RZECZPOSPOLITA POLSKA

URZĄD PATENTOWY RP

OPIS PATENTOWY 152 822

Patent dodatkowy
do patentu nr ———

Zgłoszono: 87 05 05 /P. 265530/

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 88 11 10

Opis patentowy opublikowano: 1991 06 28

Int. Cl.[5] D01F 1/00
C03B 37/00

CZYTELNIA OGÓLNA

Twórcy wynalazku: Stanisław Pawłowski, Stanisław Serkowski, Andrzej Kossuth, Mirosław Fligier

Uprawniony z patentu: Politechnika Śląska im. Wincentego Pstrowskiego, Gliwice /Polska/

SPOSÓB OTRZYMYWANIA PREKURSORA WYSOKOOGNIOTRWAŁYCH WŁÓKIEN POLIKRYSTALICZNYCH

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania prekursora wysokoogniotrwałych włókien polikrystalicznych.

Znany jest sposób wytwarzania prekursora wysokoogniotrwałych włókien polikrystalicznych polegający na współpolimeryzacji mieszaniny glinowych i magnezowych soli kwasów karboksylowych korzystnie mrówczanów, octanów, winianów lub mleczanów.

Ze względu na niewielką rozpuszczalność tych soli w wodzie sposób ten wymaga odparowania dużych jej ilości dla osiągnięcia w roztworze odpowiedniego stężenia związków glinu i odpowiedniej jego lepkości.

Sposób wytwarzania prekursora wysokoogniotrwałych włókien polikrystalicznych, według wynalazku polega na tym, że do silnie mieszanego roztworu siarczanu glinu w temperaturze niższej od 75°C wprowadza się wolno węglan wapniowy w ilości jednej trzeciej wynikającej ze stechiometrii do jonów siarczanowych zawartych w roztworze, następnie wprowadza się kwas mrówkowy i z kolei pozostałe dwie trzecie ilości węglanu wapniowego. Powstały w roztworze dwuwodzian siarczanu wapnia separuje się od roztworu, do którego w temperaturze niższej niż 75°C przy silnym mieszaniu wprowadza się węglan barowy, po czym fazę stałą separuje się od roztworu. Z kolei do mieszanego roztworu wprowadza się kwas octowy oraz octan lub mrówczan magnezowy w postaci roztworu. Roztwór soli magnezowo-glinowych poddaje się odparowaniu aż do uzyskania stężenia soli glinowych wynoszącego 9-11% w przeliczeniu na Al_2O_3.

Korzystnym jest stosować roztwór wyjściowy siarczanu glinowego o stężeniu 2,5 - 4,0%, w przeliczeniu na Al_2O_3 korzystnie 3,5% jak również wprowadzać do roztworu siarczanu glinu węglan wapniowy w postaci pasty wodnej korzystnie przy stosunku wagowym jak 1:1. Korzystnym jest kwas mrówkowy wprowadzić do reakcji w stosunku molowym do glinu znajdującego się w roztworze jak 2:1 przy czym wskazane jest by stężenie dodawanego kwasu nie było niższe niż 80%, a węglan barowy wprowadzać powoli w postaci wodnej pasty w ilości stechiometrycznej do zawartego w roztworze jonu siarczanowego, w warunkach silnego mieszania. Korzystnym jest stosować stężony kwas octowy i wprowadzać go do roztworu w stosunku molowym do glinu jak 0,6:1. Korzystnym jest również by octan magnezu wprowadzać do układu reakcyjnego w postaci stężonego

gorącego roztworu, w takiej ilości, by stosunek molowy magnezu do znajdującego się w roztworze glinu był mniejszy od 0,5.

Prekursor włókien według wynalazku nie zawiera jonów siarczanowych. Okazało się, że można do roztworu siarczanu glinu wprowadzić reszty kwasów karboksylowych octowego i mrówkowego przy równoczesnym usunięciu z niego jonów siarczanowych. Stężenie glinu jako Al_2O_3 w tak otrzymanym roztworze wynosi 2,5 do 4% co pozwala na osiągnięcie właściwej lepkości i gęstości prekursora włókien po odparowaniu 60% masy roztworu.

