

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU 268 066

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(21) PV 4498-86 D
(22) Přihlášeno 18 06 86

(40) Zveřejněno 14 08 89
(45) Vydáno 02 07 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 01 F 5/14

(75)
Autor vynálezu

LOŠŤÁK PETR ing. CSc.,
HORÁK JAROMÍR prof. DrSc.,
PŘEDOTA MIROSLAV RNDr., PARDUBICE,
SÖHNEL OTAKAR ing. CSc., ÚSTÍ NAD LABEM

(54)

Způsob přípravy hydroxidu hořečnatého

(57) Hořečnatá sloučenina, jako je například uhličitán hořečnatý, se smísí s 0,1 až 10 % hmot. uhličitanu, hydroxidu nebo dusičnanu alkalického kovu, jako je například uhličitán sodný, tato směs se kalcinací převede na oxid, který se působením vody při teplotě 40 až 300 °C po dobu 5 až 100 minut převede na hydroxid hořečnatý. Takto připravený hydroxid je vhodný jako plnivo například do polyolefinů.

Vynález se týká způsobu přípravy hydroxidu hořečnatého, vhodného zejména jako plnivo do polyolefinů.

V současné době jsou ve stále stoupající míře ve stavebnictví, elektrotechnice, dopravě atd. požadovány hmoty se sníženou hořlavostí, přednostně zcela nehořlavé. Podle stávající technologie se hořlavost polyolefinů snižuje přísadami chlorovaných organických látek a sloučenin antimonu. Tyto kompozity však mají i přes svou sníženou hořlavost nepříznivé vlastnosti, spočívající především v tom, že v případě požáru uvolňují silně korozní a jedovaté dýmy, které logicky omezují oblasti jejich použití.

K eliminaci těchto vlastností došlo při použití hydroxidu hořečnatého jako plniva, který potlačuje, až za příznivých okolností zcela zamezuje hořlavosti kompozitu a zplodiny jeho tepelného rozkladu jsou zcela neškodné.

V současné době je známo několik metod výroby hydroxidu hořečnatého, a to

- a/ metody založené na hydrataci oxidu hořečnatého připraveného tepelnou dekompozicí například uhličitanu, štavelanu či dusičnanu hořečnatého. Stupeň konverze oxidu hořečnatého na hydroxid hořečnatý je výrazně závislý na velikosti, morfologii a struktuře částic oxidu hořečnatého a na jeho reaktivitě,
- b/ metody založené na srážení hydroxidu hořečnatého z vodných roztoků hořečnatých solí alkaliemi. Při tomto způsobu výroby může absorpce aniontů a kationtů výchozích solí či alkalií na malé částice sraženiny vést ke značnému znečištění konečného produktu. Tento jev je zvláště výrazný při použití dusičnanu hořečnatého,
- c/ elektrolýzou například roztoku chloridu hořečnatého při vysoké proudové hustotě.

Použitelnost hydroxidu hořečnatého jako plniva do polyolefinů je podmíněna tvarem a velikostí jeho částic, měrným povrchem a obsahem vedlejších iontů. Preparát, který vyhovuje jako plnivo do polyolefinů se vyznačuje lístečkovými hexagonálními krystaly o velikosti kolem $1\ \mu\text{m}$ a měrným povrchem do $10\ \text{m}^2/\text{g}$. Tento hydroxid, zapracovaný do polyolefinu, kromě nehořlavosti ovlivňuje navíc ještě příznivě mechanické vlastnosti výsledného kompozitu.

Příprava hydroxidu hořečnatého v kvalitě pro plniva je vypracována buď srážením z mořské vody, anebo z velmi zředěných roztoků hořečnatých solí srážením alkaliemi. Běžně vyráběný hydroxid hořečnatý, například nitrátovou technologií z dolomitu, je jako plnivo nepoužitelný, neboť mění barvu kompozitu a podstatně zhoršuje i jeho mechanické vlastnosti.

Jelikož ve vnitrozemských státech lze, pokud se jedná o větší množství hydroxidu hořečnatého, jen obtížně realizovat technologie, vycházející z velmi zředěných roztoků hořečnatých solí a technologie založené na srážení koncentrovaných roztoků poskytují produkt s nevhodnými vlastnostmi, zbývají technologie založené na hydrataci oxidu hořečnatého. Známé hydratační postupy však poskytují hydroxid hořečnatý, který má příliš malé částice a navíc tepelná dekompozice například uhličitanu hořečnatého na oxid hořečnatý probíhá při takových teplotách, že výsledný oxid hořečnatý nehydratuje v dalším stupni technologie úplně, což snižuje kvalitu a užité vlastnosti takto vyrobeného plniva do polyolefinů.

Řešením problému se jeví způsob přípravy hydroxidu hořečnatého, vhodného zejména jako plnivo do polyolefinů, podle předkládaného vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že hořečnatá sloučenina, jako je například uhličitán hořečnatý, štavelan hořečnatý a dusičnan hořečnatý, se smísí s 0,1 až 10 % hmot. uhličitanu, hydroxidu nebo dusičnanu alkalického kovu, nejlépe uhličitanu sodného, a tato směs se převede kalcinací na oxid hořečnatý, který se působením vody po dobu 5 až 100 minut a při teplotě 40 až 300 °C převede na hydroxid hořečnatý. Kalcinaci lze výhodně provádět při teplotě 400 až 700 °C. Hydrataci oxidu hořečnatého lze výhodně provádět při teplotě 70 až 100 °C po dobu 10 až 20 minut.

