



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

243897

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 F 7/02

(22) Přihlášeno 01 03 85
(21) PV 1461-85

(40) Zveřejněno 17 09 85

(45) Vydáno 15 06 87

(75)

Autor vynálezu

PERNER BOHUMIL ing. CSc., OHRAZENICE, KVAPIL JIŘÍ ing. DrSc.;
KVAPIL JOSEF ing. CSc., TURNOV, HILGEROVÁ HELENA, PŘEPEŘE

(54) Způsob výroby hydroxidu hlinitého v zrnité, dobře filtrovatelné formě

Způsob výroby hydroxidu hlinitého v zrnité, dobře filtrovatelné formě, který je důležitým meziproduktem pro výrobu oxidu hlinitého vysoké čistoty pro pěstování monokrystalů a přípravu materiálů s význačnými fyzikálními vlastnostmi, např. luminiscenčních látek, připravovaného rozkladem krystalického síranu hlinitoamonného působením plynného amoniaku tím, že pH reakční směsi, obsahující hydroxid hlinitý, síran amonný, vodu a amoniak, se upraví před nebo v průběhu promývání vodou přidávkem kyseliny chlorovodíkové, octové nebo uhličitě na hodnotu pH = 5,5 až 8.

Vynález se týká způsobu výroby hydroxidu hlinitého v zrnité, dobře filtrovatelné formě.

Hydroxid hlinitý, připravovaný rozkladem krystalického síranu hlinitého působením plynného amoniaku je důležitým meziproduktem pro výrobu oxidu hlinitého žháním na 700 až 1 400 °Celsia podle požadované formy oxidu hlinitého, o vysoké čistotě, určeného pro pěstování monokrystalů a přípravě dalších materiálů s význačnými fyzikálními vlastnostmi, např. luminescenčních látek.

Při obvyklém postupu přípravy hydroxidu hlinitého se reakční směs, obsahující hydroxid hlinitý, síran amonný, vodu a přebytek amoniaku, promývá destilovanou nebo deionizovanou vodou až do vymizení reakce na síranové ionty v promývací vodě po filtraci.

pH výchozí reakční směsi nasycené amoniakem je vysoké - více než 9 - a tato obsahuje proto rozpustěný hliník v hlinitanové formě. Současně zvýšená koncentrace amonných iontů ve směsi snižuje rozpustnost síranu amonného, který je nutno ze směsi co nejdokonaleji vymýt. Při postupném promývání vodou dochází k pomalému poklesu pH za současného pomalého dosrážení hydroxidu hlinitého z rozpustěného hlinitanu. Tento pomalu dosrážený hydroxid hlinitý má velmi jemnou formu, obsahuje zrněčka hydroxidu hlinitého, vzniklého topochemickou reakcí mezi krystalky kamence a amoniaku. Zrněčka jsou spojována jemnou formou hydroxidu hlinitého ve větší agregáty, které v sobě uzavírají také síran amonný.

Tímto mechanismem se vytváří po sušení hrubě zrnitá struktura agregovaného hydroxidu hlinitého, který obsahuje 0,1 až 0,5 % síranu amonného, který při dalším tepelném zpracování se rozkládá za vzniku škodlivého oxidu siřičitého. Promývání takto vzniklého hydroxidu hlinitého trvá při dávce cca 2 kg hydroxidu hlinitého až 100 hodin.

Uvedené nedostatky ve výrobě hydroxidu hlinitého v zrnité, dobře filtrovatelné formě, lze odstranit podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že do reakční směsi před promýváním nebo v jeho počátečním průběhu se postupně přidává kyselina octová, chlorovodíková nebo uhličitá tak, aby se dosáhlo konečné hodnoty pH v rozmezí 5,5 až 8.

Tím se jednak vyloučí najednou hydroxid hlinitý z roztoku hlinitanu v hrubší formě, takže nespojuje zrnka již dříve vyloučeného hydroxidu hlinitého ve velké agregáty, jednak se zlepši rozpustnost síranu amonného. Výsledkem je, že se podstatně urychlí filtrace při promývání, a to na 3 až 6 hodin pro dávku 2 kg hydroxidu hlinitého, že získaný produkt má jemnozrnnou strukturu a neobsahuje téměř žádný síran amonný, takže při dalším tepelném zpracování jsou exhalace oxidu siřičitého zcela zanedbatelné.

Tento způsob umožňuje využít při filtraci odstředování nebo tlakovou filtraci, protože se filtrační plachetka nezanáší jemnými částicemi, a tím podstatně urychlit promývání hydroxidu hlinitého.

P ř í k l a d 1

Výchozí reakční směs, obsahující 2,5 kg hydroxidu hlinitého, 7 kg síranu amonného a přebytku amoniaku měla pH = 10,8. Směs byla promíchána s 6 l destilované vody a voda odfiltrována. Bylo přidáno dalších 6 l destilované vody a pH směsi bylo 9,7. Dále byla přidána za stálého míchání 5% kyselina chlorovodíková až do dosažení pH = 6. Po odfiltrování byla reakční směs dále propírána destilovanou vodou, a to v pěti cyklech až do vymizení reakce na síranové ionty. Takto promytý hydroxid hlinitý byl vysušen při 120 °C a měl sypkou jemnozrnnou formu. Při žhání na teplotě 800 °C byl převeden na oxid hlinitý v sypké jemnozrnné formě, přičemž prakticky nedocházelo k úniku exhalací oxidu siřičitého. Celková doba promývání činila 6 hodin.

P ř í k l a d 2

Výchozí reakční směs obdobného složení jako v příkladu 1 měla pH = 11,3. Směs byla pro-

míchána s 8 l destilované vody a po odfiltrování byl filtrát znovu promíchán s 6 l destilované vody. pH bylo 9,5. Dále byla přidána ke směsi za stálého míchání 10% kyselina octová až do dosažení pH = 7,5. Po odfiltrování a dalším přidavku 8 l destilované vody bylo pH upraveno přidavkem kyseliny octové na hodnotu 6,5. Dále bylo pokračováno v promývání destilovanou vodou až do vymizení reakce na síranové ionty. Další postup a výsledek byl obdobný jako v příkladu 1. Celková doba promývání činila 8 hodin.

P ř í k l a d 3

Výchozí reakční směs měla obdobné složení jako v příkladu 1 a pH = 11,5. K promývání byla použita demineralizovaná voda, nasycená při teplotě 20 °C oxidem uhličitým, a to tak, že bylo přidáno nejdříve 10 l vody, po promíchání a zfiltrování dalších 8 l vody, znovu filtrováno a sediment hydroxidu hlinitého přenesena do pračky. Tam bylo promýváno postupně ještě dalšími 6 x 8 l vody. Po každém promytí byla sediment odštěněna a kontrolováno pH filtrátu. To postupně klesalo až u celkové čtvrté vody bylo pH = 7. Získaný hydroxid hlinitý měl jemnozrnnou formu, částice se při sušení neagregovaly a při žhání na teplotu 800 °C neunikal prakticky žádný oxid siřičitý.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby hydroxidu hlinitého v zrnité, dobře filtrovatelné formě reakcí mezi krystalickým síranem hlinitoamonným a plynným amoniakem, vyznačený tím, že pH reakční směsi, obsahující hydroxid hlinitý, síran amonný, vodu a amoniak, se před nebo v průběhu promývání vodou upraví přidavkem kyseliny chlorovodíkové nebo octové nebo uhličitě na hodnotu 5,5 až 8.