

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2004-496**
(22) Přihlášeno: **15.04.2004**
(40) Zveřejněno: **16.11.2005**
(**Věstník č. 11/2005**)
(47) Uděleno: **07.02.2007**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **21.03.2007**
(**Věstník č. 12/2007**)

(11) Číslo dokumentu:

297 741

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C30B 29/20 (2006.01)

(56) Relevantní dokumenty:
EP 689519; GB 162303; JP 2002348408; JP 61111915.

(73) Majitel patentu:
Výzkumný ústav anorganické chemie, a. s., Ústí nad
Labem, CZ

(72) Původce:
Tokarová Věnceslava Dr. Ing., Ústí nad Labem, CZ
Bezucha Petr Ing., Ústí nad Labem, CZ
Dvořáková Alena Ing., Ústí nad Labem, CZ
Poslední Marina Ing., Ústí nad Labem, CZ
Vošická Ivanka, Ústí nad Labem, CZ

(54) Název vynálezu:
**Způsob výroby hydroxidu hlinitého s
krystalickou strukturou bayerit**

(57) Anotace:
Při způsobu transformace amorfního hydratovaného oxidu
hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit
se amorfni hydratovaný oxid hlinitý zbaví elektrolytů
promytím vodou, pak se suspenduje ve vodě a amoniaku.
Molární poměr NH_3 : Al v suspenzi je 0,2 až 0,6 : 1. Výsledná
suspenze se ponechá zrát při teplotě 10 až 40 °C po dobu 1 až
21 dní. Výhodný způsob této transformace spočívá v tom, že
se hydratovaný oxid hlinitý mixuje ve vodě a amoniaku za
vzniku nesedimentujících částic. Další výhodný způsob
spočívá v tom, že se k suspenzi hydroxidu hlinitého přidají
před zráním očkovací krystaly bayeritu.

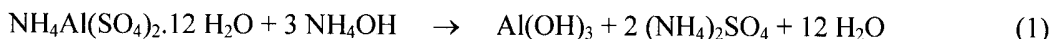
CZ 297741 B6

Způsob výroby hydroxidu hlinitého s krystalickou strukturou bayeritOblast techniky

- 5 Vynález se týká způsobu výroby hydroxidu hlinitého krystalické struktury typu bayerit transformací amorfního hydratovaného oxidu hlinitého.

Dosavadní stav techniky

- 10 Hydrolyza síranu hlinito-amonného hydroxidem amonným ve vodném prostředí je klasická chemická reakce, při které vzniká hydratovaný oxid hlinitý jako pevná fáze a roztok síranu amonného podle rovnice:



- 15 V závislosti na reakčních podmínkách může vznikat různá forma hydratovaného oxidu hlinitého ($\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{AlO}(\text{OH})$ a další) gelové, amorfni nebo i krystalické struktury boehmitického typu [Remy, H.: Anorganická chemie I, SNTL, 1961, Gažo, J. a kol.: Všeobecná a anorganická chemie, ALFA, Bratislava, 1978]. Vlastnosti vznikající sraženiny hydratovaného oxidu hlinitého velmi solně závisejí nejen na podmínkách, ale i na způsobu provedení reakce [Kirk-Othmer: Encyclopedia of Chemical Technology, 3. Ed., Vol. 2, Willey-Interscience, 1978; Jílek, A., Kořa, J.: Vážková analýza a elektroanalýza, II. díl, Technicko-vědecké vydavatelství, Praha, 1951].

- Postup výroby hydratovaného oxidu hlinitého amorfniho charakteru tak, aby byla suspenze po reakci dle rovnice (1) dobře filtrovatelná, je chráněn patentem CZ 290 158, uděleným v České republice. Amorfni produkt, který se za podmínek vymezených tímto patentem získá, není však vhodný k některým aplikacím, zejména jako plnivo do plastů s retardačními účinky. Podmínkou použitelnosti hydroxidu hlinitého jako plniva do plastů je jeho tepelná stálost až do teplot, při nichž se toto plnivo zpracovává do plastových kompozitů, což je obvykle 180 až 200 °C. Hydroxid hlinitý, komerčně používaný jako plnivo do plastů, musí mít obsah vody neměnný při zahřívání do teplot 200 °C, zatímco při teplotách vyšších se rozkládá za uvolnění vody, která pak svým výparným teplem snižuje teplotu hořícího plastu a zhasí plamen tvorbou vodní páry.

