



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

178335  
(11) (B1)

[22] Přihlášeno 28 12 75  
[21] [PV 8930-75]

[40] Zveřejněno 29 12 76

[45] Vydáno 15 04 79

[51] Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 01 B 33/14  
C 01 G 43/00  
C 01 F 7/00

[53] MDT  
621.775

{75}  
Autor vynálezu

Ing. VÁCLAV URBÁNEK, PRAHA, JARMILA ČERVENKOVÁ,  
JITKA KINZELOVÁ a VÍT ŠEPS, ROZTOKY u Prahy

## [54] Způsob výroby kulových nebo kulovitých částic gelů

1

Předmětem vynálezu je způsob výroby gelů ve formě kulových nebo kulovitých částic. Přesněji řečeno, vynález se týká postupu, kterým se získávají kulové nebo kulovité částice gelů, které při jednotlivých výrobních operacích, jako jsou sušení, kalcinace, zpracování v různém prostředí při různých teplotách apod. vykazují zvýšenou odolnost vůči praskání a rozpadu.

V současné světové technice se připravují různé kulové nebo kulovité gely tak zvanou metodou vnitřní želatinace.

Podstatou tohoto způsobu práce je konverze tepelně nestabilního roztoku obsahujícího zpracovávaný materiál, na pevné částice. Výchozí roztok se připraví smísením disperse zpracovávané látky — například koloidní — v určitém poměru s hexamethylentetraminem nebo/a močovinou. Takto připravená reakční směs se pak po kapkách vnáší do horkého tekutého prostředí, které se nemísí s vodou. Vlivem povrchového napětí kapka zaujme kulový nebo kulovitý tvar. Vedením tepla z okolního prostředí se kapka prohřeje a vyvolá se tak řada dějů, jejichž vlivem kapka ztuhne na pevnou, pružnou kuličku. Při dalším postupu se částice gelu oddělí od dispersního prostředí, omyjí nebo promyjí různými činidly a nakonec podrobí vhodným úpravám. Granulova-

2

né gely promyté a vysušené popsáním způsobem se mohou uplatnit v celé řadě technických využití. Tak například upravený gel kyseliny křemičité vzhledem k svému velkému specifickému povrchu se používá jako výhodný adsorpční prostředek. Uranový gel je výchozí látkou pro přípravu pokročilých typů jaderných paliv. Gel trojmocného hliníku se používá při výrobě kulovitých částic kysličníku hlinitého, sloužících jako podklad pro výrobu mnoha typů katalyzátorů apod.

Ve všech uvedených případech, stejně tak jako v mnoha dalších možnostech použití základním požadavkem na vyráběné částice je jejich kulový nebo kulovitý tvar a neporušený povrch. Proto je předním zájmem výrobců, aby podíl popraskaných nebo/a úplně rozpadlých kulových nebo kulovitých částic se snížil na nejmenší možnou míru. K rozrušování vyrobených částic dochází zejména při sušení gelu, popřípadě při jeho kalcinaci. První příznaky počínající destrukce se u částice projevují často již ve formě lomných ploch při oddělování gelu od dispersního média, například oleje. Příčinou takového samovolného poškozování kulových nebo kulovitých částic je nehomogenita materiálu, která v částici vzniká v důsledku nehomogenit teplotního režimu pro

každou částici. Částice při svém oddělování od horkého dispersního prostředí, například olejového, je vystavena vlivu poměrně rychlého chladnutí. V důsledku špatné tepelné vodivosti zpevněného materiálu vznikají mezi vnitřními vrstvami částic gelu a povrchovými vrstvami teplotní rozdíly, které se projeví nerovnoměrnou rychlostí fyzikálních a chemických pochodů v gelech, které vyvolávají změny ve struktuře materiálu a působí destrukci materiálu. K obdobné situaci dochází i při chladnutí většího množství granulovaných částic. V případě, že částice jsou pokryty vrstvou jiných částic, chladnou pomaleji a vznikající teplotní rozdíly jsou příčinou nehomogenity ve struktuře granulí. Při následujícím sušení nehomogenního materiálu dochází při značném izotermickém smršťování k zvětšování sil, které působí proti soudržnosti částic, takže hodnota soudržnosti je překročena, a částice se rozpadají a trhají, například se slyšitelným zvukem.

Ukázalo se proto jako účelné a výhodné, aby byl vyřešen způsob výroby kulových nebo/a kulovitých částic gelu, které budou buď úplně anebo alespoň do značné míry vzdorovat škodlivým vlivům, projevujícím se při jejich přípravě nebo výrobě, dále které si budou zachovávat nabytý tvar a budou prosté prasklin nebo trhlin na povrchu i ve vnitřních vrstvách částic. Vyřešený postup má být ekonomicky výhodný, snadno uskutečnitelný a nemá klást velké nároky na investice ani na údržbu zařízení.