Způsob podle vynálezu je založen na nově objevené skutečnosti a to, že přídavek solí

alkalických kovů k výchozímu uhličitanu hořečnatému značně snižuje teplotu jeho dekompozice, jejímž výsledkem je velmi reaktivní oxid hořečnatý, pokud jde o jeho následnou hydrataci, a současně způsobuje zvětšení velikosti částic vznikajícího oxidu hořečnatého, a tím i výsledného hydroxidu hořečnatého, který se tím jeví jako velmi vhodné plnivo například do polyolefinů. Snížení teploty rozkladu vede navíc v průmyslovém měřítku k výrazným energetickým úsporám.

V dalším se uvádějí výsledky různých experimentů, dokazující účinek způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

S cílem porovnat teplotu rozkladu výchozího čistého uhličitanu hořečnatého a téhož uhličitanu hořečnatého obsahujícího přírůstek 5 % hmot. dusičnanu litného byl vyšetřován průběh tepelné dekompozice obou vzorků diferenciální termickou analýzou. Z porovnání získaných výsledků vyplývá, že teplota rozkladu uhličitanu hořečnatého, která byla 515 °C, se přírůstkem 5 % hmot. dusičnanu litného snížila na 410 °C.

Příklad 2

Za účelem vyšetření možného vlivu přírůstku solí alkalických kovů na velikost částic oxidu hořečnatého, vznikajícího tepelným rozkladem uhličitanu hořečnatého, byl proveden rozklad samotného uhličitanu hořečnatého a uhličitanu hořečnatého s přírůstkem 5 % hmot. uhličitanu sodného. Vzorek obsahující 5 % hmot. uhličitanu sodného byl připraven rozmícháním 10 g uhličitanu hořečnatého v roztoku odpovídajícího množství uhličitanu sodného, vysušením vzniklé vodní suspenze a vyžháním tohoto zbytku při teplotě 600 °C po dobu 24 hodin. Za stejných podmínek byl vyžhán také výchozí uhličitan hořečnatý bez příměsí.

Analýzou šířky difrakčních linií RTG difraktogramů obou připravených preparátů byly stanoveny tyto střední hodnoty velikosti částic

pro MgCO_3	14,5 nm
pro $\text{MgCO}_3 + 5\% \text{Na}_2\text{CO}_3$	29,1 nm

Je tedy zřejmé, že přírůstek sody k výchozímu uhličitanu hořečnatému má za následek zvětšení velikosti částic oxidu hořečnatého, vznikajícího jeho tepelným rozkladem. Stejný efekt byl pozorován při přírůstku solí dalších alkalických kovů.

Příklad 3

Vzorky samotného uhličitanu hořečnatého a uhličitanu hořečnatého s příměsí 1 % uhličitanu sodného byly kalcinovány při teplotě 600 °C po dobu 4 hodin ve vzdušné atmosféře. Získaný produkt - oxid hořečnatý - jehož střední hodnota velikosti částic stanovená rozborem tvaru difrakčních linií roentgenových difraktogramů činila 21 a 39 nm, byl v obou případech uveden do kontaktu s vodní parou o teplotě 95 °C po dobu 15 minut. Produkty reakce byly podrobeny roentgenostrukturální analýze, jejíž výsledek ukázal, že v případě směsi obsahující uhličitan sodný je produktem hydroxid hořečnatý. Při sledování tvaru částic pod elektronovým mikroskopem se ukázalo, že hydroxid hořečnatý vytváří krystalicity tvaru šestiúhelníkových lístečků, které jsou žádoucí při využití hydroxidu hořečnatého jako plniva do plastických hmot. Při sledování dielektrických ztrát v oscilačním obvodu bylo prokázáno, že změny činitele jakosti obvodu způsobené sorpcí vody na povrchu vzorku jsou větší v případě, že oxid hořečnatý obsahuje uhličitan sodný, než jen u čistého oxidu hořečnatého. To prokazuje, že přírůstek sody prohlubuje sorpci vody na povrchu oxidu hořečnatého, a tak usnadňuje a urychluje jeho hydrataci.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy hydroxidu hořečnatého, vhodného zejména jako plnivo do polyolefinů, vyznačující se tím, že hořečnatá sloučenina, jako je například uhličitan hořečnatý, šťavelan hořečnatý a dusičnan hořečnatý, se smísí s 0,1 až 10 % hmot. uhličitanu, hydroxidu nebo dusičnanu alkalického kovu, výhodně uhličitanu sodného, tato směs se převede kalcinací na oxid hořečnatý, který se působením vody po dobu 5 až 100 minut a při teplotě 40 až 300 °C převede na hydroxid hořečnatý.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že kalcinace se provádí při teplotě 400 až 700 °C.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že hydratace oxidu hořečnatého se provádí při teplotě 70 až 100 °C po dobu 10 až 20 minut.