



Patent dodatkowy  
do patentu nr \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 21.01.77 (P. 195509)

Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Zgłoszenie ogłoszono: 31.07.78

Opis patentowy opublikowano: 15.09.1980

Int. Cl.<sup>2</sup> C09C 1/48

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego  
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

**Twórcy wynalazku:** Jerzy Kropiwnicki, Kazimierz Foryś, Leszek Zurzycki, Zbigniew Bednarczyk, Jan Masłoń, Stanisław Foć, Krystyna Grochowicz, Jerzy Kwaśnik, Zenon Jurkiewicz

**Uprawniony z patentu:** Gliwickie Zakłady Chemiczne „Carbochem”, Gliwice (Polska)

### Sposób wytwarzania sadzy, zwłaszcza do baterii galwanicznych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania sadzy, zwłaszcza do baterii galwanicznych.

Do produkcji baterii galwanicznych używa się sadzy jako składnika mas depolaryzacyjnych. Sadza używana do produkcji ogniw musi się charakteryzować odpowiednimi właściwościami, a głównie dużą chłonnością cieczy, określoną chłonnością 10% roztworu wodnego acetonu, oraz dużą powierzchnią właściwą i dużą przewodnością elektryczną. Sadza o takich właściwościach znajduje również zastosowanie do produkcji tworzyw sztucznych jako dodatek antystatyczny, do produkcji powłok kabli elektrycznych, do produkcji płyt gramofonowych, w przemyśle gumowym, w przemyśle hutniczym do wyrobu odlewów metali kolorowych, itp.

Obecnie sadzę do tych celów, a zwłaszcza do produkcji baterii galwanicznych, wytwarza się przez termiczny rozkład acetyleny. Sadza otrzymana tym sposobem charakteryzuje się bardzo dobrymi właściwościami; przykładowo jej chłonność 10% roztworu wodnego acetonu wynosi 20 do 40 ml/5 g.

Wytwarzanie sadzy z acetyleny jest jednak niezwykle kosztowne, co powoduje, że tym sposobem sadza jest wytwarzana tylko w nielicznych krajach.

Znany jest również sposób wytwarzania sadzy o wymaganych właściwościach z polskiego opisu patentowego nr 94 677. Sposób ten polega na

tym, że stanowiącą surowiec sadzę o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu nie mniejszej niż 16 ml/5 g, powierzchni właściwej, mierzonej metodą BET, nie mniejszej niż 150 m<sup>2</sup>/g i średniej średnicy cząstek nie mniejszej niż 30 μm, umieszcza się w atmosferze ochronnej na okres nie mniejszy niż 30 minut w piecu o działaniu periodycznym lub ciągłym ogrzanym do temperatury od 1000° C do 1300° C, korzystnie 1100° C. Atmosferę ochronną stanowi atmosfera azotu lub warstwa koksu i piasku.

Surowcem do wytwarzania sadzy sposobem według wynalazku jest sadza kanałowa olejowa niezagęszczona o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu nie mniejszej niż 13 ml/5 g i powierzchni właściwej, mierzonej metodą BET, nie mniejszej niż 70 m<sup>2</sup>/g. Sadzę o wskazanych właściwościach zwilża się roztworem słabego kwasu karboksylowego i poddaje wygrzewaniu w temperaturze 800 do 1600° C w warunkach zapobiegających utlenieniu się sadzy. Czas wygrzewania surowca jest zależny między innymi od jego właściwości, od temperatury wygrzewania i od osiągnięcia przez gotowy produkt wymaganych właściwości.

W ciągłym sposobie wytwarzania sadzy według wynalazku sadzę kanałową olejową niezagęszczoną o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu nie mniejszej niż 13 ml/5 i powierzchni właściwej, mierzonej metodą BET, nie mniejszej niż 70 m<sup>2</sup>/g zwilża się roztworem słabego kwasu karboksy-

lowego i poddaje wygrzewaniu w temperaturze 800 do 1600° C w warunkach zapobiegających utlenieniu się sadzy. Poddawana wygrzewaniu sadza znajduje się w masie fluidalnej, którą w sposób ciągły przepuszcza się przez obszar podwyższonej temperatury. Następnie w sposób ciągły z masy fluidalnej wydziela się gotowy produkt.

Sadza wytworzona sposobem według wynalazku cechuje się właściwościami nie odbiegającymi od właściwości sadzy acetylenowej, przy czym, ponieważ surowcem jest sadza stosunkowo tania i łatwodostępna, wytwarzanie sadzy sposobem według wynalazku rokuje znaczne korzyści ekonomiczne a zwłaszcza przyczynia się do racjonalniejszego wykorzystania deficytowego acetyleny. Istotną rolę w procesie wytwarzania sadzy odgrywa zwilżenie surowca roztworem słabego kwasu karboksylowego. Wpływa to korzystnie na powtarzalność efektów w zakresie właściwości gotowego produktu, przy czym w porównaniu z właściwościami surowca, które są mniej korzystne od właściwości surowca podanego w opisie patentowym nr 94 677, gotowy produkt wykazuje dla przykładu: 8 do 10-krotny spadek oporności elektrycznej, 60 do ponad 100% wzrost chłonności 10% roztworu wodnego acetonu oraz 3-krotnie większą powierzchnię właściwą.