- Tepelná stálost hydroxidu hlinitého souvisí s jeho strukturou. Amorfni hydratovaný oxid hlinitý nemá přesně definované stechiometrické složení. I když obsah Al a H_2O po vysušení při 100 až 110 °C může odpovídat stechiometrii $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, při dalším zahřívání se v teplotním intervalu 100 až 200 °C voda postupně uvolňuje, což zabraňuje zpracování takového plniva do plastu. Odstranění vody z amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého vysušením při 200 °C před jeho zpracováním není vhodné, neboť se odstraní velká část vody a zbylá voda již nepostačuje pro retardační vlastnosti takového plniva. Je tedy třeba, aby hydroxid hlinitý, aplikovatelný jako retardační plnivo v plastech, měl krystalickou strukturu s vodou pevně vázanou v krystalické mřížce a k jejímu uvolnění aby docházelo při teplotách nad 200 °C.

- Komerčně vyráběný hydroxid hlinitý, používaný jako plnivo v plastech, má krystalickou strukturu gibbsit. Tato struktura vzniká při srážení hydroxidu hlinitého z hlinitanu sodného, což je základem technologie Bayerova procesu, kterým se zpracovává bauxit na hliník, oxid i hydroxid hlinitý na celém světě. Bayerova technologie je založena na zpracování bauxitu či jiné podobné suroviny na bázi oxidu hlinitého a jejím čištění srážením v hydroxidu sodném.

- V České republice je k dispozici jako netradiční surovina síran hlinito-amonný (kamenec), který je třeba přepracovat na komerčně realizovatelné produkty (hydroxid hlinitý a síran amonný). Kamenec jako výchozí surovina vyžaduje postup srážení popsany v rovnici (1), který vede ke vzniku amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého nebo podle podmínek srážení ke krystalické

strukturu typu boehmit, vyjádřené vzorcem AlOOH . Boehmit je však pro malý obsah vody pro retardační aplikace nevhodný.

5 Pro výrobu hydroxidu hlinitého vhodného pro retardační aplikace je při přepracování netradiční suroviny třeba vést podmínky reakce dle rovnice (1) tak, aby vznikl amorfni hydratovaný oxid hlinitý, a ten transformovat na krystalickou strukturu vyjádřenou vzorcem $\text{Al}(\text{OH})_3$.

10 Je možné využít klasického postupu z Bayerova procesu, spočívající v rozpuštění amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého, vzniklého reakcí dle rovnice (1), v hydroxidu sodném a následné krystalizaci, ale tímto postupem se do reakční směsi zanášejí sodné ionty, které je pak nutno z produktu opět vymýt. Nevýhodou tohoto způsobu je tedy vznik značného množství odpadních vod. Je tedy žádoucí transformovat amorfni hydratovaný oxid hlinitý na krystalický trihydrát pouze s použitím amonných iontů, které se již v reakční směsi vyskytují.

15 Možnosti transformace amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého, připraveného srážením hlinitých solí amoniakem, jsou velmi stručně uvedeny v klasických monografiích [Remy, H.: Anorganická chemie I, SNTL, 1961, Gažo, J. a kol.: Všeobecná a anorganická chemie, ALFA, Bratislava, 1978] s tím, že transformace amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého probíhá v neutrálním nebo alkalickém vodném prostředí v klidu, tedy bez pohybu sráženiny mícháním, třepáním apod. 20 Vzniklý hydroxid hlinitý má strukturu bayerit se stechiometrickým vzorcem $\text{Al}(\text{OH})_3$. Nevýhodou tohoto způsobu je uváděná doba transformace několik měsíců.

