

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2000 - 4027

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **30.10.2000**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **12.06.2002**
(Věstník č. 6/2002)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 01 B 39/04

(71) Přihlašovatel:

**VÝZKUMNÝ ÚSTAV ANORGANICKÉ CHEMIE, A.
S., Ústí nad Labem, CZ;
UNIPETROL, A. S., Kralupy nad Vltavou, CZ;**

alkalického křemičitanu roztokem kyseliny sírové a síranu
hlinitého za vzniku suspenze o uniformní velikosti částic. pak
se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze a
sraženina se promyje roztokem dusičnanu amonného.

(72) Původce:

Tokarová Věnceslava Dr. Ing., Ústí nad Labem, CZ;
Gonsiorová Olga Ing., Kamenice nad Lipou, CZ;
Bortnovskij Oleg Ing., Ústí nad Labem, CZ;
Wichterlová Blanka Ing. CSc., Praha, CZ;
Čejka Jiří Ing. CSc., Libčice nad Vltavou, CZ;
Svoboda Karel Ing., Meziboří, CZ;
Čírová Alena Ing., Litvínov, CZ;
Soukup Aleš, Hoštka, CZ;
Košárková Jiřina, Ústí nad Labem, CZ;
Petrák Milan Ing., Ústí nad Labem, CZ;
Vošická Ivana, Ústí nad Labem, CZ;
Šťávovalá Gabriela Ing., Ústí nad Labem, CZ;

(74) Zástupce:

**Babický Stanislav Ing., Revoluční 84, Ústí nad Labem,
40001;**

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob výroby zeolitu Beta

(57) Anotace:

Vynález se týká způsobu výroby zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 % spočívá v tom, že se k připravenému prekursoru přidá vodný roztok tetraethylamoniumhydroxidu a očkovací krystaly zeolitu Beta. V takto připravené reakční směsi proběhne za míchání syntéza při teplotě 120 až 150 °C po dobu 1 až 14 dní. Prekursor se připraví srážením solu kyseliny křemičité roztokem hlinité soli za vzniku suspenze o uniformní velikosti částic. Pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze. Prekursor lze též připravit tak, že se nejprve vysráží sol kyseliny křemičité reakcí s roztokem hydroxidu-chloridu hlinitého obsahujícím 8 % hmotn. Al a 20 % hmotn. chloridových iontů. Poté se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze. Prekursor lze též připravit srážením roztoku

CZ 2000 - 4027 A3

Způsob výroby zeolitu Beta

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 % z prekursoru.

Dosavadní stav techniky

Zeolit Beta je širokopórézní krystalický aluminosilikát, jehož syntéza byla poprvé patentována v roce 1967 [US patent 3 308 069]. Při poměru atomů Si : Al ve struktuře větším než 12 : 1 vykazuje zeolit Beta vysokou strukturní a termální stabilitu. Jeho krystalická struktura obsahuje póry o velikosti 7,6 x 6,4 a 5,5 x 5,5 Å, tvořené dvanáctičlennými kruhy. Velikost pórů zeolitu Beta je výhodná v katalýze reakcí objemnějších organických molekul, které nemohou vstupovat do pórů středněpórézních zeolitů, jako je například velmi často používaný středněpórézní zeolit ZSM-5 s desetičlennými kruhy o velikosti pórů 5,4 x 5,6 Å a 5,1 x 5,5 Å.

Výhodnost zeolitu Beta se projevuje i v reakcích organických sloučenin katalyzovaných Lewisovými kyselinami. Pro tyto účely je nutné použít zeolit Beta v H-formě, kdy kationtové polohy ve struktuře jsou obsazeny H^+ ionty. Zeolit Beta v H-formě obsahuje silně kyselé katalytická centra Lewisova typu, která se uplatňují například při elektrofilních substitucích na benzenovém jádře při výrobě kumenu a ethylbenzenu.

