

PATENTOVÝ SPIS

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

- (21) Číslo přihlášky: **1999-3627**
(22) Přihlášeno: **17.04.1998**
(30) Právo přednosti: **18.04.1997** US **1997/844481**
(40) Zveřejněno: **17.05.2000**
(**Věstník č. 5/2000**)
(47) Uděleno: **15.03.2007**
(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **25.04.2007**
(**Věstník č. 17/2007**)
(86) PCT číslo: **PCT/US1998/007876**
(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 1998/047815**

(11) Číslo dokumentu:

297 906

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.:
C01B 35/12 (2006.01)

- (56) Relevantní dokumenty:
US 4683126; SU 1754656; US 4179493.

- (73) Majitel patentu:
U. S. BORAX INC., Valencia, CA, US
(72) Původce:
Schubert David M., Los Angeles, CA, US
(74) Zástupce:
JUDr. Petr Kalenský, Hálkova 2, Praha 2, 12000

- (54) Název vynálezu:
**Způsob výroby krystalického tetrahydrátu
hexaboritanu vápenatého**

- (57) Anotace:
Způsob spočívá v tom, že se nechá reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě 60 až 85 °C, přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě je větší než 0,25:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité je 0,05 až 0,15:1 a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň 25 % hmotn. nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu a z tohoto produktu se krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého oddělí. Dehydratace tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého se provádí při teplotě nad 325 °C. Produkt je vhodný například pro výrobu zvlákňovatelného skla pro textilní účely, jakožto zpomalovač hoření například pro plasty a pro kaučukové polymery, pro celulósově hmoty, pro pryskyřice a oleje a také pro výrobu oceli a keramiky.

CZ 297906 B6

Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého

Oblast techniky

- 5 Vynález se týká způsobu výroby boritanu vápenatého a zvláště zlepšeného způsobu výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého, což je syntetická forma minerálu nobleit. Způsob výroby je založen na reakci kyseliny borité a vápna ve vodné suspenzi.

Dosavadní stav techniky

- 10 Boritany vápenaté mají průmyslové použití. Používá se jich jakožto zdroje boru ve výrobě zvláknovatelného skla, kde žádané složení skla vyžaduje eliminaci přísady sodíku, jako je v případě zvláknovatelného skla pro textilní účely. Jsou užitečné také jakožto zpomalovače hoření například pro plasty a pro kaučukové polymery, pro celulósově hmoty, pro pryskyřice a oleje. Kromě
15 toho jsou užitečné pro výrobu oceli a keramiky.

- Jsou známy různé sloučeniny boritanu vápenatého, jak přírodní tak syntetické, přičemž jde většinou o hydratované sloučeniny. Přírodně se vyskytující boritany vápenaté, které se běžně průmyslově používají, jsou colemanit, chemickým složením $2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, a ulexit a běžné sodno-
20 vápenaté boritany chemickým složením $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{Ca}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$. Nedostatkem těchto přírodně se vyskytujících kalciumboritanových minerálů je obsah minerálních nečistot, potřeba jemného mletí, pokud jsou žádoucí velmi jemné částice například k dosažení jemných disperzí v polymerních pryskyřicích v případě použití jako zpomalovačů hoření a v případě ulexitu obsah sodíku a podstatný obsah vody. Hmotnostní obsah boritanu v colemanitu a v ulexitu je přibližně
15 51 % B_2O_3 a 43 % B_2O_3 .

- 25 Známé syntetické boritany vápenaté zahrnují tetrahydrátové a hexahydrátové formy metaboritanu vápenatého chemickým složením $\text{CaO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ a $\text{CaO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, které obsahují přibližně 35 % B_2O_3 a 30 % B_2O_3 . Jakkoliv tyto syntetické sloučeniny by mohly být vysoce čisté, jelikož jsou prosty minerálních nečistot, které jsou v přírodně se vyskytujícím colemanitu a v ulexitu, mají poměrně nízký obsah boritanu. Syntetický gowerit, sestávající z pentahydrátu hexaboritanu
30 vápenatého ($\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) obsahuje přibližně 59 % B_2O_3 , což je podstatně více než v kalciummetaboritanových sloučeninách. Avšak gowerit má sklon krystalizovat ve hrubých granulačních formách, takže vyžaduje drcení k dosažení jemných velikostí částic, potřebných pro mnohá použití.

