

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

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

(21) Číslo dokumentu:

1999 -3627

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 01 B 35/12

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **17.04.1998**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **18.04.1997**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1997/844481**

(33) Země priority: **US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17.05.2000**
(Věstník č. 5/2000)

(86) PCT číslo: **PCT/US98/07876**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO98/47815**

(71) Přihlašovatel:

U. S. BORAX INC., Valencia, CA,
US;

(72) Původce:

Schubert David M., Los Angeles, CA, US;

(74) Zástupce:

Kalenský Petr JUDr., Hálkova 2, Praha 2,
120 00;

(54) Název přihlášky 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 hmotnostně 25 % 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 35°C. Produkt je 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.

CZ 1999 - 3627 A3

Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby boritanu vápenatého a zvláště zlepšeného způsobu výroba 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

Boritany vápenaté mají průmyslové použití. Používá se jich jakožto zdroje boru ve výrobě zvlákňovatelného skla, kde žádané složení skla vyžaduje eliminaci přísady sodíku, jako je v případě zvlákňovatelného skla pro textilní účely. Jsou užitečné také jakožto zpomalovače hoření například pro plasty a pro kaučukové polymery, pro celulózové hmoty, pro pryskyřice a oleje. Kromě 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 sodnovápenaté boritany chemickým složením $\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{CaO} \cdot 5\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 16\text{H}_2\text{O}$. Nedostatkem těchto přírodně se vyskytujících kalciumboritanových minerálů je obsah minerálních nečistot, potřeba jemného mletí, pokud jsou žádoucí velmi jemné částice například k dosahování 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 51 % B_2O_3 a 43 % B_2O_3 %.

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 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 granulárních formách, takže vyžaduje drcení k dosažení jemných velikostí částic, potřebných pro mnohá použití.

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.

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 (americký patentový spis číslo 3 337292).

Ditte (Acad. Sci. Paris Coptes rendus 77, str. 783 až 785, 1873) popsal vytváření boritanů vápenatých reakcí islandského živce (kalcitu) s nasyceným roztokem kyseliny borité. Vzniklá sůl je popsána jako malé jehličky "hydratovaného boritanu vápenatého", které obsahují $(3\text{BoO}^2\text{CaO} \cdot \text{HO})(\text{BoO}^2 \cdot 3\text{HO})$. Následně Erd, McAllister a Vlisidis (American 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.

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 $2\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Kemp také uvádí, že se $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ rozkládá za vzniku $\text{CaO} \cdot 3\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. 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 krys-



talický 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 podle vynálezu spočívá v tom, že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě přibližně 60 až přibližně 85 °C, přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě ($\text{H}_3\text{BO}_3:\text{H}_2\text{O}$) je větší než přibližně 0,25:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité ($\text{CaO}:\text{H}_3\text{BO}_3$) je přibližně 0,05 až přibližně 0,15:1 a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň hmotnostně 25 % nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu a z vodného suspenzního produktu se krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého oddělí. Tento způsob podle vynálezu je rychlý, výtěžek produktu je vysoký a produkt má příznivé charakteristiky, jako je rozdělení jemných částic, dobré tokové vlastnosti a charakteristiky při manipulaci. Kromě toho nový krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého má typický krystalický habitus.

Při způsobu podle vynálezu se nechávají reagovat vysoké koncentrace kyseliny borité a vápno ve vodě při zvýšených teplotách přibližně 60 až přibližně 85 °C za vzniku krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého. Výhodnými reakčními teplotami jsou zvýšené teploty a s výhodou teploty přibližně 70 až přibližně 85 °C. Vysoká koncentrace nerozpuštěných pevných látek v reakční směsi je žádoucí, aby se získalo alespoň

hmotnostně 25 % nerozpuštěných pevných látek v konečné produktové suspenzi a s výhodou hmotnostně alespoň 30 %.

