ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243383
(11) (B1)

(51) Int. Cl.[4]
C 01 F 7/46

(22) Přihlášeno 28 03 85
(21) PV 2276-85

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 15 09 87

(75)
Autor vynálezu

MÜLLER KAREL ing.; DOLEJŠ VÁCLAV ing. CSc.; RYTÍŘ ZDENĚK ing., ÚSTÍ nad Labem; PAŘÍZEK BEDŘICH ing., STRÁŽ pod Ralskem; CHARVÁT JIŘÍ ing., LIBEREC; TVRDEK JIŘÍ, STRÁŽ pod Ralskem; URBÁNEK LUDVÍK ing., LIBEREC; KMENT VÍTĚZSLAV ing.; SMÍŠEK VÁCLAV, ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob čištění práškového oxidu hlinitého

Způsob odstraňování vodorozpustných kovových příměsí z práškového oxidu hlinitého, pro některé jeho keramické aplikace. Účelu bylo dosaženo postupem, kdy se do vodné suspense oxidu hlinitého o obsahu 5 až 25 % pevné fáze vnese v přebytku organický katex v H-cyklu a systém je promícháván po dobu 5 až 45 minut při teplotě 10 až 85 °C.

Vynález se týká způsobu čištění práškového oxidu hlinitého.

Práškový oxid hlinitý se používá jako surovina v technologiích vysokoteplotního zpracování na monokrystalické či polykrystalické výrobky. Jsou to například syntetické monokrystaly drahokamových odrůd korundu či tak zvaná korundová keramika s užitím zejména v elektrotechnice.

Při těchto aplikacích je požadována vysoká chemická čistota práškového oxidu hlinitého. Pro keramické použití oxidu hlinitého je nežádoucí zejména přítomnost alkálií.

Pro výše uvedené účely se práškový oxid hlinitý obvykle vyrábí keramickým rozkladem síranu amono-hlinitého $NH_4Al(SO_4)_2 . 12 H_2O$ (dále pouze kamenec). Jeho rozklad probíhá při teplotě kolem 1 000 °C za vzniku práškového oxidu hlinitého a plynných produktů. Vzniklý oxid hlinitý je znečištěn kovovými příměsemi, původně přítomnými v kamenci, a zbytky nerozložených síranů.

Kamenec se získává například rozpouštěním hliníku v kyselině sírové a sycením roztoku amoniakem, nebo je získáván z kyselých výluhů při chemické těžbě uranu. V těchto procesech jsou do kamence zabudovány nečistoty.

Velmi příznivé rozdělovací koeficienty pro řadu příměsí umožňují odstranit rekrystalizací kamence řadu znečišťujících elementů, zejména iontů neizomorfních s ionty Al^{3+}, NH^4 a SO_4^{2-} v mříži kamence.

Rekrystalizací se proto obtížně snižuje například obsah chromu v kamenci (izomorfie Al^{3+} a Cr^{3+}); obsah draslíku K^+ ve formě $KAL(SO_4)_2 . 12 H_2O$ nelze rekrystalizací kamence snížit vzhledem k vysokému stupni izomorfie K^+ a NH_4^+.

Takové nečistoty přecházejí při termickém rozkladu kamence do práškového oxidu hlinitého. Kamenec znečištěný draslíkem například v tisícinách procenta poskytne po termickém rozkladu práškový oxid hlinitý s obsahem draslíku přibližně o řád vyšším.

Práškový oxid hlinitý s obsahem alkálií v setinách až desetinách procenta je prakticky nepoužitelný ve špičkových keramických aplikacích. Obsah draslíku v kamenci nelze přitom klasickými a nenáročnými postupy (například rekrystalizací) odstranit či snížit.

Přestože je draslík v práškové nízkoteplotní modifikaci oxidu hlinitého přítomen prakticky v rozpustné formě, nelze jej prostým vodným loužením z oxidu hlinitého odstranit, neboť za těchto podmínek vystupuje oxid hlinitý jako slabý anorganický iontoměnič a přibližně 50% rozpustného draslíku zůstává na povrchu částic oxidu hlinitého zpětně vázáno. Stejně se chovají i ostatní vodorozpustné kovové nečistoty přítomné v práškovém oxidu hlinitém.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob čištění práškového oxidu hlinitého od vodorozpustných kovových příměsí podle vynálezu tím, že do vodné suspenze práškového oxidu hlinitého o obsahu 5 až 25 % hmotnosti pevné fáze, vztaženo k hmotnosti suspenze, je vnesen organický katex ve vodíkovém cyklu v přebytku proti předpokládanému obsahu vodorozpustných kovových příměsí a tento heterogenní systém je promíchávám po dobu 5 až 45 minut při teplotě 10 až 85 °C, přičemž přebytek organického katexu je minimálně 0,01 molu.

