

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



URZĄD
PATENTOWY
RP

OPIS PATENTOWY

154 070

Patent dodatkowy
do patentu nr -----

Zgłoszono: 87 07 09 /P. 266769/

Pierwszeństwo ----

Zgłoszenie ogłoszono: 89 01 23

Opis patentowy opublikowano: 1991 10 31

Int. Cl⁵ C01F 7/02

CZYTELNIA
OGÓLNA

Twórcy wynalazku: Józef Wrzyszczyk, Zofia Jaworska-Galas,
Michał Kołodko, Stanisław Janiak

Uprawniony z patentu: Instytut Niskich Temperatur i Badań Strukturalnych PAN,
Wrocław /Polska/;
Przedsiębiorstwo Wdrażania i Upowszechniania Postępu
Technicznego i Organizacyjnego "POSTEOR",
Wrocław /Polska/

SPOSÓB OTRZYMYWANIA KOLOIDALNEGO WŁÓKNISTEGO WODOROTLENKU GLINU

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania włóknistego wodorotlenku glinu, o strukturze bemitu, który jest zdolny do tworzenia zoli w roztworach wodnych.

Znane są sposoby otrzymywania wodorotlenku glinu w formie włóknistej, tworzącego roztwory koloidalne lub zole. Wytwarzane są one na bazie wodorotlenków glinu o strukturze reaktywnej, otrzymywanych różnymi sposobami. Najczęściej tego rodzaju wodorotlenki glinu są otrzymywane z zasadowych soli glinu lub świeżo wytrąconych wodorotlenków glinu - patent USA nr 2 915 475. Z patentu RFN nr 1 185 595 wynika, że surowcem do syntezy jest wodorotlenek glinu otrzymany przez hydrolizę alkoholatów glinu. Włókniste wodorotlenki glinu można otrzymać również z bayerytu lub gipsytu. W tym celu należy te surowce podgrzać do wysokich temperatur. Podgrzanie to musi nastąpić w bardzo krótkim czasie, rzędu ułamków sekund do kilku sekund. Otrzymane w ten sposób wodorotlenki glinu są reaktywne. Poddaje się je następnie działaniu kwasów mineralnych lub organicznych w obecności wody, miesza się i ogrzewa w temp. od 120 - 240°C. Czas ogrzewania zależy od temperatury i tak w temperaturze 120°C należy ogrzewać np. 16 godz., a w temp. powyżej 200°C wystarczy ogrzewać około 20 minut. Wymienione wyżej metody otrzymywania włóknistego wodorotlenku glinu mają szereg niedogodności. Wymagane są np. drogie surowce, takie jak zasadowe sole lub alkoholany glinu. Sporządzanie świeżo wytrąconych wodorotlenków glinu z glinianów lub soli glinu za pomocą kwasów lub zasad, powoduje powstawanie ciężkich odpadów i jest materiałochłonne. Kalcynacja jest z kolei energochłonna i wymaga odpowiednich urządzeń.

Sposób według wynalazku polega na tym, że techniczny gipsyt o wzorze $Al(OH)_3$, otrzymany metodą spiekowo-rozpadową rozdrabnia się do uziarnienia kryształów poniżej 1 μm . Na podstawie znanego stanu techniki nie można było przewidzieć w sposób oczywisty, że rozdrobniony gipsyt będzie reaktywny. Gipsyt z procesu spiekowo-rozpadowego produkowany dla celów

hutniczych /J.Grzymek - "Rudy i Metale Nieżelazne" - nr 5 str.219 - 1967 r./ posiada zwykle krystality od 10 - 300 μm . Ma on charakterystyczną strukturę rentgenowską:

d = 4,85	intensywność: 100
d = 4,37	39
d = 4,32	19
d = 2,45	15
d = 2,38	21

Surowy, nie rozdrobniony gipsyt w warunkach hydrotermalnych nie jest reaktywny i nie daje włóknistego bemitu. Rozdrobnieniu gipsytu towarzyszy "amorfizacja" objawiająca się zanikaniem w dyfraktogramach głównych relaksów charakterystycznych dla gipsytu. Nieoczekiwanie okazało się, że silnie rozdrobniony gipsyt, którego średnia wielkość krystalitów jest mniejsza od 1 μm jest reaktywny.

W celu dalszego przetworzenia rozdrobnionego gipsytu we włóknisty wodorotlenek glinu postępuje się według znanych metod. Sporządza się zawiesinę wodną zawierającą od 1 - 15% suchej masy /w przeliczeniu na Al_2O_3 /. Do tej zawiesiny dodaje się jednorodnych kwasów mineralnych lub organicznych, takich jak np. HCl , HNO_3 , HClO_4 , kwas octowy lub mrówkowy. Stosunek kwasu do Al_2O_3 może molowo wynosić od 2:1 do 0,5:1, korzystnie 1:1. Następnie mieszaninę składającą się ze zmielonego gipsytu, kwasu i wody miesza się w autoklawie i ogrzewa w temperaturze od 120 - 240°C. Czas ogrzewania zależy od temperatury i tak w temp. 120°C należy ogrzewać dłużej, np. 16 godz., a w temp. powyżej 200°C wystarczający jest czas około 20 min. Oglądane tego typu produkty pod mikroskopem elektronowym mają postać włókien o rozmiarach około: 30 - 70 x 150 - 250 x 700 - 1000 \AA

P r z y k ł a d I. 25 gramów technicznego gipsytu otrzymanego metodą spiekowo-rozpadową miele się w młynie kulowym przez 26 godzin. Uzyskuje się proszek, którego 97% posiada wymiary poniżej 1 μm . Proszek ten miesza się z 390 g wody zawierającej 65 g lodowatego kwasu octowego i przenosi się mieszaninę do 0,5 l autoklawu, w którym przy włączonym mieszadle magnetycznym ogrzewa się ją do temp. 162°C utrzymując tę temperaturę przez 4 godz., a następnie szybko schładza w ciągu 12 min. do temp. 60°C i rozładowuje autoklaw. Otrzymuje się przereagowanie gipsytu w 98% w zol, którego refleksy rentgenowskie odpowiadają refleksom bemitowym. Włókna posiadają wymiary około 65 x 200 x 900 \AA .

P r z y k ł a d II. 500 g gipsytu miele się w młynie strumieniowym typu "Jet" i otrzymuje proszek, którego 95% posiada wymiary poniżej 1 μm . Proszek ten miesza się z 3,8 l wody zawierającej 300 g kwasu azotowego i otrzymaną zawiesinę przenosi do kwasoodpornego 6 l autoklawu, w którym przy pracującym mieszadle ogrzewa się ją do temp. 168°C. Proces prowadzi się w tej temp. przez 4,5 godz., a następnie autoklaw schładza się przy wykorzystaniu wewnętrznej chłodnicy do temp. 125°C i rozładowuje wypuszczając zawartość przez chłodnicę zewnętrzną. Metodą tą uzyskuje się przereagowanie gipsytu w 92%. Otrzymuje się włóknisty zol o strukturze bemitu, którego włókna posiadają wymiary około 40 x 250 x 1100 \AA .

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób otrzymywania koloidalnego, włóknistego wodorotlenku glinu, polegający na ogrzaniu reaktywnego wodorotlenku glinu w zawiesinie wodnej, zawierającej kwasy mineralne lub organiczne, w temperaturze 120°C - 240°C przez czas od 16 godz. do 20 min., z n a m i e n n y t y m, że jako wodorotlenek glinu stosuje się rozdrobniony gipsyt otrzymany metodą spiekowo-rozpadową o uziarnieniu poniżej 1 μm .