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 ($H_3BO_3:H_2O$) ve výchozí směsi má být větší než přibližně 0,25:1, například přibližně 0,25 až 0,5:1 a s výhodou přibližně 0,3 až 0,45:1. To je podstatně vyšší než hranice rozpustnosti kyseliny borité při teplotě 60 až 85 °C, která je přibližně 0,04 až přibližně 0,08 mol kyseliny borité na mol vody.

Molární poměr vápna ke kyselině borité ($CaO:H_3BO_3$) ve výchozí směsi je přibližně 0,05 až 0,15:1 a s výhodou přibližně 0,1 až 0,14:1. Vápnem se zde rozumí oxid vápenatý, jako je pálené vápno a nnehašené vápno, hydroxid vápenatý, jako je hydratované vápno, hašené vápno, hydrát vápna a uhličitan vápenatý, včetně kalcitu a vápence.

Způsobu podle vynálezu se může používat pro výrobu tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého přeržitým, kontinuálním nebo polokontinuálním způsobem. Při přetržitém způsobu se kyselina boritá a vápno spojují 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 používat čerstvě připravený matečný louh. Při kontinuálním nebo polokontinuálním způsobu se žádaný produkt kontinuálně 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 v podstatě úplná v průběhu jedné hodiny, jakkoliv malá zlepšení se zřetelem na produkovaný oxid boritý se mohou dosáhnout zahříváním reakční směsi po dobu až čtyř hodin. Jestliže se jako reakčních složek používá oxidu vápenatého nebo hydroxidu vápenatého, probíhá reakce jako výrazně exotermní v průběhu přibližně 15 až 25 minut, v průběhu kteréžto doby se většina výchozích látek převede na žádaný produkt.

S výhodou se reakční směs v průběhu reakce mísí, například mícháním. Když je reakce ukončena, produkovaný nobileit se oddělí z horkého matečného louhu, například filtrací nebo odstředěním nebo jiným vhodným způsobem pro dělení systému pevná látka/kapalina. Mokrý pevný se promyje například vodou k odstranění veškerého ulpělého matečného louhu a následně se vysuší k získání krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého.

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

Analýza velikosti částic krystalického produktu podle vynálezu uvádí poměrně malou distribuci střední velikosti částic, zpravidla hmotnostně přibližně 90 % s menším průměrem než 75 mikrometrů. Tento malý střední průměr částic je výhodný pro mnohá použití, kde je žádoucí 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, který se do procesu může zpět vracet. Kromě toho kulovitý tvar krystalického habitu vede k vynikající manipulovatelnosti a k vynikajícím

tokových vlastnostem suchých pevných látek přes jejich mimořádně jemné částice. Také se zjistilo, že krystalický produkt nemá výrazný sklon k vytváření koláče.

Produkty dehydrují ve třech typických stupních, ztrácejí vodu při teplotě přibližně 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 objasňuje, nijak však neomezuje, následující příklad praktického provedení. Procenta jsou míněna hmotnostně, pokud není uvedeno jinak.

Příklady provedení

Příklad 1

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 deionizované 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 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 zahřívání vrací teplotu na 80 °C v průběhu 9 minut. Po 20 až 25 minutách od přidání reakčních složek vede exotermní reakce ke vzrůstu tep-

loty 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 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 % ooxidu 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 fluidizaci vedoucí k bimodálnímu tokovému chování.

Příklad 2

Do míchané baňky se pro vytvoření matečného louhu vnese 603,4 g kyseliny borité a 13,2 g hydroxidu vápenatého do deionizované vody. Tato reakční směs se míchá a zahříváním udržuje na tplotě 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 $\text{CaO}:\text{H}_3\text{BO}_3$ 0,14:1 a kyselinu boritou a vodu v molárním poměru $\text{H}_3\text{BO}_3:\text{H}_2\text{O}$ 0,30:1, přičemž 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 směs se trvale míchá za udržování teploty 60 °C po do-

bu 20 hodin od začátku zkoušky. Po 20 hodinách se reakční suspenze zfiltruje a filtrační koláč se promyje 1500 g deionizované vody k odstranění ulpělého 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.

