

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

108980

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Int. CP
COIB 31/04

Zgłoszono: 24.11.77 (P. 202415)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 25.09.78

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1980

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Opatentowy (Lond)

Twórca wynalazku: Dominik Wajszel

Uprawniony z patentu tymczasowego: Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica,
Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania grafitu o własnościach wermikularnych

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania grafitu o własnościach wermikularnych, znajdującego zastosowanie jako półprodukt do otrzymywania środków smarujących, jako składnik mas, stosowanych przy odlewaniu metali oraz jako półprodukt do otrzymywania związków interkalacyjnych grafitu.

Znany dotychczas sposób otrzymywania grafitu o własnościach wermikularnych polega na traktowaniu grafitu mieszaniną stężonego kwasu siarkowego i azotowego, w wyniku czego tworzy się niebieski siarczan grafitu. Po odmyciu kwasu wodą i wysuszeniu produktu otrzymuje się grafit wermikularny. Na skutek tych dokonanych operacji ulegają zwiększeniu odległości międzywarstwowe w kryształach grafitu i następuje częściowe utlenienie krawędziowych atomów węgla.

Wadą znanego sposobu otrzymywania tego rodzaju grafitu jest wydzielanie w czasie działania kwasami trujących tlenków azotu, a ponadto wysoki koszt stosowanych stężonych kwasów podraża produkcję preparatu.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu, eliminującego wady znanych sposobów, zwłaszcza stosowanie kosztownych stężonych kwasów oraz skrócenie czasu wytwarzania grafitu o własnościach wermikularnych.

Istota wynalazku polega na tym, że na grafit nasycony wodą z dodatkiem środków utleniających działa się kwasami odpadowymi, pochodzącymi z zimnego rozkładu wodzianu chloralu oraz z produkcji dwuchlorodwufenylotrójchloroetanu, zawierającymi w swoim składzie kwas siarkowy i paradwuchlorosulfonowy, otrzymując siarczan grafitu, przy czym korzystnie jest by stosunek $H_2SO_4 : H_2O$ wynosił ciężarowo 85:15. Następnie mieszaninę poddaje się dekantacji, a otrzymany osad odfiltrowywuje się i suszy, otrzymując grafit wermikularny. W celu przyspieszenia procesu otrzymywania grafitu wermikularnego korzystne jest przedmuchiwanie mieszaniny powietrzem, tlenem lub ozonem lub stosowanie mechanicznego mieszania.

Substancje zawarte w kwasach odpadowych, a zwłaszcza kwas paradwuchlorosulfonowy, ułatwiają tworzenie się siarczanu grafitu w obecności powietrza, tlenu, ozonu lub utleniaczy. Mechaniczne mieszanie zapewnia uzyskanie dużej powierzchni styku grafitu z powietrzem.

Przykład I. 1 t grafitu zawierającego 12% popiołu,
6 t kwasu odpadowego z produkcji DDT,
0,5 m³ wody.

Przez mieszaninę powyższych składników, umieszczonych w reaktorze o pojemności 10 m³ przepuszcza się powietrze. Po okresie jednej doby przelewa się mieszaninę do zbiorników z wodą i przeprowadza kilkakrotną dekantację aż do odczynu obojętnego. Po odfiltrowaniu osadu suszy się go w temperaturze nie przekraczającej 120°C. Otrzymuje się około 850 kg grafitu wermikularnego.

Przykład II. 1 t grafitu płatkowego,
 3 t kwasu odpadowego z zimnego rozkładu wodzianu chloralu,
 0,3 m³ wody
 0,05 t CrO₃.

Kwas chromowy rozpuszcza się w ciepłej wodzie i roztworem tym nasycą się grafit w reaktorze, nie mniejszym niż 6 m³ pojemności. Otrzymuje się sypką wilgotną masę, którą zdaje się małymi porcjami kwasu odpadowego, przy ciągłym mieszaniu mieszadłem łopatkowym. Szybkość dolewania kwasu reguluje się w ten sposób, by temperatura nie przekroczyła 80°C. Po wlaniu całej porcji kwasu, mieszanina ma przy małych obrotach mieszadła konsystencję tiksotropową, natomiast przy wyższych obrotach nabiera korzystnych właściwości reopeksyjnych. Po 12 godzinnym mieszaniu napełnia się reaktor wodą i przelewa jego zawartość do odстойników, gdzie przeprowadza się kilkakrotną dekantację. Dalsze postępowanie jest identyczne jak w przykładzie I.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania grafitu o własnościach wermikularnych, polegający na działaniu kwasem siarkowym na grafit, z n a m i e n n y t y m, że na grafit nasycony wodą z dodatkiem środków utleniających działa się kwasami odpadowymi, pochodzącymi z zimnego rozkładu wodzianu chloralu oraz z produkcji dwuchlorodwufenylotrójchloroetanu, zawierającymi w swoim składzie kwas siarkowy i paradwuchlorosulfonowy, przy czym korzystnie jest by stosunek H₂SO₄ : H₂O wynosił ciężarowo 85:15, po czym mieszaninę poddaje się dekantacji, a otrzymany osad odfiltrowuje się i suszy, otrzymując grafit wermikularny.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że mieszaninę reagującą przedgnuchuje się powietrzem, tlenem lub ozonem.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że w procesie stosuje się mechaniczne mieszanie.