- 35 Tetrahydrát hexaboritanu vápenatého, chemickým složením $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, má stejný poměr boru k vápníku jako syntetický gowerit, obsahuje však méně vody. Při 62% obsahu oxidu boritého má vyšší obsah boritanu než gowerit, metaboritan vápenatý a minerály colemanit a ulexit. Je známo, že se přírodně vyskytuje jako minerál nobleit, avšak v přírodě se nenachází v průmyslově využitelných množstvích.

- 40 Jsou známy různé způsoby výroby syntetických forem minerálů nobleit a gowerit. Například se syntetický nobleit může vyrábět hydrotermálním zpracováním meyerhofferitu ($2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) v roztoku kyseliny borité po dobu osmi dnů při teplotě 85 °C (spis US 3 337 292).

- 45 Ditte (Acad. Sci. Paris Coptes rendus 77, str. 783 až 785, 1873) popsal vytváření boritanů vápenatých reakcí islandského kalcitu s nasyceným roztokem kyseliny borité. Vzniklá sůl je popsána jako malé jehličky „hydratovaného boritanu vápenatého“. Následně Erd, McAllister a Vlisidis (Američan Mineralogist 46, str. 560 až 571, 1961) označili Dittův produkt jako nobleit. Erd a kol. také syntetizovali nobleit mícháním oxidu vápenatého a kyseliny borité ve vodě po dobu 30 hodin při teplotě 48 °C a pak udržováním produktu na teplotě 68 °C po dobu 10 dnů.

- 50 Kemp (The Chemistry of Borates, část I, str. 70, 1956) uvádí, že vodný roztok kyseliny borité, udržovaný na teplotě 40 °C po dobu tří týdnů ukládá směs $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ a $2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Podle Supplement to Mellor's Comprehensive Treatise on Inorganic and Theoretical

Chemistry, svazek V, část A, Boron-Oxygen Compounds, str. 550 až 551, 1980, existuje $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ jakožto pevná fáze v systému: $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{H}_2\text{O}$ a $\text{CaO}-\text{NaCl}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{H}_2\text{O}$ při teplotě 25°C a při hodnotě pH 5,5 až 6,5. Hydrotermální zpracování meyrhofferitu v roztoku kyseliny borité při teplotě 85 až 250°C produkuje krystaly jak tetrahydrátu, tak pentahydrátu spolu s ginoritem (Chemického složení $2\text{CaO} \cdot 7\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$).

Mellor dále uvádí, že nobleit je stabilní fází v systému $\text{CaO} \cdot \text{B}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ při teplotě 25 a 45°C a vytváří se také z vodné směsi vápna (oxidu vápenatého) a kyseliny borité při teplotě 60°C . Mellor také uvádí na str. 551, že $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (gowerit) se vytváří z vápna a z kyseliny borité ve vodném prostředí při teplotě 100°C .

Lehmann a kol. (Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie, svazek 346, str. 12 až 20, 1966, uvádí, že vytváření goweritu z oxidu vápenatého a z kyseliny borité a z vody je podporována poměrně vysokou teplotou (100°C) a vyšší koncentrací oxidu vápenatého, přičemž vytváření nobleitu probíhá převážně v mnohem zředěnějších roztocích s nižším obsahem oxidu vápenatého a při nižší teplotě (60°C).

Podle vynálezu se zjistilo, že nová krystalická sloučenina tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého, mající typický krystalický habitus, se může připravovat reakcí vápna s kyselinou boritou ve vodné suspenzi při teplotě přibližně 60 až 85°C , za podmínky, že konečná koncentrace nerozpuštěné pevné látky ve vodném produktu je vysoká a molární poměr přidaného vápna a kyseliny borité ($\text{CaO}:\text{H}_3\text{BO}_3$) je v určitých hranicích. Vzniklý krystalický tetrahydrátový produkt má obecně žádoucí krystalický habitus sestávající z tenkých prorostlých destiček uspořádaných v téměř kulovitých radiálních shlucích.

Podstata vynálezu

Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého, spočívá podle vynálezu v tom, že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě v rozmezí 60 až 85°C , přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě ($\text{H}_3\text{BO}_3:\text{H}_2\text{O}$) je větší než 0,25:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité ($\text{CaO}:\text{H}_3\text{BO}_3$) je v rozmezí 0,05 až 0,15:1 a reakční složky jsou obsaženy v množství k vytvoření alespoň hmotnostně 25 % nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu a z vodného suspenzního produktu se krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého oddělí.