Příklad 3

Smísí se 2000 g vody s 579,2 g kyseliny borité a 17,1 g uhlíitanu vápenatého (Atomite^R CaCO₃, produkt společnosti ECC America Inc., střední velikost částic 3 μm) a získaná směs se zahřeje na teplotu 80 °C. Pomalu se přidává směs 835,6 g kyseliny borité a 225,3 g uhlíitanu 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 uhlíitanu vápenatého. Reakční suspenze se znovu zahřeje a udržuje na teplotě 80 °C. Molární poměr kyseliny borité je 0,33:1 a vody a vápna a 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 deionizovanou 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 uvol-

ňováním 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 deionizované 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 deionizované 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 ja 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 deionizované 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 deionizované 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

Krystalický tetrahydrátový hexaboritan vápenatý mající žádoucí krystalický habitus sestávající z tenkých prorostlých destiček uspořádaných v téměř kulovitých radiálních shlucích a vhodný například pro výrobu zvlákňovatelného 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.

SPOLFOVNÁ ADVOKÁTNÍ KANCELÁŘ
VĚTEČKA ZELNÝ ŠTODŮK KALENSKÝ
A PARTNEŘI
120 00 Praha 2, Hájkova 2
Česká republika

PETR KALENSKÝ
ATTORNEY AT LAW

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě přibližně 60 až přibližně 85 °C, přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě je větší než přibližně 0,25:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité je přibližně 0,05 až přibližně 0,15:1 a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň hmotnostně 25 % nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu a z vodného suspenzního produktu se krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého oddělí

2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nastavuje molární poměr kyseliny borité k vodě přibližně 0,3 až přibližně 0,45:1.

3. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nastavuje molární poměr vápna ke kyselině borité přibližně 0,1 až přibližně 0,14:1.

4. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se nastavuje teplota přibližně 70 až přibližně 85 °C.

5. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jakožto vápno nechává reagovat uhličitan vápenatý.

6. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se jakožto vápno nechává reagovat hydratované vápno.

7. Způsob podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , že se koncentrace nerozpuštěných pevných látek v produkované suspenzi nastavuje na hmotnostně přibližně 30 %.

8. Způsob výroby krystalického tetrahydrátu hexaboritanu

vápenatého, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se nechává reagovat kyselina boritá a vápno ve vodné suspenzi při teplotě přibližně 70 až přibližně 85 °C, přičemž molární poměr kyseliny borité k vodě je přibližně 0,3 až přibližně 0,45:1 a molární poměr vápna ke kyselině borité je přibližně 0,1 až přibližně 0,14:1 a reakční složky jsou obsaženy v dostatečném množství k vytvoření alespoň hmotnostně 30 % nerozpuštěné pevné látky ve vodném suspenzním produktu a z vodného suspenzního produktu se krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého oddělí.

9. Krystalický tetrahydrát hexaboritanu vápenatého v podobě tenkých navzájem prorostlých destiček uspořádaných do téměř kulovitých radiálních shluků.

10. Způsob dehydratace krystalického tetrahydrátu hexaboritanu vápenatého podle nároku 9, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se tato látka zahřívá na teplotu nad přibližně 325 °C.

11. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í s e t í m, že se látka zahřívá na teplotu přibližně 450 až přibližně 600 °C.

12. Amorfní hexaboritan vápenatý připravitelný způsobem podle nároku 10.

PETR KALENSKÝ
ATTORNEY AT LAW

SPOLUPŮLNÁ ADVOKÁTNÍ KANCELÁŘ
VŠETČKA ZELENÝ ŠVORČÍK KALENSKÝ
A PARTNEŘI
120 00 Praha 2, Hájkova 2
Česká republika