

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2004-732**
(22) Přihlášeno: **16.06.2004**
(40) Zveřejněno: **12.10.2005**
(**Věstník č. 10/2005**)
(47) Uděleno: **08.08.2005**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **12.10.2005**
(**Věstník č. 10/2005**)

(11) Číslo dokumentu:

295 743

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁷:

C 04 B 35/185

(56) Relevantní dokumenty:
CZ 293367 B6; CZ 294889 B6; US 3615778; US 4960738; JP 05097425 A.

(73) Majitel patentu:
Ústav anorganické chemie AV ČR, Řež u Prahy, CZ

(72) Původce:
Černý Zbyněk Ing. CSc., Praha, CZ
Čáseňský Bohuslav Ing. CSc., Praha, CZ
Hanykýř Vladimír Doc. Ing. DrSc., Řevnice, CZ
Macháček Jiří Ing. CSc., Kralupy nad Vltavou, CZ

(74) Zástupce:
Patentové a licenční služby SSČ AV ČR, tř. Politických
vězňů 7, Praha, 11121

(54) Název vynálezu:
**Způsob výroby amorfního mullitového
prekurzoru**

(57) Anotace:
Předmětem vynálezu je způsob výroby amorfního mullitového
prekurzoru z odpadního síranu hlinitoamonného a oxidu
křemičitého při teplotách 30 až 100 °C, spočívající v tom, že
se na alkalické roztoky hydratovaného oxidu křemičitého a
hydroxidu amonného současně působí síranem
hlinitoamonným v molárních poměrech (0,8 až 1,2) Si : 3 Al :
(7 až 12) NH₄.

CZ 295743 B6

Způsob výroby amorfního mullitového prekursoru

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu výroby amorfního mullitového prekursoru z odpadního síranu hlinitoamonného a oxidu křemičitého.

10 Dosavadní stav techniky

Mullit ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) je žádoucí složkou keramických hmot, porcelánu, šamotu a kameniny, a vytváří se v nich v podobě jehličkovitých krystalů z vhodné keramické suroviny v průběhu vypalovacího procesu.

15

Materiály obsahující mullit mají ve srovnání s normálními keramickými materiály získanými z kaolinu řadu žádaných vlastností, jako jsou vysoký dielektrický odpor, vysokou pevnost, tvrdost, chemickou odolnost vůči kyselinám i zásadám a odolnost proti změně teploty.

20

Proto jsou v keramickém průmyslu vyhledávány suroviny obsahující mullit a nebo využívány cesty k jejich získání z přírodních materiálů jako jsou kalcinace kaolinitu, které však nevedou k přípravě čistému mullitu a jsou technicky a energeticky náročné. Jako příklady lze uvést patentové spisy US 3 615 778, US 4 960 738 a CZ 293 367.

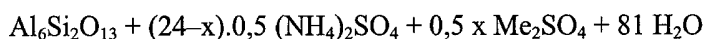
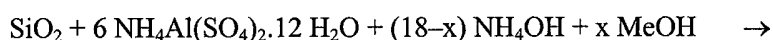
25

Podstata vynálezu

Způsob výroby amorfního mullitového prekursoru z odpadního síranu hlinitoamonného a oxidu křemičitého, spočívá podle vynálezu v tom, že amorfni mullitový prekursor se připravuje současným srážením alkalických roztoků hydratovaného oxidu křemičitého, hydroxidu amonného a síranu hlinitoamonného v molárních poměrech $(0,8 \text{ až } 1,2)\text{Si} : 3 \text{ Al} : (7 \text{ až } 12)\text{NH}_4$ při teplotách 30 až 100 °C.

35

Způsob tvorby mullitového prekursoru podle vynálezu lze vyjádřit následující rovnicí:



40

kde Me je Na, K; x je 0 až 4.

Amorfni mullitové prekursorů získané koprecipitací příslušných mullitových složek mají strukturu charakteristickou pro nanomateriály.

45

Jako zdroj oxidu křemičitého se používají vodné gely kyseliny křemičité nebo jejich solí, jako jsou vodní skla sodná nebo draselná.