Syntéza zeolitu Beta však probíhá v silně zásaditém prostředí za přítomnosti kationtů alkalických kovů a organických templátů, obsahujících kvarterní amoniové kationty, a sice tetraethylamoniové, které podmiňují vznik struktury zeolitu Beta. Zeolit Beta tudíž obsahuje v kationtových polohách pro kompenzaci náboje kationty alkalických kovů. Je tedy nutné převést jej do H-formy iontovou výměnou amonií kationty. Předtím je nutné provést deaminaci, při které se z pórů zeolitu Beta odstraní veškeré organické látky včetně tetraethylamoniových kationtů kalcinací. Pro aplikaci zeolitu Beta v kyselé katalyzované reakci musí být provedena deaminace zeolitu Beta v proudě inertního plynu nebo vzduchu při teplotě nad 400 °C.

Nevýhodou tohoto způsobu je přítomnost kationtů alkalických kovů, která vyžaduje deaminaci a následnou iontovou výměnu za vzniku zeolitu Beta v H-formě.

Pro aplikaci zeolitu Beta v kyselé katalýze je výhodné syntetizovat přímo zeolit Beta bez přítomnosti kationtů alkalických kovů a potřebnou zásaditost reakční směsi zajistit použitím tetraethylamoniumhydroxidu, který je silnou zásadou. Zeolit Beta je pak po vysušení a aktivaci kalcinací přímo v H-formě a deaminace ani následná iontová výměna není nutná.

Později bylo ověřeno [Cambor et al., Stud. Surf. Sci. Catal 105, 341-348 (1997)], že přítomnost kationtů alkalických kovů není pro výrobu zeolitu Beta nutná.

Španělská přihláška vynálezu [P9501552] uvádí, že syntéza zeolitu Beta je možná při relativně vysokém množství tetraethylamoniumhydroxidu a s použitím tetraethylorthosilikátu jako zdroje křemíku.

Nevýhodou tohoto způsobu je velká spotřeba tetraethylamoniumhydroxidu a použití tetraethylorthosilikátu.

V další přihlášce vynálezu [PCT/EP97/01349] je popsána metoda syntézy zeolitu Beta s použitím tetraethylorthosilikátu jako zdroje křemíku a v přítomnosti fluoridových aniontů, která zpravidla vede k větším krystalům nevhodným pro aplikace v katalýze. V obou patentových spisech je uveden výtěžek zeolitu Beta větší než 20 % výchozí reakční směsi.

Nevýhodou tohoto způsobu je použití tetraethylorthosilikátu a značného množství tetraethylamoniumhydroxidu (ve všech příkladech přihlášky vynálezu [PCT/EP97/01349] je molární poměr tetraethylamoniumhydroxidu : SiO_2 větší než 0,5 : 1).

Jiná přihláška vynálezu [PCT/EP/94/02458] popisuje syntézu zeolitu Beta za tlaku ethylenu, vzniklého v důsledku přidání ethanolu do reakční směsi. Jako zdroj křemíku byl použit koloidní oxid křemičitý, dále byl do reakční směsi přidán peroxid vodíku. Molární poměr tetraethylamoniumhydroxidu : SiO_2 byl větší než 0,5 : 1. Uvádí se zde výtěžek zeolitu Beta 42 % z celkové hmotnosti $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$.

Nevýhodou tohoto způsobu je tlak ethylenu, použití koloidního oxidu křemičitého a nízký výtěžek.

Způsob syntézy zeolitu Beta poskytující vysoký výtěžek při použití alternativních surovin křemíku a hliníku, avšak v přítomnosti kationtů alkalických kovů, byl popsán v amerických patentech [US 4 847 055 a 5 427 765]. V těchto patentech byl pro syntézu zeolitu Beta použit speciálně připravený prekursor, kterým je amorfni alumosilikát nebo silikát o definované uniformní velikosti částic, který má i při vysokém podílu sušiny nízkou viskozitu a je tedy dobře míchatelný.

Nevýhodou tohoto způsobu je přítomnost kationtů alkalických kovů v reakční směsi, a tudíž i v kationtových polohách syntetizovaného zeolitu, která je uvedena jak v příkladech, tak i v patentových nárocích obou patentů.

