



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

226 845

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 18 01 83
(21) PV 317-83

(51) Int. Cl.³ C 01 B 31/04

(40) Zveřejněno 26 08 83
(45) Vydáno 01 09 85

(75)
Autor vynálezu

VIDLAR JIRÍ Doc. ing. CSc., OSTRAVA, PROCHASKA FRANTISEK ing. CSc., PRAHA,
VESELÝ JIŘÍ ing. CSc., OSTRAVA, KRÁL JIŘÍ ing., NETOLICE,
NEISER JAN Doc. ing. CSc., OPAVA, DAVID JIŘÍ, TÝN NAD VLTAVOU
ČÍŽEK JAN ing. CSc., PRAHA,
ZEMÁNEK JAROSLAV ing., NETOLICE,
KŘÍŽ VÁCLAV ing., PŘÍBRAM,

(54) Způsob výroby vločkového grafitu

1

Vynález se týká způsobu výroby hrubě disperzního vločkového grafitu o obsahu 93,5 až 99,8 % hmotnosti grafitického uhlíku a obsahu celkové síry pod 0,1 % hmotnosti.

Dosud známé způsoby získávání vysoce čistého vločkového grafitu z přírodních surovin spočívají v tom, že se surovina předupravuje drcením, mletím, fyzikálním nebo fyzikálně chemickým postupem, například plavením, tříděním, magnetickou separací, flotací a následně chemicky dočišťuje kombinovanými metodami alkalického tavení a vícestupňového kyselého loužení s použitím zvýšených teplot a tlaků. V jiných případech chemické úpravy se využívá chlorace, oxidačního loužení v roztoku kyseliny chlorné a jejích solí, popřípadě jiných oxidačních činidel. Příprava vysoce čistých vločkových grafitových koncentrátů zahrnuje též spékání flotačních koncentrátů s obsahem uhlíku 80 až 85 % hmotnosti s loužením sodným při teplotách nad 600 °C, následného loužení spečence horkou vodou a další dvoustupňové loužení kyselinou sírovou za studena a za zvýšené teploty a tlaku. Uvedeným postupem se získá grafitový produkt s obsahem uhlíku nad 99 % hmotnosti. Známé způsoby získávání vločkového grafitu z umělých surovin, například z úletů hutních provozů, z použitých tavících kelímků, z odpadu při výrobě karbidu křemíku, z uhlové pěny při elektrolytické výrobě hliníku a jiných, spočívají v mechanické, fyzikální a fyzikálně chemické předúpravě těchto surovin, například drcením, mletím, tříděním, magnetickou separací, rozdruzčováním na hydrocyklónu, flotací apod. a umožňují získávat koncentráty vločkového grafitu s obsahem do

85 % hmotnosti grafitického uhlíku.

Nevýhodou těchto způsobů přípravy vysoce čistých vločkových grafitických koncentrátů je jejich složitost, vysoká technologická a energetická náročnost a nákladnost procesu. Dalším jejím nedostatkem je získávání nízkého podílu velké vločky grafitu, protože známé postupy přípravy čistého grafitu jsou spojeny s její výraznou degradací. Při aplikaci oxidačních činidel se přemění část grafitického uhlíku na kyselinu grafitovou, která vede ke změně povrchové aktivity uhlíkatých zrn a tak zmenšuje oblast použití vločkového grafitu. Většina známých postupů výroby vysoce čistého vločkového grafitu neodstraní z výchozí suroviny účinně celkovou síru.

Tyto nedostatky se odstraní způsobem výroby vločkového grafitu podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že předupravená tuhá emise uvolněná při přelévání surového železa a oceli nebo litiny do pánví a mísičů v hutních provozech, se podrobí loužení v roztoku 0,5 až 2 molární kyseliny chlorovodíkové nebo sírové při poměru tuhé fáze k tekuté fázi 1 : 5 až 1 : 20 po dobu deseti minut až dvě hodiny. Dále podstata spočívá v tom, že se do roztoku přidají ve vodě rozpustné povrchově aktivní látky na bázi polymerů nepěnivých siloxanů, oxidačních produktů vyšemolekulárních n-alkanů s počtem atomů uhlíku v molekule látky 20 až 40, to jest eikosan až tetrakontan, dávkované v množství 0,5 až 10 mg na dm^3 .

Hlavní předností způsobu výroby vločkového grafitu podle vynálezu je jednak vysoká kvalita konečného produktu a jednak podstatně kratší doba a technologická náročnost.

Příklad 1

Jako první příklad se uvádí flotační koncentrát, který po druhé flotaci obsahoval 85,02 % hmotnosti grafitického uhlíku a byl loužen ve skleněném agitátoru při poměru tuhé fáze ke kapalně fázi 1 : 10 a při teplotě 18 °C po dobu deseti až třiceti minut beztlakově v jednomolární chlorovodíkové kyselině. Kvalitu získaného produktu se zřetelem k času loužení níže charakterizují uvedené hodnoty:

Doba loužení v minutách	10	20	30
Obsah grafitického uhlíku v % hmotnosti	97,37	97,91	98,05
Obsah celkové síry v % hmotnosti	0,08	0,07	0,07

Příklad 2

Podle druhého příkladu, zrnitostní třída 0,10 až 0,25 mm, získaná tříděním vzorku tuhých grafitických emisí z hutních provozů, obsahující 67 % hmotnosti grafitického uhlíku, byla loužena ve skleněném agitátoru při poměru tuhé fáze ke kapalně fázi 1 : 10 a při teplotě 20 °C po dobu 30 až 60 minut beztlakově v roztoku jednomolární kyseliny chlorovodíkové. Byl získán produkt vločkového grafitu o obsahu 93,5 % hmotnosti grafitického uhlíku a 0,08 % hmotnosti celkové síry.

Příklad 3

Podle třetího příkladu byl flotační koncentrát, obsahující 79 % hmotnosti grafitického uhlíku loužen ve skleněném agitátoru při poměru tuhé fáze ke kapalně fázi 1 : 10 a při teplotě 80 °C beztlakově v 0,5 molární kyselině chlorovodíkové za přítomnosti oxidačního produktu n-alkanů, obsahujícího jako hlavní složku karboxylovou kyselinu s počtem dvaceti-pěti atomů uhlíku v molekule látky v množství 5 mg na dm^3 po dobu dvou hodin. Získaný pro-

dukt vločkového grafitu obsahoval 99,80 % hmotnosti grafitického uhlíku a 0,02 % hmotnosti celkové síry.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby vločkového grafitu z předupravených tuhých emisí, uvolněných při přelévání surového železa a oceli nebo litiny do pánví a mísičů v hutních provozech, vyznačený tím, že předupravená tuhá emise se louží v roztoku 0,5 až 2 molární kyseliny chlorovodíkové nebo sírové při poměru tuhé fáze ke kapalné fázi 1 : 5 až 1 : 20 při teplotě 15 až 90 °C po dobu deseti minut až dvě hodiny.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že do roztoku se přidají ve vodě rozpustné povrchově aktivní látky na bázi polymerů nepěnivých siloxanů, oxidačních produktů vyšemolekulárních n-alkanů s počtem atomů uhlíku v molekule 20 až 40, tj. s výhodou eikosan a tetrakontan, dávkované v množství 0,5 až 10 mg na dm^3 .