Własności sadzy otrzymanej sposobem według wynalazku oraz sposobem podanym w opisie patentowym nr 94 677 obrazuje tabela:

Przykład I. Sadzę kanałową olejową niezagęszczoną o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu wynoszącej 14 ml/5 g i powierzchni właściwej, mierzonej metodą BET, wynoszącej 90,1 m<sup>2</sup>/g, zwilża się roztworem kwasu szczawio-

wego i poddaje wygrzewaniu w temperaturze 900° C przez okres 5 minut.

Uzyskana sadza charakteryzuje się chłonnością 10% roztworu wodnego acetonu wynoszącą 29 ml/5 g i powierzchnią właściwą, mierzoną metodą BET, wynoszącą 268 m<sup>2</sup>/g. Oporność elektryczna sadzy jest 9-krotnie mniejsza od oporności sadzy stanowiącej surowiec i wynosi 0,0920 Ωcm.

Przykład II. Sadzę kanałową olejową niezagęszczoną o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu wynoszącej 14 ml/5 g i powierzchni właściwej mierzonej metodą BET, wynoszącej 92 m<sup>2</sup>/g zwilża się roztworem kwasu octowego i dozuje do strumienia powietrza tworząc masę fluidalną, którą wprowadza się w sposób ciągły w obszar płomienia uzyskanego ze spalania gazu koksowniczego w obecności powietrza zawartego w masie fluidalnej. Stosunek ilościowy powietrza zawartego w masie fluidalnej — wprowadzanego w obszar płomienia — oraz gazu koksowniczego dobrany jest tak, aby nastąpiło możliwie zupełne zużycie tlenu zawartego w powietrzu. Sadza zawarta w masie fluidalnej jest wygrzewana w temperaturze 1300° C przez okres 4 do 5 sekund.

Tabela

	Jedn.	Własności sadz wg opisu patentowego nr 94 677				Własności sadz wg wynalazku			
		Przykład I		Przykład II		Przykład I		Przykład II	
		Sadza przed obrób.	Sadza po obrób.	Sadza przed obrób.	Sadza po obrób.	Sadza przed obrób.	Sadza po obrób.	Sadza przed obrób.	Sadza po obrób.
1. Chłonność 10% wodnego r-ru acetonu	ml/5 g.	18,3	28	17'5	26	14	29	14	32
2. Powierzchnia właściwa BET	m <sup>2</sup> /g	151	114	215	155	90,1	268	92	253
3. Średnica cząstek sadzy	μm	34	30	33	32	30	30	29	29
4. a) Oporność właściwa przy 60 kg/cm <sup>2</sup>	cm	0,89	0,23	1,11	0,15	1,31	0,22	1,1	0,20
b) Oporność właściwa przy 220 kg/cm <sup>2</sup>	cm	—	—	—	—	0,80	0,09	0,75	0,0732
5. Zawartość ekstraktu acetonowego	%	0,23	0,10	0,26	—	0,80	0,1	0,9	0,2
6. Zawartość popiołu	%	0,10	0,15	0,15	0,12	0,03	0,04	0,02	0,03
7. Ciężar nasypowy sadzy luźnej	g/l	50	50	48	45	40	30	45	35
8. Ciężar nasypowy po utrzęsieniu	g/l	102	100	86	90	—	—	—	—

Gotowy produkt z masy fluidalnej, zawierającej spaliny, wydziela się w sposób ciągły wprawiając masę fluidalną w ruch wirowy i dalej przepuszczając ją przez filtr mechaniczny. Uzyskana sadza charakteryzuje się chłonnością 10% roztworu wodnego acetonu wynoszącą 32 ml/5 g i powierzchnią właściwą, mierzoną metodą BET, wynoszącą 253 m<sup>2</sup>/g. Oporność elektryczna sadzy jest 10-krotnie mniejsza od oporności sadzy sta-  
nowiącej surowiec i wynosi 0,0732 Ωcm.

#### Zastrzeżenie patentowe

1. Sposób wytwarzania sadzy, zwłaszcza do baterii galwanicznych, polegający na obróbce ciepl-

nej surowca w warunkach zapobiegających jego utlenieniu, **znamienny tym**, że stanowiącą surowiec sadzę kanałową olejową niezagęszczoną o chłonności 10% roztworu wodnego acetonu nie 5  
mniejszej niż 13 ml/5 g i powierzchni właściwej nie mniejszej niż 70 m<sup>2</sup>/g zwilża się roztworem słabego kwasu karboksylowego i poddaje wygrze-  
waniu w temperaturze 800 o 1600° C.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że 10  
poddawana wygrzewaniu sadza znajduje się w stanie fluidalnym, którą w sposób ciągły przepuszcza się przez obszar podwyższonej temperatury, po czym w sposób ciągły wydziela się gotowy produkt.