50

Pro výrobu mullitového prekursoru lze podle vynálezu zpracovat *odpadní* síran hlinitoamonný (odpadní), který pochází z hydrochemické těžby uranových rud pomocí kyseliny sírové, a který představuje vážné ekologické nebezpečí v České republice.

Způsobem podle vynálezu se připravují vysoce amorfni mullitové prekursorů na úrovni nanočástic. Tato homogenita amorfniho charakteru materiálu a vysoká čistota umožňuje získat z těchto prekursorů mullitové koncentráty s vysokým obsahem mullitu již při teplotách do 1400 °C.

Příklady provedení vynálezu

Dále je vynález blíže osvětlen na příkladech provedení vynálezu.

5

Příklad 1

Do 1500 ml Erlenmeyerovy baňky opatřené magnetickým míchadlem, zpětným vodním chladičem a dávkovacím zařízením bylo předloženo 50g vodního sodného skla s obsahem 13,5 g SiO_2 a 4 g Na_2O (225 mmol Si, 129 mmol Na – koloidní roztok hydratovaného oxidu křemičitého s poměrem $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$ 3,5), 400 g vody a 300 g 24% NH_4OH (2118 mmol). Reakční směs byla zahřívána na teplotu 40 °C a za míchání bylo za 5 hod. přidáno po cca 1 g celkem 300 g síranu hlinitoamonného (662 mmol Al). Po nadávkování byla reakční směs ještě 1 hod. míchána a pak byl produkt zfiltrován a promyt do ztráty síranů (negativní reakce filtrátu s chloridem barnatým). Poté byl produkt sušen při 100 °C do konstantní váhy. Bylo získáno 71 g mullitového prekurzoru s obsahem do 0,5 % hmotn. zbytkových síranů a s plochou na 500 m²/g. Zahřátím na 1300 °C došlo ke ztrátě 33,3 % hmotn. a bylo získáno 47,3 g čistého mullitového koncentrátu, což představuje 98,7 % teoretického množství. Obsah mullitové fáze v koncentrátu po zahřátí na teplotu 1400 °C na dobu 10 min. byl minimálně 90 %; zbytek tvoří korund, cristobalit a amorfni SiO_2 .

20

Příklad 2

Do baňky jako v příkladu 1 bylo předloženo 14 g koloidního roztoku hydratovaného oxidu křemičitého s obsahem 40 % hmotn. SiO_2 a 0,3 % hmotn. Na_2O (93 mmol Si a 1,5 mmol Na), 50 g vody a 128 g 24% NH_4OH (903 mmol). Reakční směs byla zahřívána na teplotu 50 °C a za míchání k ní byla během 30min. přidána suspenze 114 g síranu hlinitoamonného v 800 g vody (251 mmol Al). Po nadávkování byla reakční směs ještě 1 hod. míchána a pak byl produkt odfiltrován a promyt do ztráty síranů (negativní reakce filtrátu s chloridem barnatým). Poté byl produkt sušen v sušárně při 100 °C do konstantní váhy. Bylo získáno 26,5 g mullitového prekurzoru s obsahem do 0,5 % hmotn. zbytkových síranů. Zahřátím na 1300 °C bylo získáno 18,6 g čistého mullitového koncentrátu, což představuje 93,6 % teoretického množství. Obsah mullitové fáze v koncentrátu po zahřátí na teplotu 1400 °C na dobu 10 min. byl minimálně 90 %, zbytek tvoří korund, cristobalit a amorfni SiO_2 .

35

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby podle vynálezu lze použít pro zpracování odpadního síranu hlinitoamonného k získání velmi čistého mullitu a speciálních mullitových materiálů.

40

45

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby amorfniho mullitového prekurzoru z odpadního síranu hlinitoamonného a oxidu křemičitého při teplotách 30 až 100 °C, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že se na alkalické roztoky hydratovaného oxidu křemičitého a hydroxidu amonného současně působí síranem hlinitoamonným v molárních poměrech (0,8 až 1,2) Si : 3 Al : (7 až 12) NH_4 .

50

Konec dokumentu

55