Podobné údaje o transformaci amorfniho gelovitého hydratovaného oxidu hlinitého na krystalický trihydrát v alkalickém prostředí s dobou přeměny několik měsíců jsou uvedeny v Gmeliově 25 encyklopedii [Gmelins Handbuch der anorganischen Chemie, Ca(B), 3. Aufl., 1961, str. 99 až 107)]. Prvním produktem srážení je tzv. „normální“ α -hydroxid, který má podobu vločkovitého průhledného gelu, který se lehce rozpouští ve zředěných roztocích HCl , NaOH a NH_3 , vykazuje zvýšenou reaktivitu a adsorpční vlastnosti. Vyznačuje se spontánními chemickými přeměnami, při nichž probíhá topochemický proces, vázaný na micely gelu, současně ve dvou směrech. První 30 z procesů probíhá při ztrátě vody a řetězení molekul při 20 °C pomalu za vzniku přechodových fází (α/β), při 70 °C rychle a bezprostředně, přičemž společným produktem je β -hydroxid. Ten se od α -hydroxidu liší nerozpustností v roztoku NH_3 , menší reaktivitou a horšími adsorpčními vlastnostmi. Druhý směr procesu je velmi pomalý a vede k reakčním produktům, které tvoří rentgenograficky identifikovatelný trihydrát bayerit dispergovaný v β -hydroxidu. Tento produkt 35 bývá nazýván γ -hydroxid. Se stoupající alkalitou roztoku je tento druhý směr přeměny upřednostňován před přeměnou na β -hydroxid.

Konečným cílem zrání („stárnutí“) gelu hydroxidu hlinitého za normálních podmínek je stálý trihydrát $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Stavový diagram vyloučených gelů, které zrály po dobu 8 až 12 měsíců, 40 vykazuje při izobarické dehydrataci pokračující přibližování diagramu přírodního hydrargilitu. Také obsah vody u gelovitých sráženin odpovídá přibližně trihydrátu, přesto se difraktogram liší od obrazu hydrargilitu, jak je našel BÖHM. Sloučenina byla označena jako izomer hydrargilitu vzhledem k příslušnosti ke stejné skupině jako hydrargilit. FRICKE navrhl pro tuto novou formu hydrargilitu název bayerit, poněvadž může být připravena způsobem podle K. J. BAYERA. 45

Z technologického hlediska by byl proces přeměny amorfniho hydratovaného oxidu hlinitého na krystalický trihydrát se stechiometrií $\text{Al}(\text{OH})_3$ (nebo $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) zvládnutelný při době trvání 50 maximálně několik dní, při potřebné době trvání procesu přeměny několik týdnů či měsíců je však průmyslově nepoužitelný.

Existuje patentovaný postup původců SAKABE KENICHI a YAMAGUCHI MASAMI (JP61111915), který uvádí způsob výroby bayeritu vysoké čistoty s extrémně nízkým obsahem siliky zráním amorfniho hydroxidu hlinitého, obsahujícího Si jako nečistotu, ve vodném roztoku za teploty do 40 °C, výhodně do 30 °C, bez přítomnosti kovových iontů, při pH nejméně 12,

výhodněji nejméně 13, v přítomnosti amoniaku, po dobu delší než 1 hodina, přičemž doba působení má být dostatečná pro krystalizaci amorfního hydroxidu hlinitého na bayerit, s následnou separací produktu filtrací, promýváním destilovanou vodou a sušením.

- 5 Nevýhodou výše uvedeného postupu je vysoké pH (nejméně 12, výhodněji nejméně 13), které vyžaduje značně vysokou koncentraci a tedy velké množství amoniaku. Další nevýhodou tohoto postupu je, že částice hydroxidu hlinitého mohou sedimentovat a tím nejsou zcela rozptýleny ani obklopeny vodným roztokem amoniaku, čímž se významně zhoršují podmínky zrání ve větším měřítku. Nevýhodou zmíněného postupu je rovněž nepřítomnost očkovacích krystalů bayeritu.

10

Výše uvedené nevýhody transformace amorfního hydratovaného oxidu hlinitého na krystalický trihydrát se stechiometrií $\text{Al}(\text{OH})_3$ alespoň z části odstraňuje postup výroby krystalického hydroxidu hlinitého bayeritické struktury podle vynálezu.