Podstata vynálezu

Výše uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 % z prekursoru, charakterizovaný tím, že se nejprve připraví prekursor reakcí roztoků obsahujících zdroj křemíku a hliníku za vzniku amorfni alumosilikátu s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 %. K němu se přidá vodný roztok tetraethylamoniumhydroxidu v molárním poměru ku SiO_2 v prekursoru 0,14 : 1 až 0,5 : 1 a očkovací krystaly zeolitu Beta v množství 1 až 10 % hmotn. vzhledem k SiO_2 v prekursoru. V takto připravené reakční směsi proběhne za míchání syntéza při teplotě 120 až 150 °C po dobu 1 až 14 dní.

Výhodné provedení tohoto způsobu spočívá v tom, že se prekursor připraví tak, že se nejprve vysráží sol kyseliny křemičité s obsahem 13,5 % hmotn. SiO_2 a méně než 0,01 % kationtů alkalických kovů reakcí s vodným roztokem dusičnanu hlinitého s obsahem 33,2 % hmotn. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ a pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze.

Jiný možný způsob výroby probíhá tak, že se nejprve vysráží vodný roztok křemičitanu sodného s obsahem 15 % hmotn. SiO_2 a 4,4 % hmotn. Na_2O vodným roztokem síranu hlinitého a kyseliny sírové s obsahem 3,3 % hmotn. Al_2O_3 a 25,5 % hmotn. SO_4^{2-} při pH 7,5 až 8. Pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí

kapalná fáze a prekursor se promyje 5 litry roztoku dusičnanu amonného o koncentraci 0,5 mol/l na 1 kg sraženiny.

Další výhodný způsob výroby lze charakterizovat tak, že se prekursor připraví tak, že se nejprve vysráží sol kyseliny křemičité obsahující 26 % hmotn. SiO_2 a 1,72 % hmotn. NH_3 reakcí s roztokem hydroxidu-chloridu hlinitého obsahujícím 8 % hmotn. Al a 20 % hmotn. chloridových iontů, poté se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze.

Výhodou způsobu výroby zeolitu Beta podle vynálezu proti dosavadnímu stavu techniky je poměrně nízká spotřeba tetraethylamoniumhydroxidu. Další výhodou je to, že syntéza zeolitu Beta bez kationtů alkalických kovů nevyžaduje tetraethylorthosilikát jako zdroj křemíku ani přítomnost ethylenu. Výhodnost způsobu výroby zeolitu Beta podle vynálezu spočívá v nalezení postupu přípravy prekursoru, tj. speciálně připraveného alumosilikátu o uniformní velikosti částic, který obsahuje méně než 0,01 % kationtů alkalických kovů a je tudíž vhodný k syntéze zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 %.

Prekursor je suspenze jemně vysráženého alumosilikátu o definované velikosti částic v rozsahu 3 až 10 nm, která je málo viskózní a tedy i dobře míchatelná i při vysokém obsahu sušiny, což umožňuje syntetizovat zeolit Beta v H-formě s výtěžností až 25 % z celkové hmotnosti reakčního gelu včetně vody při více než 99% výtěžku vzhledem k celkové hmotnosti $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$. Navíc jsou atomy hliníku v prekursoru rovnoměrně distribuovány, což při syntéze zeolitu Beta vede k pravidelnému uspořádání hliníkových atomů ve struktuře. Kdyby nebylo dosaženo rovnoměrného zabudování hliníkových atomů do struktury prekursoru a uniformní velikosti částic, následná syntéza zeolitu Beta v H-formě by byla mnohem obtížnější s vyšší pravděpodobností výskytu fázových nečistot.

Příklady provedení vynálezu

Poznámka: Hodnota krystalinity, uvedená v tabulkách, se vztahuje k průmyslovému vzorku komerčně vyráběného zeolitu Beta.

