikátore nad P_2O_5 a po určitých časových intervaloch sa stanovila napučivosť. Výsledky sú v tabuľke 1.

Príklad 4

50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa

a/ ponechalo nad nasýtenými vodnými parami po dobu 3 dní (výsledná vlhkosť 16,3 %), načo sa 5 minút drvilo v laboratórnom vibračnom mlyne a po zomletí sa bentonit vysušil v exikátore nad P_2O_5 za vákua približne 2 Pa ako v príklade 3. Výsledky merania napučivosti po určitých časových intervaloch sú uvedené v tabuľke 1.

b/ sušilo sa nad P_2O_5 v exikátore 3 dni (vlhkosť 1,36 %), načo sa podrvilo 5 minút v laboratórnom vibračnom mlyne a po zomletí sa bentonit vysušil ďalej v exikátore nad kyslič-

níkom fosforečným za vákua približne 2 Pa ako v príklade 3. Výsledky merania napučivosti sú uvedené v tabuľke 1.

Príklad 5

Vždy 50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa 5 minút mlelo v laboratórnom vibračnom mlyne tak, že mlecie zariadenie mlyna, s ktorým sa bentonit dostával do styku, sa udržiavalo v priebehu mletia na teplotách: -60 °C; 5 °C; 15 °C; 25 °C; 35 °C; 50 °C; 75 °C; výsledky napučivosti po mletí pri rôznych teplotách sú v tabuľke 2.

Príklad 6

50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa 5 minút melie v laboratórnom vibračnom mlyne, načo sa vysuší za vákua približne 10 Pa nad P_2O_5 v exikátore, ktorý sa udržiava vždy pri teplotách: -70 °C; 18 °C; 10 °C; 25 °C; 40 °C; 60 °C po dobu 24 hodín. Výsledky napučivosti pre tieto teploty sušenia sú v tabuľke 3.

Príklad 7

Mletý bentonit, pripravený podľa príkladu 3 sa po 21 dňoch uloženia v bezvodom prostredí vystavil pôsobeniu vzdušnej vlhkosti (pri relatívnej vlhkosti ovzdušia 0,54 a teplote 24 °C). Zmeny napučivosti sú v tabuľke 4.

Príklad 8

50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa mlelo 5 minút v laboratórnom vibračnom mlyne, načo sa materiál vložil do fluidizačnej laboratórnej sušiarne, do ktorej sa vháňal vysušený vzduch so vstupnou relatívnou vlhkosťou 0,02 pri teplote $43 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$, po dobu 3 hod. Takto vysušený materiál, ktorého vlhkosť bola 1,12 % hmotn. vody, sa uložil v hermeticky uzatvorenej nádobe po dobu 180 dní. Napučivosť stanovená hneď po vysušení bola 63,2 ml/2g bentonitu a po 180 dňoch uloženia bola 58,8 ml/2g bentonitu.

Príklad 9

50 g natrifikovaného bentonitu podľa príkladu 1 sa mlelo 5 minút v laboratórnom vibračnom mlyne, načo sa materiál vložil do laboratórneho lyofilizátora, s počiatočnou teplotou -50 °C a postupným vzrastom teploty behom sušenia na 37 °C. Sušenie trvalo 24 hod. Obsah vody vo vysušenom materiáli bol 0,27 % hmotn. a napučivosť robila 65 ml/2g bentonitu.

Materiály s vysokou napučivosťou možno využiť pre špeciálne účely vo farmácii a kozmetike (príprava vysokokonzistentných masťových základov a pást) a vo všetkých oblastiach doterajšieho využitia bentonitu, kde je kladený dôraz na vysoké hodnoty tixotropie pri nízkom obsahu pevnej fázy.

Tabuľka 1

Doba odležania, dni	p r í k l a d č í s l o			
	2	3	4a	4b
	n a p u č i a v o s ť ml/2g			
0	59,2	64,0	58,0	36,0
0,25	50,8	66,0	56,8	34,8
1	46,0	-	57,2	35,2
2	44,0	65,6	58,8	34,0
3	44,0	62,0	57,2	34,0
7	39,2	66,0	53,2	33,6
13	38,0	66,0	54,0	33,2

Tabuľka 2

teplota	-60 °C	+5 °C	+15 °C	+25 °C	+35 °C	+50 °C	+75 °C
napučiavosť ml/2g	64	64	62	60	58	54	44

Tabuľka 3

teplota	-70 °C	-18 °C	+10 °C	+25 °C	+40 °C	+60 °C
napučiavosť ml/2g	62	65	61	60	58	49

Tabuľka 4

doba odloženia, dní	0	21	21,3	22	24	27	40
napučiavosť ml/2g	64	64,5	53,5	46,0	44,0	42,5	38
% H ₂ O	0,76	0,80	4,21	6,75	8,32	8,63	0,70

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob výroby stabilizovaného vysokonapúčiavého natrifikovaného bentonitu vyznačujúci sa tým, že sa vibračne melie natrifikovaný bentonit s vlhkosťou 4 % až 20 % hmotnostných, s výhodou 6 % až 12 % hmotnostných vody, pričom sa mletie vykonáva pri teplotách od -60 °C do +80 °C, s výhodou od 10 °C do 40 °C, načo sa pomletý bentonit lyofilizuje alebo vysuší pri teplotách v rozmedzí od -70 °C do +60 °C, na celkovú vlhkosť v rozmedzí do 1 % hmotnostného vody.