15 Podstata vynálezu

- Způsob výroby hydroxidu hlinitého s krystalickou strukturou bayerit z amorfního hydratovaného oxidu hlinitého, který se zbaví elektrolytů promytím vodou, pak se suspenduje ve vodě a amoniaku a pak se výsledná suspenze ponechá v klidu zrát při teplotě 10 až 40 °C po dobu 1 až 21 dní, je charakterizován tím, že molární poměr $\text{NH}_3 : \text{Al}$ v suspenzi je 0,2 až 0,6 : 1, čemuž odpovídá pH suspenze na počátku zrání 10,14 až 10,6.

- Výhodný způsob výroby je charakterizován tím, že hydratovaný oxid hlinitý se mixuje ve vodě a amoniaku za vzniku nesedimentujících částic. Tím je umožněn dokonalý styk pevné fáze a roztoku, příznivý pro průběh krystalizace bayeritu.

- Další výhodný způsob výroby je charakterizován tím, že se k suspenzi hydroxidu hlinitého přidají před zráním očkovací krystaly bayeritu. Tím se zvyšuje výtěžek krystalické fáze.

- 30 Mixováním suspenze před zráním se zabrání sedimentaci částic a zrání pak nezávisí na výšce kapaliny v nádobě.

- Amorfni hydratovaný oxid hlinitý, který je surovinou pro způsob výroby podle vynálezu, je produktem rozkladu krystalického kamence amonno-hlinitého v suspenzi amoniakem. Při tomto způsobu přípravy suroviny vznikají částice amorfního hydratovaného oxidu hlinitého, které jsou velmi dobře filtrovatelné, což je výhodné pro způsob výroby podle vynálezu.

Příklady provedení

40 Příklad 1

Transformace sedimentující suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem $\text{NH}_3 : \text{Al} = 0,6 : 1$ při běžné laboratorní teplotě

- 45 Amorfni hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacemi v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý $\text{Al}(\text{OH})_3$, byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru $\text{NH}_3 : \text{Al} = 0,6 : 1$. Suspenze na počátku zrání měla pH = 10,6. Celkový objem suspenze byl 1800 ml, koncentrace Al v suspenzi 3,14 %. Suspenze se sraženinou hydratovaného oxidu hlinitého usazenou na dně byla ponechána zrát stáním v klidu po dobu 3 dnů při laboratorní teplotě cca 20 °C. Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v liskové sušárně.

Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů (intenzity) u čar typických pro bayerit při úhlu 40,5°, resp. 18,8°. Výsledný produkt měl strukturu bayeritu.

Tabulka 1: Intenzita čar bayeritu vzniklého po 3 dnech transformace amorfního hydroxidu hlinitého při cca 20 °C

vzorek	dnů stání	intenzita čáry Baye 18,8° [imp.s ⁻¹]	intenzita čáry Baye 40,5° [imp.s ⁻¹]
82	3	3025	1840

Příklad 2

Transformace rozmixované suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem NH₃ : Al = 0,6 : 1 při teplotě 40 °C

Amorfni hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacemi v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý Al(OH)₃, byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody a mixován v mixéru po dobu 10 minut, takže došlo k rozbití částic amorfního meziproductu a výsledná suspenze prakticky nesedimentovala. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru NH₃ : Al = 0,6 : 1. Suspenze na počátku zrání měla pH = 10,6. Celkový objem suspenze byl 1800 ml, koncentrace Al v suspenzi 3,14 %. Suspenze byla ponechána zrát stáním v klidu po dobu 4 dnů při teplotě 40 °C. Vždy 1x denně byla suspenze krátce promíchána a byl odebrán vzorek.

Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v lískové sušárně.

Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů (intenzity) u čar typických pro bayerit při úhlu 40,5°, resp. 18,8°. Výsledný produkt měl strukturu bayeritu.