Nová krystalická sloučenina tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého má obecně žádoucí krystalický habitus sestávající z tenkých prorostlých destiček uspořádaných v téměř kulovitých radiálních shlucích.

Způsob podle vynálezu je rychlý, výtěžek produktu je vysoký a produkt má příznivé charakteristiky, jako jsou rozdělení jemných částic, dobré tokové vlastnosti a dobrá manipulovatelnost. Kromě toho má nový krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého typický krystalický habitus.

Při způsobu podle vynálezu se nechávají reagovat kyselina boritá a vápno ve vodě při teplotách v rozmezí 60 až 85°C za vzniku krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého. Výhodnou je reakční teplota v rozmezí 70 až 85°C . Vysoká koncentrace nerozpuštěných pevných látek v reakční směsi je žádoucí, aby se získalo hmotnostně alespoň 25 a s výhodou alespoň 30 % nerozpuštěných pevných látek v konečné produktové suspenzi.

Koncentrace reakčních složek je důležitá pro produkci tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého způsobem podle vynálezu. Zvláště vysoký poměr kyseliny borité k vodě v reakční směsi produkuje nobleit spíše než gowerit za podmínek zvýšených teplot podle vynálezu. Kyselina boritá, která je vysoce rozpustná ve vodě při vysokých teplotách, se má přidávat v množstvích, která jsou podstatně větší než je hranice rozpustnosti, aby se při těchto teplotách vytvářel nobleit. Molární poměr kyseliny borité k vodě ($\text{H}_3\text{BO}_3:\text{H}_2\text{O}$) ve výchozí směsi má být větší než 0,25:1,

například v rozmezí 0,25 až 0,5:1 a s výhodou v rozmezí 0,3 až 0,45:1. To je podstatně vyšší než hranice rozpustnosti kyseliny borité při teplotě v rozmezí 60 až 85 °C, která je v rozmezí přibližně 0,04 až 0,08 mol kyseliny borité na mol vody.

5 Molární poměr vápna ke kyselině borité ($\text{CaO}:\text{H}_3\text{BO}_3$) ve výchozí směsi je v rozmezí 0,05 až 0,15:1 a s výhodou v rozmezí 0,1 až 0,14:1. Vápno se zde rozumí oxid vápenatý, jako je pálené a nehašené vápno, hydroxid vápenatý, jako je hydratované vápno, hašené vápno, hydrát vápna a uhličitan vápenatý, včetně kalcitu a vápence.

10 Způsobu podle vynálezu se může používat pro výrobu tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého přetržitým, kontinuálním nebo polokontinuálním způsobem. Při přetržitém způsobu se kyselina boritá a vápno smísí s vodou a zahřívají se na žádanou teplotu k iniciaci reakce. Nebo se recykluje matečný louh z předchozí dávky nebo se jako reakční prostředí může použít čerstvě připravený matečný louh. Při kontinuálním nebo polokontinuálním způsobu se žádaný produkt
15 odvádí z reakční nádoby a zbylý matečný louh se recykluje po přidání přídatné kyseliny borité a zahřátí reakční směsi na reakční teploty.

Obecně je reakce úplná v průběhu jedné hodiny, jakkoliv malá zlepšení se zřetelem na produ-
kovaný oxid boritý se mohou dosáhnout zahříváním reakční směsi po dobu až čtyř hodin. Jestliže
20 se jako reakčních složek používá oxidu vápenatého nebo hydroxidu vápenatého, probíhá reakce jako výrazně exotermní po dobu 15 až 25 minut, přičemž se většina výchozích látek převede na žádaný produkt.

S výhodou se reakční směs v průběhu reakce mísí například mícháním. Po ukončení reakce se
25 produkovaný nobilet oddělí od horkého matečného louhu například filtrací nebo odstředěním nebo jiným vhodným způsobem pro dělení systému pevná látka/kapalina. Mokrý pevný materiál se promyje například vodou k odstranění veškerého ulpělého matečného louhu a následně se usuší za získání krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého.

30 Pokud je žádaný produkt s vysokým obsahem oxidu boritého, může se tetrahydrát hexaboritanu vápenatého dehydratovat zahříváním na teplotu alespoň 325 °C, s výhodou na teplotu v rozmezí 450 až 600 °C k získání nového amorfního bezvodého krystalického hexaboritanu vápenatého ($\text{CaO}\cdot 3\text{B}_2\text{O}_3$), který obsahuje hmotnostně přibližně 79 % oxidu boritého.