P r z y k ł a d I. Do 5 dm^3 roztworu o temperaturze 55°C sporządzonego przez rozpuszczenie w wodzie osiemnastowodnego siarczanu glinowego o masie 1 kg, dodawano niewielkimi porcjami przy ciągłym mieszaniu około 1/3 objętości pulpy sporządzonej z 315 g węglanu wapniowego i 300 cm^3 wody. Po zadozowaniu tej części węglanu wapniowego do zawiesiny wprowadzono 290 cm^3 kwasu mrówkowego o stężeniu 80%, a następnie dodawano sukcesywnie pozostałą część węglanu wapniowego. Po zadozowaniu całkowitej ilości węglanu wapniowego zawiesinę reakcyjną mieszano jeszcze przez 20 minut, a następnie gorącą przesączono przez filtr próżniowy, oddzielając wytworzony dwuwodny siarczan wapniowy. W uzyskanym przesączu o objętości 4,1 dm^3 oznaczono stężenie jonu siarczanowego metodą wagową. Całkowita jego zawartość w poreakcyjnym roztworze zasadowego mrówczanu glinowego wyniosła 10,5 g. Roztwór podgrzano do temperatury 50°C i wprowadzano przy intensywnym mieszaniu pastę sporządzoną z 24 g węglanu barowego i 30 g wody. Po 0,5 godzinnym mieszaniu zawiesiny przesączono ją ponownie na filtrze próżniowym. Do klarownego przesączu o objętości 4 dm^3 dodano 230 cm^3 lodowatego kwasu octowego, oraz 35% roztwór octanu magnezu w ilości 446,3 g a następnie roztwór odparowywano w temperaturze 60°C do uzyskania stężenia glinu 11% w przeliczeniu na Al_2O_3. Uzyskano 1133 g roztworu, w którym stosunek molowy magnezu do glinu wynosi jak 1:2,2.

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

1. Sposób otrzymywania prekursora wysokoogniotrwałych włókien polikrystalicznych, z n a m i e n n y t y m, że do silnie mieszanego roztworu siarczanu glinu w temperaturze poniżej 75°C wprowadza się wolno węglan wapniowy w ilości jednej trzeciej wynikającej z stechiometrii do jonów siarczanowych zawartych w roztworze, następnie wprowadza się kwas mrówkowy i z kolei pozostałe 2/3 ilości węglanu wapniowego, a wytrącony dwuwodzian siarczanu wapnia separuje się od roztworu, do którego w temperaturze niższej niż 75°C przy silnym mieszaniu wprowadza się węglan barowy, po czym fazę stałą separuje się od roztworu, a do mieszaniny roztworu wprowadza się kwas octowy oraz octan lub mrówczan magnezowy w postaci roztworu, a uzyskany roztwór soli magnezowo-glinowych poddaje się odparowaniu aż do uzyskania w roztworze stężenia soli glinowych wynoszącego 9-11% w przeliczeniu na Al_2O_3.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stosuje się wyjściowy roztwór siarczanu glinowego o stężeniu 2,5 - 4,0% w przeliczeniu na Al_2O_3, korzystnie 3,5%.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że węglan wapniowy wprowadza się do roztworu siarczanu glinu w postaci pasty wodnej, korzystnie przy stosunku wagowym węglanu do wody jak 1:1.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że kwas mrówkowy wprowadza się do reakcji w stosunku molowym do glinu znajdującego się w roztworze jak 2:1.

5. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że węglan barowy wprowadza się w postaci wodnej pasty powoli w ilości stechiometrycznej do zawartego w roztworze jonu siarczanowego w warunkach silnego mieszania.

6. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że kwas octowy korzystnie stężony wprowadza się do roztworu w stosunku molowym do glinu jak 0,6:1.

7. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że octan magnezu wprowadza się do układu reakcyjnego w postaci stężonego roztworu korzystnie gorącego w takiej ilości, by stosunek molowy magnezu do znajdującego się w roztworze glinu był mniejszy od 0,5.

Zakład Wydawnictw UP RP. Nakład 100 egz.
Cena 3000 zł