Příklad 1

Syntéza zeolitu Beta z prekursoru připraveného z roztoku křemičitanu sodného

a) Příprava prekursoru

Do průtočného intenzivně míchaného reaktoru byl přiváděn vodný roztok křemičitanu sodného (roztok 1, obsahující 15 % hmotn. SiO_2 , 4,4 % hmotn. Na_2O a 0,004 % hmotn. Al_2O_3) průtokem 1,2 kg/h, který se srážel vodným roztokem síranu hlinitého a kyseliny sírové (roztok 2, obsahující 3,3 % hmotn. Al_2O_3 a 25,5 % hmotn. SO_4^{2-}) přiváděným průtokem 0,32 kg/h. Střední doba zdržení v reaktoru byla 12,5 min. Výsledná suspenze na výstupu z reaktoru měla kašovitý charakter. Hodnota pH byla udržována v intervalu 7,5 až 8 regulací průtoku roztoku 2. Reakce probíhala při laboratorní teplotě.

Prekursor ve formě suspenze byl pak zfiltrován a filtrační koláč promyt roztokem dusičnanu amonného o koncentraci 0,5 mol/l a destilovanou vodou. Na 1 litr surového

prekurzoru bylo třeba 2 litry roztoku dusičnanu amonného, získáno bylo 420 g hotového prekurzoru s 30 % sušiny, obsahující $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$ v molárním poměru $\text{Si} : \text{Al} = 13,5 : 1$.

b) Syntéza zeolitu Beta

Do nádoby o objemu 150 ml bylo předloženo 57,2 g 36,9% vodného roztoku tetraethylamoniumhydroxidu (dále též TEOH) a 0,38 g zeolitu Beta jako očkovací krystaly, pak bylo po malých dávkách přidáno 100 g prekurzoru (obsah sušiny 30,6 % hmotn., $\text{Si} : \text{Al} = 13,5 : 1$). Výsledná suspenze byla míchána celkem 30 minut. Směs byla umístěna do čtyř autoklávů o objemu 100 ml, kde za stálého otáčení o frekvenci 45 ot/min proběhla syntéza v sušárně při 135 °C. Doba syntézy byla v jednotlivých autoklávech různá, a to 24 h, 64,5 h, 88,5 h a 112,5 h.

Tabulka 1: Výsledky syntézy zeolitu Beta dle příkladu 1

Číslo syntézy	doba syntézy (hod)	molární poměr TEOH : SiO_2	molární poměr $\text{Si} : \text{Al}$ v zeolitu	krystalinita (%)	velikost částic (μm)
Beta-18	24	0,3	13,5	80	0,2
Beta-19	64,5	0,3	13,5	101	0,2
Beta-20	88,5	0,3	13,5	107	0,2
Beta-21	112,5	0,3	13,5	108	0,2

Příklad 2

Syntéza zeolitu Beta z prekurzoru připraveného ze solu kyseliny křemičité

a) Příprava prekurzoru

Pro kontinuální srážení prekurzoru byl připraven roztok 1, tj. roztok solu kyseliny křemičité obsahující 13,5 % hmotn. SiO_2 a 0,8 % hmotn. NH_3 , a roztok 2, obsahující 33,2 % hmotn. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$.

Srážení probíhalo v kontinuálním reaktoru při poměru průtoků roztoku 1 : roztok 2 = 11,7 : 1 a střední době zdržení 12,5 min.

Prekurzor ve formě suspenze byl odstředěn na filtrační odstředivce. Výsledný prekurzor měl obsah sušiny 36 % a molární poměr $\text{Si} : \text{Al} = 28 : 1$.

b) Syntéza zeolitu Beta

Do nádoby o objemu 150 ml bylo předloženo 45,2 g 40,8% vodného roztoku TEOH a 0,44 g očkovacích krystalů zeolitu Beta. Pak bylo po malých dávkách přidáno 100 g prekurzoru (obsah sušiny 36,2 % hmotn., $\text{Si} : \text{Al} = 27,8 : 1$). Výsledná suspenze byla míchána celkem 30 minut. Směs byla umístěna do dvou autoklávů o objemu 100 ml, kde za stálého otáčení o frekvenci 45 ot/min proběhla syntéza v autoklávu 1 v sušárně při 135 °C po dobu 66 hodin a v autoklávu 2 v jiné sušárně při 120 °C po dobu 340 hodin.