Jako měniče kationtů jsou použity typy makroporézních či gelových katexů zrnitostní frakce přibližně o řád vyšší než je střední zrnitost částic oxidu hlinitého.

Dostatečný rozdíl velikostí zrn katexu a práškového oxidu hlinitého umožňuje po zachycení vodorozpustných kovových příměsí katexem oddělit iontoměnič od vodné suspenze oxidu hlinitého.

Koncentraci pevné fáze v suspenzi, dostatečný přebytek katexu, způsob a dobu míchání i teplotu je nutno zvolit optimálně podle konkrétních podmínek vzhledem k možnosti otěru částic katexu při nevhodných podmínkách iontoměničového loužení suspenze.

Vodná suspenze oxidu hlinitého po oddělení katexu se podrobí způsobům sušení, například v rozprašovací sušárně nebo volnému sušení sedimentu oxidu hlinitého po oddělení přebytku vody.

Snížení obsahu vodorozpustných kovových příměsí v oxidu hlinitém za uvedených podmínek je závislé na druhu nečistoty, způsobu její vazby, poměru afinity katexu a oxidu hlinitého k nečistotě, koncentracích suspenze a katexu, na teplotě, způsobu a době promíchání systému. U draslíku lze například dosáhnout snížení obsahu v oxidu hlinitém o dva řády.

Postup podle vynálezu umožňuje snížit obsah vodorozpustných nežádoucích příměsí v oxidu hlinitém, zejména alkálií, které jinými způsoby odstranit nelze. Výhodou postupu podle vynálezu je nízká pracnost, nízká teplota a krátká doba vlastního provedení čistící operace a možnost regenerace použité vody i katexu.

Převedení práškového oxidu hlinitého suspenze přitom navazuje na další možné technologické operace dalšího zpracování oxidu hlinitého, jako je například dopování a homogenizace oxidu hlinitého se žádoucími příměsemi nebo granulaci oxidu hlinitého v rozprašovací sušárně.

P ř í k l a d 1

Vzorek práškového oxidu hlinitého o velikosti zrna; d_{50} = 10,3 μm obsahoval 0,4 % K_2O. Suspenze tohoto oxidu hlinitého byla připravena přidáním 100 ml destilované vody k 7,5 g oxidu hlinitého.

K suspenzi bylo přidáno 5 ml katexu OSTION KS převedeného z 98 % do H^+ cyklu. Katex obsahoval méně než 1 % částic menších než 300 μm. Suspenze byla míchána vzduchem po dobu 20 minut při laboratorní teplotě.

Katex byl poté oddělen na sítu s oky velikosti 245 μm, suspenze oxidu hlinitého po sedimentaci a oddělení vody volně usušena. Zrnitost oxidu hlinitého se prakticky nezměnila, obsah K_2O se snížil na 0,003 %.

P ř í k l a d 2

Heterogenní systém oxidu hlinitého - vody - Ostionu KS podle příkladu 1 byl míchán po proměnnou dobu při teplotě 50 °C vrtulovým skleněným míchadlem. Z původního obsahu 0,4 % K_2O poklesl po 5 minutách míchání obsah K_2O v oxidu hlinitém na 0,05 %, po 10 minutách na 0,01 %, po 20 minutách na 0,008 % a dále se neměnil.

P ř í k l a d 3

Byla připravena vodná suspenze 4 kg oxidu hlinitého a 16 litrů vody. Práškový oxid hlinitý obsahoval 0,3 % K, 0,02 % Na, 0,001 % Fe a 0,001 % Ca. K suspenzi bylo přidáno 0,5 litru katexu podle příkladu 1 a systém byl za laboratorní teploty míchán 32 minuty polypropylenovým míchadlem. Oxid hlinitý získaný ze suspenze v rozprašovací sušárně obvyklým způsobem obsahoval 0,002 % K, 0,002 % Na, 0,001 % Fe a 0,001 % Ca.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob čištění práškového oxidu hlinitého od vodorozpustných kovových příměsí, vyznačený tím, že do vodné suspenze práškového oxidu hlinitého o obsahu 5 až 25 % hmotnosti pevné fáze, vztaženo k hmotnosti suspenze, se vnese organický katex ve vodíkovém cyklu v přebytku proti předpokládanému obsahu vodorozpustných kovových příměsí a tento heterogenní systém se promíchává po dobu 5 až 45 minut při teplotě 10 až 85 °C.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že množství organického katexu ve vodíkovém cyklu je minimálně o 0,01 molu vyšší, než předpokládaný obsah vodorozpustných kovových příměsí.

Severografia, n. p., MOST

Cena 2,40 Kčs