Uvedené cíle jsou splněny tímto vynálezem způsobu výroby kulových nebo kulovitých částic gelu, odolných vůči škodlivým vlivům při přípravě nebo výrobě, zejména vůči vlivům zvýšených teplot, při kterém tepelně nestálý roztok látky určené k želatinaci a hexamethylentetraminu nebo/a močoviny se rozptýlí v zahřátém dispersním prostředí nemísícím se s vodou, až vzniknou částice gelu. Podstatou vynálezu je způsob práce, při kterém se částice gelu oddělí od dispersního prostředí, nato se vpraví do oleje o teplotě v rozmezí 25 až 60 °C, kde se popřípadě ponechají po dobu nepřesahující 20 minut, načež se v olejové lázni zchladí na běžnou teplotu místnosti buď plynule, nebo nejméně s jednou časovou prodlevou. Tento způsob zaručuje každé částici gelu velmi podobný teplotní režim při chladnutí.

Vynález využívá poznatku, že jestliže se po oddělení ztuhlých částic gelu od oleje upraví vhodný tepelný režim, podstatně se tak zlepši kvalita i homogenita částic gelu, neboť nežádoucí poškození materiálu je především důsledkem rozdílného stupně fyzikálních a fyzikálně-chemických změn, vyvolaných teplotními nehomogenitami. Proto zlepšení jakosti výrobku lze docílit především dodržením standardního teplotního režimu a podstatným pro každou částici tedy

snížením nebo zamezením výkyvů v hodnotách fyzikálních vlastností materiálu. Jestliže se celkový teplotní režim výroby kontroluje a řídí od počátku vzniku gelu až do převedení na xerogel, odstraní se tak nebezpečí vzniku nehomogenních vrstev, sníží se podíl částic poškozených při sušení a dalších stupních výroby.

Předmět vynálezu může být s výhodou využit při přípravě využívající vnitřní želatinace, například při výrobě jaderných paliv, katalyzátorů, sikativů, a sorbentů.

Výhody tohoto řešení jsou zřejmé z následujících příkladů provedení, které vynález objasňují, aniž by ho jakýmkoliv způsobem omezovaly.

#### Příklad 1

Výchozí roztok obsahující ve formě dusičnanu uranulu 397,5 g uranu/l a dále 210 gramů hexamethylentetraminu/l a 12,0 g močoviny/l směsi se rozptýlí v silikonovém oleji zahřátém na teplotu 90 °C. Ztuhlé částice uranového gelu o průměru cca 3,5 mm se z oleje plynule odstraňují a soustředí v nádobě s olejem o konstantní teplotě 25 °C. Během pobytu v oleji částice gelu vychladnou a tepelně zhomogenizují. Po 10 minutách po vnesení poslední částice do oleje se částice oddělí od oleje a dále zpracují.

#### Příklad 2

Pracuje se stejně jako je uvedeno v příkladě 1., avšak s tou změnou, že vytvořený gel se oddělí od horkého oleje a vpraví do nádoby obsahující olej teplý 60 °C. Teplota se během 5 minut sníží na hodnotu 25 °C, částice se oddělí od kapalného prostředí a jsou připraveny k použití.

#### Příklad 3

Částice gelu připravené stejným způsobem jako je uvedeno v příkladu 2, se po oddělení od oleje plynule vnášejí do horní části svislé kolony naplněné silikonovým olejem o teplotě 30 °C. Po průchodu vrstvou oleje o výšce 150 cm se zchladlé částice gelu kulového tvaru odebírají na spodní části kolony, oddělí se od oleje a dále zpracují.

#### Příklad 4

Pracuje se stejným způsobem jako v příkladu 3, avšak s tou změnou, že náplň oleje v koloně není statická, nýbrž stoupá takovou rychlostí, že doba setrvání částice v koloně je 20 sekund. Výsledky jsou stejné jako v předchozím případě.

#### Příklad 5

Postup je stejný jako v příkladě 3, s tím rozdílem, že doba průchodu částic kolonou je 1200 sekund.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby kulových nebo kulovitých částic gelů odolných vůči škodlivým vlivům při výrobě, zejména vůči vlivům zvýšené teploty, při kterém tepelně nestálý roztok látky určené k želatinaci a hexamethylen-tetraminu nebo/a močoviny se rozptýlí v zahřátém dispersním prostředí nemísitelném s vodou, až vzniknou částice gelu, vy-

značený tím, že částice gelu se oddělí od dispersního prostředí, nato se vpraví do oleje o teplotě v rozmezí 10 až 60 °C, kde se popřípadě ponechají po dobu nepřesahující 20 minut, načež se v olejové lázni zchladí na běžnou teplotu místnosti, buď plynule nebo nejméně s jednou časovou prodlevou.