Tabulka 2: Výsledky syntézy zeolitu Beta dle příkladu 2

Číslo syntézy	molární poměr TEAOH : SiO ₂	molární poměr Si : Al v zeolitu	krystalinita
Beta-37/1	0,22	27,8	92
Beta-37/2	0,22	27,8	95

Příklad 3

Syntéza zeolitu Beta z prekursoru připraveného z roztoku křemičitanu sodného

a) Příprava prekursoru

Do průtočného intenzivně míchaného reaktoru byl přiváděn vodný roztok křemičitanu sodného (roztok 1, obsahující 15 % hmotn. SiO₂, 4,4 % hmotn. Na₂O a 0,004 % hmotn. Al₂O₃) průtokem 1,2 kg/h, který se srážel vodným roztokem síranu hlinitého a kyseliny sírové (roztok 2, obsahující 3,3 % hmotn. Al₂O₃ a 25,5 % hmotn. SO₄²⁻) přiváděným průtokem 0,32 kg/h. Střední doba zdržení v reaktoru byla 12,5 min. Výsledná suspenze na výstupu z reaktoru měla kašovitý charakter. Hodnota pH byla udržována v intervalu 7,5 až 8 regulací průtoku roztoku 2. Reakce probíhala při laboratorní teplotě.

Prekursor ve formě suspenze byl pak zfiltrován a filtrační koláč promyt roztokem dusičnanu amonného o koncentraci 0,5 mol/l a destilovanou vodou. Na 7,5 litru surového prekursoru bylo třeba 15 litrů roztoku dusičnanu amonného, získáno bylo 3,1 kg hotového prekursoru s 30 % sušiny, obsahující SiO₂ + Al₂O₃ v molárním poměru Si : Al = 12 : 1.

b) Syntéza zeolitu Beta

Do nádoby o objemu 5 l bylo předloženo 1433 g 45,7% vodného roztoku TEAOH a 10,6 g zeolitu Beta jako očkovací krystaly. Pak bylo po malých dávkách přidáno 3100 g prekursoru (obsah sušiny 30,4 %, Si : Al = 12 : 1). Výsledná suspenze byla míchána celkem 30 minut. Reakční směs byla umístěna do autoklávu o objemu 5 l, kde proběhla syntéza za míchání kotvovým míchadlem při 135 °C po dobu 6 dní.

Tabulka 3: Výsledky syntézy zeolitu Beta dle příkladu 3

Číslo syntézy	poměr TEAOH : SiO ₂	molární poměr Si : Al v zeolitu	krystalinita (%)
Beta-4V	0,3	13	100

Příklad 4

Syntéza zeolitu Beta z prekursoru připraveného ze solu kyseliny křemičité

a) Příprava prekursoru

Pro kontinuální srážení prekursoru byl použit roztok 1, tj. roztok solu kyseliny křemičité obsahující 13,5 % hmotn. SiO_2 a 0,8 % hmotn. NH_3 , který byl srážen roztokem 2, obsahujícím 33,2 % hmotn. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$.

Srážení probíhalo v kontinuálním reaktoru při poměru průtoků roztoku 1 : roztok 2 = 11,7 : 1 a střední době zdržení 12,5 min.

Prekursor ve formě suspenze byl odstředěn na filtrační odstředivce. Výsledný prekursor měl obsah sušiny 36 % a molární poměr Si : Al = 28 : 1.

b) Syntéza zeolitu Beta

Do nádoby o objemu 150 ml bylo předloženo 34,8 g 36,9% vodného roztoku TEAOH, 0,88 g očkovacích krystalů zeolitu Beta a po malých dávkách bylo přidáno 100 g prekursoru za míchání. Polovina reakční směsi byla umístěna do autoklávu 1, k druhé polovině bylo přidáno 40,6 g 36,9% vodného roztoku tetraethylamoniumhydroxidu. Pak byla tato druhá reakční směs umístěna do autoklávu 2. Syntéza probíhala v autoklávech za otáčení v sušárně při 135 °C po dobu 5 dní.

