



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

231008

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 20 06 80
(21) (PV 4376-80)

(51) Int. Cl.³

C 01 D 15/00
C 08 F 4/00

(40) Zveřejněno 30 12 83

(45) Vydáno 15 06 86

(75)

Autor vynálezu

PLESKA ALEXANDR ing., RAKOVNÍK, SEYČEK OTAKAR ing. CSc.,
ČERMÁK JIŘÍ ing., CHUPIK LUBOMÍR ing., NOVOTNÝ MILOSLAV ing.,
KRÁLUPY nad Vltavou, SUFČÁK MILAN ing. CSc., PRAHA

(54) Způsob přípravy lithiové disperze

1

Vynález se týká způsobu přípravy lithiové disperze mechanickou dispergací lithia v uhlovodíkovém médiu při teplotě nad bodem tání lithia a následujícím ochlazením vzniklé disperze.

Disperze lithia v uhlovodíkovém prostředí je jednou z důležitých forem, ve kterých se kovové lithium aplikuje v chemii a v chemické technologii. Disperze lithia je výchozím materiálem pro výrobu butyllithia a řady jiných organolithných meziproduktů a nachází také uplatnění jako katalyzátor při přípravě polybutadienu a polyisoprenu s vysokým obsahem 1,4-cis mikrostruktury.

Disperze lithia v uhlovodíkovém médiu se připravuje mechanickou dispergací lithia v uhlovodíkovém médiu při teplotě nad bodem tání lithia a následným ochlazením vzniklé disperze pod bod tání. Jako uhlovodíkové prostředí se zpravidla používá kvalitní minerální olej, který se nerozkládá při teplotě 200 °C a nereaguje s lithiem.

Aby se docílilo jemnějších částic kovu při dispergaci a aby se zabránilo rozsakování fází a slepení kovových částic před definitivním ztuhnutím, přidává se do směsi stabilizátor.

Dosud používaným stabilizátorem disperze je kyselina olejová, která však při teplotách nad bodem tání lithia okolo 180 °C podléhá rozkladu, což rychle snižuje její účinek. Je pak velmi obtížné dosáhnout stejnoměrné disperze a částicemi pod 30 μm. Navíc často dochází k havarijnímu stavu, kdy neztuhlé částice kovu se slepí na houbovitou hmotu, která zanáší dispergační aparaturu.

Nevýhody známého postupu odstraňuje způsob přípravy lithiové disperze podle vynálezu. Podle vynálezu se lithiová disperze připravuje mechanickou dispergací lithia v uhlovodíkovém médiu při teplotě nad bodem tání lithia a s následujícím ochlazením vzniklé disperze, spočívající v tom, že se dispergace provádí v přítomnosti 0,2 až 5 hmotnostních dílů kapalného telechelického polydienu, s výhodou polybutadienu, se střední molekulovou hmotností 1 000 až 3 000, obsahujícího v molekule hydroxylové nebo karboxylové skupiny. Vzniklá disperze má dostatečnou jemnost a stabilitu před ztuhnutím částic kovu, jakož i stabilitu dlouhodobou.

Výhody způsobu podle vynálezu jsou znázorněny následujícími příklady.

P ř í k l a d 1

V uzavřené ocelové nádobě o objemu 1 600 ml vybavené vysokostřížným míchadlem s příkonem 250 W při 1 000 ot/min. bylo pod argonem zahřáto 500 g bílého oleje a 200 g lithia na teplotu 200 °C. Směs byla 1 minutu dispergována na poloviční příkon míchadla, pak bylo do směsi za míchání přidáno 3 g kyseliny olejové a směs byla míchána ještě 5 minut na plný příkon. Pak bylo míchadlo zastaveno a směs ochlazená ponořením nádoby do vodní lázně o teplotě 9 °C. Byla získána disperze lithia v oleji, ve které převládaly částice o velikosti 60 až 100 μm . Postup nebyl dokonale reprodukovatelný: často docházelo při ochlazení k příliš rychlé separaci disperze, takže se poloztuhlé částice kovu shlukly a slepily.

P ř í k l a d 2

Postup byl shodný s postupem, který je popsán v příkladě 1, s tím rozdílem, že namísto kyseliny olejové bylo použito 3 g polybutadienu končeného hydroxylovými skupinami o molekulové hmotnosti $\bar{M}_n = 2\,700$ a o obsahu hydroxylů 0,69 mmol OH/g. Byla získána disperze s částicemi 10 až 18 μm , která byla stabilní během chladnutí. Na rozdíl od příkladu 1 se částice kovu neslepovaly.

P ř í k l a d 3

Postup byl shodný s postupem, jenž je popsán v příkladě 1, s tím rozdílem, že namísto kyseliny olejové bylo použito 3 g polybutadienu končeného karboxylovými skupinami o molekulové hmotnosti $\bar{M}_n = 1\,500$ a o obsahu karboxylů 1,21 mmol COOH/g. Byla získána disperze s částicemi převážně o velikosti 15 až 24 μm , která byla stabilní při chladnutí na rozdíl od disperze připravené podle příkladu 1.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob přípravy lithiové disperze mechanickou dispergací lithia v uhlovodíkovém médiu při teplotě nad bodem tání lithia a z následujícím ochlazením vzniklé disperze, vyznačený tím, že se dispergace provádí v přítomnosti 0,2 až 5 hmotnostních dílů kapalného telechelického polydienu, s výhodou polybutadienu, se střední molekulovou hmotností 1 000 až 3 000, obsahujícího v molekule hydroxylové nebo karboxylové skupiny.