35 Analýza velikosti částic krystalického produktu podle vynálezu uvádí poměrně malou distribuci střední velikosti částic, zpravidla hmotnostně 90 % s menším průměrem než 75 mikrometrů. Tento malý střední průměr částic je výhodný pro mnohá použití, kde je žádaná jemná disperze pevných částic, například pro použití jako zpomalovačů hoření v polymerních pryskyřicích. Částice se však dobře filtrují, což usnadňuje oddělení pevného produktu od matečného louhu,
40 který se do procesu může vracet zpět. Kromě toho kulovitý tvar krystalického habitu vede k vynikající manipulovatelnosti a k vynikajícím tokovým vlastnostem suchých pevných látek přes jejich mimořádnou jemnost. Také se zjistilo, že krystalický produkt nemá výrazný sklon k vytváření koláče.

45 Produkty dehydratují ve třech typických stupních, ztrácejí vodu při teplotě 91, 177 a 312 °C. Jejich teplota tání je 927 °C. Bezvodý boritan vápenatý, získaný dehydratací produktu, je méně hygroskopický než většina dehydratovaných kovových boritanových sloučenin.

Vynález blíže objasňují, nijak však neomezuji, následující příklady praktického provedení. Pro-
50 centa jsou míněna hmotnostně, pokud není uvedeno jinak.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

5 Baňka o obsahu 12 litrů se vybaví zpětným chladičem, mechanickým míchadlem a teploměrem. Připraví se matečný louh tak, že se do baňky dávkuje 5 kg neionizované vody, 1448 g (23,42 mol) kyseliny borité a 31,7 g (0,43 mol) hydroxidu vápenatého. Směs se zahřeje na teplotu 80 °C a přidá se 1876 g (30,34 mol) kyseliny borité a 417 g (5,63 mol) hydroxidu vápenatého a 3 g syntetického nobleitu jako naočkování. Druhým přidáním 1876 g kyseliny borité a 417 g

10 hydroxidu vápenatého do reakční suspenze s kyselinou boritou a vodou v molárním poměru $H_3BO_3:H_2O$ 0,30:1 a vápna ke kyselině borité v molárním poměru $CaO:H_3BO_3$ 0,14:1. Vypočte se množství reakčních složek tak, aby konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 36 % nerozpuštěných pevných látek za předpokladu dokonalé konverze vápna na pevný nobleitový produkt. Reakční složky se přidávají za poklesu teploty na 72 °C, přičemž však kontinuální

15 zahřívání vrací teplotu na 80 °C v průběhu 9 minut. Po 20 až 25 minutách od přidání reakčních složek vede exotermní reakce ke vzrůstu teploty na 86 °C. Reakční směs se postupně vrací na řízenou teplotu 80 °C, která se udržuje za míchání. Chemická analýza pevné fáze uvádí 61,2 % kyseliny borité po celkem 165 minutách, což naznačuje že reakce proběhla v podstatě kompletně. Reakční směs se míchá přes noc při teplotě 80 °C. Po 21 hodinách se produkovaná suspenze

20 filtruje a odfiltrovaná pevná látka se promyje vodou a vysuší se na vzduchu, čímž se získá volně tekoucí bílý prášek. Krystalický produkt se identifikuje jako nobleit X-paprskovou difrakční analýzou. Chemická analýza naznačuje, že konečný produkt obsahuje 62,3 % oxidu boritého. Produkt má rozdělení velikosti částic takové, že 99 % podílu prochází zkušebním sítem o průměru ok 150 mikrometrů (100 mesh), 97 % podílu o průměru ok 75 mikrometrů (200 mesh) a 94 % podílu o průměru ok 45 mikrometrů (325 mesh). Produkt má dobré charakteristiky tečení, má však sklon ke snadné fluorizaci vedoucí k bimodálnímu tokovému chování.