Tabulka 4: Výsledky syntézy zeolitu Beta dle příkladu 4

Číslo syntézy	molární poměr $\text{TEAOH} : \text{SiO}_2$	molární poměr Si : Al v zeolitu	krystalinita (%)
Beta-17/1	0,14	28	60
Beta-17/2	0,5	28	100

Příklad 5

Syntéza zeolitu Beta z prekursoru připraveného ze solu kyseliny křemičité

a) Příprava prekursoru

Do míchané nádoby se přiváděl konstantním průtokem roztok solu kyseliny křemičité obsahující 26 % hmotn. SiO_2 a 1,7 % hmotn. NH_3 a roztok hydroxidu-chloridu hlinitého obsahující 8 % hmotn. Al a 20 % hmotn. chloridových iontů. Srážení probíhalo celkem 45 minut, celkové množství roztoku solu kyseliny křemičité bylo 537 g, roztoku hydroxidu-chloridu hlinitého bylo použito celkem 58,1 g. Vzniklá suspenze byla odstředěna a pevná fáze byla použita jako prekursor pro syntézu zeolitu Beta.

b) Syntéza zeolitu Beta

K 50 g prekurzoru s obsahem sušiny 38 % bylo přidáno 28,5 g 45,8% roztoku TEAOH a 0,23 g očkovacích krystalů zeolitu Beta. Syntéza probíhala 72 hodin při 135 °C. Z reakční směsi bylo získáno 25 g zeolitu Beta.

Tabulka 5: Výsledky syntézy zeolitu Beta dle příkladu 5

Číslo syntézy	molární poměr TEAOH : SiO ₂	molární poměr Si : Al v zeolitu	krystalinita (%)
Beta-50	0,3	13,5	100

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby zeolitu Beta podle vynálezu je využitelný při výrobě zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 %.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby zeolitu Beta s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 % z prekursoru, vyznačující se tím, že se nejprve připraví prekursor reakcí roztoků obsahujících zdroj křemíku a hliníku za vzniku amorfního alumosilikátu s obsahem kationtů alkalických kovů menším než 0,01 %, k němu se přidá vodný roztok tetraethylamoniumhydroxidu v molárním poměru ku SiO_2 v prekursoru 0,14 : 1 až 0,5 : 1 a očkovací krystaly zeolitu Beta v hmotnostním poměru ku SiO_2 v prekursoru 1 : 10 až 1 : 100 a v takto připravené reakční směsi proběhne za míchání syntéza při teplotě 120 až 150 °C po dobu 1 až 14 dní.
2. Způsob výroby podle nároku 1 vyznačující se tím, že se prekursor připraví tak, že se nejprve vysráží sol kyseliny křemičité s obsahem SiO_2 13,5 % hmotn. a kationtů alkalických kovů menším než 0,01 % reakcí s vodným roztokem dusičnanu hlinitého s obsahem 33,2 % hmotn. $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ a pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze.
3. Způsob výroby podle nároku 1 vyznačující se tím, že se prekursor připraví tak, že se nejprve vysráží vodný roztok křemičitanu sodného s obsahem 15 % hmotn. SiO_2 a 4,4 % hmotn. Na_2O reakcí s vodným roztokem síranu hlinitého a kyseliny sírové s obsahem 3,3 % hmotn. Al_2O_3 a 25,5 % hmotn. SO_4^{2-} při pH 7,5 až 8 a pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze a prekursor se promyje 5 litry roztoku dusičnanu amonného o koncentraci 0,5 mol/l na 1 kg sraženiny.
4. Způsob výroby podle nároku 1 vyznačující se tím, že se prekursor připraví tak, že se nejprve vysráží sol kyseliny křemičité obsahující 26 % hmotn. SiO_2 a 1,72 % hmotn. NH_3 reakcí s roztokem hydroxidu-chloridu hlinitého obsahujícím 8 % hmotn. Al a 20 % hmotn. chloridových iontů a pak se od prekursoru ve formě sraženiny oddělí kapalná fáze.