Tabulka 2: Intenzita čar bayeritu vzniklého po 1, 2, 3 a 4 dnech transformace amorfního hydroxidu hlinitého při 40 °C

vzorek	dnů stání	intenzita čáry Baye 18,8° [imp.s ⁻¹]	intenzita čáry Baye 40,5° [imp.s ⁻¹]
82	1	3226	2550
	2	3528	2938
	3	3588	3080
	4	3795	3192

Příklad 3

Transformace rozmixované suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem NH₃ : Al = 0,6 : 1 při teplotě 10 °C

Amorfni hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacemi v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý Al(OH)₃, byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody a mixován v mixéru po dobu 10 minut, takže došlo k rozbití částic amorfního meziproductu a výsledná suspenze prakticky nesedimentovala. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru NH₃ : Al = 0,6 : 1. Suspenze na počátku zrání měla pH = 10,6. Celkový objem suspenze byl 1800 ml, koncentrace Al v suspenzi 3,14 %. Suspenze byla ponechána zrát stáním v klidu několik dní (přesný údaj je uveden v tabulce 3) při teplotě 10 °C.

Tímto postupem byly připraveny vzorky, uvedené v tabulce pod čísly 94 a 101. U vzorku 94 byla vždy 1x denně suspenze krátce promíchána a byl odebrán vzorek, vzorek 101 byl ponechán stát celkem 21 dní bez odběru vzorků.

- 5 Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v lískové sušárně.

Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů u čar typických pro bayerit při úhlu $40,5^\circ$, resp. $18,8^\circ$.

- 10 Tabulka 3: Intenzita čar bayeritu vzniklého po 1, 2, 3 a 4 dnech transformace amorfního hydroxidu hlinitého při 10°C a u vzorku 101 po 21 dnech

vzorek	dnů stání	intenzita čáry Baye $18,8^\circ [\text{imp.s}^{-1}]$	intenzita čáry Baye $40,5^\circ [\text{imp.s}^{-1}]$
94	1	3636	2927
	2	3552	2809
	3	3434	2884
	4	3745	3047
101	21	3673	2974

Příklad 4

- 15 *Transformace rozmixované suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem $\text{NH}_3 : \text{Al} = 0,3 : 1$ při laboratorní teplotě cca 20°C*

- Amorfni hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacími v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý $\text{Al}(\text{OH})_3$, byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody a mixován v mixéru po dobu 10 minut, takže došlo k rozbití částic amorfniho meziproductu a výsledná suspenze prakticky nesedimentovala. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru $\text{NH}_3 : \text{Al} = 0,3 : 1$. Suspenze na počátku zrání měla $\text{pH} = 10,14$. Celkový objem suspenze byl 1800 ml, koncentrace Al v suspenzi 3,14 %. Suspenze byla ponechána zrát stáním v klidu po 25 dnů při laboratorní teplotě. Po 1. dni byla suspenze krátce promíchána a byl odebrán vzorek.

Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v lískové sušárně.

- 30 Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů u čar typických pro bayerit při úhlu $40,5^\circ$, resp. $18,8^\circ$.

Tabulka 4: Intenzita čar bayeritu po 3 dnech zrání s molárním poměrem $\text{NH}_3 : \text{Al} = 0,3$ při cca 20°C

vzorek	dnů stání	intenzita čáry Baye $18,8^\circ [\text{imp.s}^{-1}]$	intenzita čáry Baye $40,5^\circ [\text{imp.s}^{-1}]$
95	1	3387	2683
	2	3554	2881

- 35 Příklad 5

Transformace rozmixované suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem $\text{NH}_3 : \text{Al} = 1,2 : 1$ při laboratorní teplotě cca 20°C

Amorfní hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacemi v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý $\text{Al}(\text{OH})_3$), byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody a mixován v mixéru po dobu 10 minut, takže došlo k rozbití částic amorfního meziproductu a výsledná suspenze prakticky nesedimentovala. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru $\text{NH}_3 : \text{Al} = 1,2 : 1$. Celkový objem suspenze byl 1800 ml. Suspenze byla ponechána zrát stáním v klidu 3 dny při teplotě 40 °C.

Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v lískové sušárně.

Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů (intenzity) u čar typických pro bayerit při úhlu 40,5°, resp. 18,8°. Výsledný produkt měl strukturu bayeritu.

Tabulka 5: Kvalita bayeritu transformovaného při molárním poměru $\text{NH}_3 : \text{Al} = 1,2$ při cca 20 °C bez očkování

vzorek č.	počet dnů zrání	intenzita čáry Baye 18,8° [imp.s ⁻¹]	Intenzita čáry Baye 40,5° [imp.s ⁻¹]
137	1	2540	1910
	2	2581	2007
	3	2450	2079

Příklad 6

Transformace rozmixované suspenze hydratovaného oxidu hlinitého na hydroxid hlinitý s krystalickou strukturou bayerit v prostředí amoniaku s molárním poměrem $\text{NH}_3 : \text{Al}$ a s přidávkou očkovacích krystalů při laboratorní teplotě cca 20 °C

Amorfní hydratovaný oxid hlinitý, připravený reakcí podle rovnice (1), promytý 8 dekantacemi v demineralizované vodě (150 g hydratovaného oxidu hlinitého v přepočtu na suchý $\text{Al}(\text{OH})_3$), byl suspendován v 1600 ml demineralizované vody a mixován v mixéru po dobu 10 minut, takže došlo k rozbití částic amorfního meziproductu a výsledná suspenze prakticky nesedimentovala. Poté byl přidán cca 25% roztok amoniaku v množství odpovídajícím molárnímu poměru $\text{NH}_3 : \text{Al}$, uvedenému v tabulce 6, a suspenze očkovacích krystalů dobře vyzrálého vzorku bayeritu v množství 5 až 10 % hmotn. v přepočtu na celkový obsah Al v suspenzi. Přesné množství očkovací suspenze v jednotlivých pokusech je uvedeno v hmotnostních procentech tabulce 6. Celkový objem suspenze byl 1800 ml. Suspenze byla ponechána zrát stáním v klidu 3 dny při teplotě 40 °C.

Po ukončení zrání byla suspenze zfiltrována, promyta 1 litrem vody a sušena v lískové sušárně.

Kvalita produktu byla sledována metodou RTG difrakce porovnáním počtu impulzů (intenzity) u čar typických pro bayerit při úhlu 40,5°, resp. 18,87°. Výsledný produkt měl strukturu bayeritu.

Tabulka 6: Kvalita bayeritu po 3 dnech zrání s očkovacími krystaly z prostředí amoniaku

Vzorek č.	NH_3 / Al (mol/mol)	Očkovací krystaly	intenzita čáry Baye 18,8° [imp.s ⁻¹]	intenzita čáry Baye 40,5° [imp.s ⁻¹]
174	0,6	Suspenze, vz. 157 (10 %)	4382	3272
181	0,2	Suspenze, vz. 157 (10 %)	4160	2959
182	0,3	Suspenze, vz. 157 (10 %)	4436	3181
183	0,3	Suspenze, vz. 157 (5 %)	4083	2970
184	0,6	Suspenze, vz. 157 (5 %)	4160	3147

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby krystalického hydroxidu hlinitého struktury bayerit podle vynálezu je využitelný k výrobě plniva do plastů, které účinkuje jako retardér hoření.

5

PATENTOVÉ NÁROKY

10

1. Způsob výroby hydroxidu hlinitého s krystalickou strukturou bayerit z amorfního hydratovaného oxidu hlinitého, který se zbaví elektrolytů promytím vodou, pak se suspenduje ve vodě a amoniaku a pak se výsledná suspenze ponechá v klidu zrát při teplotě 10 až 40 °C po dobu 1 až 21 dní, **vyznačující se tím**, že molární poměr $\text{NH}_3 : \text{Al}$ v suspenzi je 0,2 až 0,6 : 1.

15

2. Způsob výroby podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že hydratovaný oxid hlinitý se mixuje ve vodě a amoniaku za vzniku nesedimentujících částic.

20

3. Způsob výroby podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že se k suspenzi hydroxidu hlinitého přidají před zráním očkovací krystaly bayeritu.

25

Konec dokumentu