Příklad 2

30 Do míchané baňky se pro vytvoření matečného louhu vnese 603,4 g kyseliny borité a 13,2 g hydroxidu vápenatého do neionizované vody. Tato reakční směs se míchá a zahříváním udržuje na teplotě 60 °C a přidají se dvě dávky vždy 781,7 g kyseliny borité a 173,8 g hydroxidu vápenatého, čímž se získá reakční suspenze obsahující vápno a kyselinu boritou v molárním poměru $CaO:H_3BO_3$ 0,14:1 a kyselinu boritou a vodu v molárním poměru $H_3BO_3:H_2O$ 0,30:1, přičemž

35 jsou množství vypočtena tak, aby konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 36 % nerozpuštěného pevného nobleitu. Při každém přidání reakčních složek mírně poklesne teplota. Přidají se přibližně 3,0 g předem připraveného syntetického nobleitu jako naočkování po konečném přidání kyseliny borité a vápna k vyvolání krystalizace produkovaného nobleitu. Pozoruje se vzrůst teploty na 63,1 °C přibližně 25 minut po přísadě nobleitu jakožto očkovací látky. Reakční

40 směs se trvale míchá za udržování teploty 60 °C po dobu 20 hodin od začátku zkoušky. Po 20 hodinách se reakční suspenze zfiltruje a filtrační koláč se promyje 1500 g neionizované vody k odstranění ulpěného matečného louhu a suší se při teplotě 60 °C po dobu čtyř dnů. Získaný krystalický produkt, obsahující 63,8 % oxidu boritého a 16,1 % oxidu vápenatého, je podle analýzy X-paprskovou difrakcí nobleit.

45

Příklad 3

Smísí se 2000 g vody s 579,2 g kyseliny borité a 17,1 g uhličitanu vápenatého (Aromate® $CaCO_3$, produkt společnosti ECC America Inc., střední velikost částic 3 μm) a získaná směs se zahřeje na

50 teplotu 80 °C. Pomalu se přidává směs 835,6 g kyseliny borité a 225,3 g uhličitanu vápenatého, čímž dojde k pění suspenze v důsledku uvolňování plynného oxidu uhličitého a k poklesu teploty na 70 °C. Když pění ustane a teplota se vrátí na 80 °C přidá se další směs 835,6 g kyseliny borité a 225,3 g uhličitanu vápenatého. Reakční suspenze se znovu zahřeje a udržuje na

teplotě 80 °C. Molární poměr kyseliny borité je 0,33:1 a vody a vápna kyseliny borité je 0,13:1, přičemž se množství reakčních složek vypočte tak, aby konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 35 % nerozpuštěného pevného nobleitu. Po třech hodinách se odebere vzorek reakční směsi a celá dávka se zfiltruje a promyje neionizovanou vodou po pěti hodinách a suší se při teplotě 60 °C po dobu několika dnů. Získaný produkt se analyzuje titrací, přičemž podle analýzy obsahuje 63,4 % oxidu boritého po pětihodinové reakční době. Konečný produkt podle analýzy X-paprskovou difrakce je nobleit.

Příklad 4

Opakuje se způsob podle příkladu 3, reakce se však provádí při teplotě 60 °C místo při teplotě 80 °C a velikost dávky se sníží o 25 % k přizpůsobení pění způsobeného uvolňováním plynného oxidu uhličitého. Podobně jako podle příkladu 3 je molární poměr kyseliny borité a vody 0,31:1 a vápna a kyseliny borité 0,14:1, k dosažení toho, aby podle výpočtu konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 35 % nerozpuštěného pevného nobleitu. Po třech hodinách se reakční směs stane velmi hustou. Tato směs se míchá přes noc a v průběhu této doby se stane tak hustou, že se jeví jako míchatelná jediné v centru reakční směsi. Přidají se 2 litry neionizované vody o teplotě 60 °C pro zředění suspenze před zavedením směsi na filtr. Produkt se však velmi obtížně filtruje a jeví obsah velmi jemných částic pevné hmoty. Pevný produkt se analyzuje X-paprskovou difrakcí a identifikuje se jako nobleit. Hodnocení produktu řádkovou elektronovou mikroskopií naznačuje, že nobleit se vytvořil jako hexagonální destičky avšak s jedinečnou morfologií, přičemž forma destiček jako kulovitých radiálních shluků při vyšší teplotě ve velké míře chybí, jelikož mnohé destičky zůstávají nedotčeny. Získaný krystalický produkt se analyzuje titrací, přičemž podle analýzy obsahuje 62,3 % oxidu boritého.

Příklad 5 a 6

Reakce se provádí při teplotě 75 °C a při nižším poměru kyseliny borité a vody (a tedy při nižší koncentraci pevných látek) za použití hydroxidu vápenatého jako zdroje vápna. Podle příkladu 5 se smísí kyselina boritá (1448 g) a hydroxid vápenatý (31,7 g) s 5 litry neionizované vody a reakční směs se zahřeje na teplotu 75 °C. Přidá se dalších 1506 g kyseliny borité a 300,7 g hydroxidu vápenatého. Molární poměr kyseliny borité a vody je 0,17:1 a vápna a kyseliny borité 0,09:1. Množství reakčních složek se vypočte tak, aby konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 18 % nerozpuštěných pevných látek, za předpokladu dokonalé konverze vápna je pevný produkovaný nobleit. Po 45 minutách se pozoruje vznik částic. Po třech hodinách se odebere vzorek reakční směsi, zředí se na 50 % teplou vodou a zfiltruje se. Filtrační koláč se promyje přibližně třemi litry neionizované vody k odstranění ulpělého matečného louhu. Získaný pevný produkt se analyzuje titrací, přičemž podle analýzy obsahuje 61,8 % oxidu boritého. Konečný produkt podle analýzy X-paprskovou difrakcí je nobleit obsahující 7 % goweritu.

Způsob podle příkladu 6 se provádí obdobně avšak při mnohem nižší koncentraci kyseliny borité. Podle příkladu 6 se smísí 1321 g kyseliny borité, 20 g hydroxidu vápenatého a 6419 g neionizované vody a reakční směs se zahřeje na teplotu 75 °C. Přidá se dalších 100 g kyseliny borité a 140 g hydroxidu vápenatého. Molární poměr kyseliny borité a vody je 0,06:1 a vápna a kyseliny borité 0,09:1. Množství reakčních složek se vypočte tak, aby konečná produkovaná suspenze obsahovala přibližně 9 % nerozpuštěných pevných látek, za předpokladu dokonalé konverze vápna na pevný produkovaný nobleit. Po třech hodinách se odebere vzorek reakční směsi a zfiltruje se. Získaným pevným produktem je podle zjištění málo krystalická směs nobleitu a goweritu. Produkt se analyzuje titrací, přičemž podle analýzy obsahuje jen 46,5 % oxidu boritého.

Pracovníkům v oboru je zřejmé, že v rámci vynálezu jsou možné různé obměny a uvedené příklady tedy nejsou míněny jako jakékoliv omezení vynálezu.

Průmyslová využitelnost

5 Krystalický tetrahydrátový hexaboritan vápenatý mající žádoucí krystalický habitus sestávající z tenkých prorostlých destiček uspořádaných v téměř kulovitých radiálních shlucích a vhodný například pro výrobu zvláknovatelného skla pro textilní účely, jakožto zpomalovač hoření například pro plasty a pro kaučukové polymery, pro celulózové hmoty, pro pryskyřice a oleje a také pro výrobu oceli a keramiky.

10 PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého, **vyznačující se tím**, že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě v rozmezí 60 až 85 °C, přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě je větší než 0,25:1 a molární poměr 15 vápna ke kyselině borité je v rozmezí 0,05 až 0,15:1, a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň 25 % hmotn. nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu, a z vodného suspenzního produktu se oddělí krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého.
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se nastavuje molární poměr kyseliny borité k vodě v rozmezí 0,3 až 0,45:1.
3. Způsob podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že se nastavuje molární poměr 25 vápna ke kyselině borité v rozmezí 0,1 až 0,14:1.
4. Způsob podle nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že se nastavuje teplota v rozmezí 70 až 85 °C.
5. Způsob podle nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se jakožto vápno nechává 30 reagovat uhličitan vápenatý.
6. Způsob podle nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že se jakožto vápno nechává reagovat hydratované vápno.
7. Způsob podle nároků 1 až 6, **vyznačující se tím**, že se koncentrace nerozpuštěných pevných látek v produkované suspenzi nastavuje na 30 % hmotn.
8. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě v rozmezí 70 až 85 °C, přičemž molární poměr 40 kyseliny borité k vodě je v rozmezí 0,3 až 0,45:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité je v rozmezí 0,1 až 0,14:1, a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň 30 % hmotn. nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu, a z vodného suspenzního produktu se oddělí krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého.
9. Krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého v podobě tenkých navzájem prorostlých 45 destiček uspořádaných do téměř kulovitých radiálních shluků.
10. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že se produkovaný krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého přidavně zahřívá na teplotu nad 325 °C.
- 50 11. Způsob podle nároku 10, **vyznačující se tím**, že se zahřívání provádí na teplotu v rozmezí 450 až 600 °C.

Konec dokumentu
