

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY 103351

Patent dodatkowy
do patentu _____

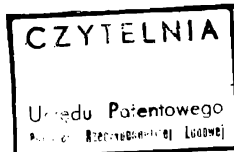
Zgłoszono: 06.11.76 (P. 193550)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 08.05.78

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1979

Int. Cl.². B01F 17/14
C10M 1/46



Twórcy wynalazku: Franciszek Steinmec, Stefan Patzau, Włodzimierz Montewski, Anna Zajezierska

Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Nafty,
Kraków (Polska)

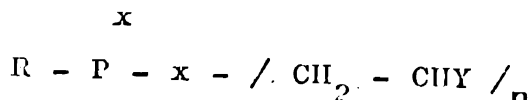
Sposób wytwarzania suspensji dwusiarczku molibdenu i/lub grafitu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania stabilnej suspensji dwusiarczku molibdenu i grafitu w ciekłym oleofilnym ośrodku. Stabilne suspensje dwusiarczku molibdenu i grafitu wytwarzane są w procesie mielenia wstępnie rozdrobnionego proszku dwusiarczku molibdenu i grafitu, w zawiesinie w ciekłym oleofilnym ośrodku w obecności stabilizatora zapobiegającego aglomeracji ziaren. Mielenie prowadzone jest do wytworzenia suspensji o średnicy ziaren zapewniających wytworzenie się równowagi sedymentacyjnej zazwyczaj do średnicy ziaren poniżej 1 μm .

W charakterze stabilizatorów suspensji dwusiarczku molibdenu i grafitu w ciekłym oleofilnym ośrodku stosowane są rozpuszczane w tym ośrodku: aminy tłuszczowe, nafteniany, oraz naftosulfoniany metali alkalicznych i ziem alkalicznych oraz alkilofenolany i alkilosalicylany głównie magnezu, wapnia i baru.

W charakterze ośrodka ciekłego stosowane są oleje węglowodorowe z przeróbki ropy naftowej, oleje syntetyczne, lotne ciekłe węglowodory, estry, alkohole, ketony, etery itp. Stwierdzono, że stabilną suspensję dwusiarczku molibdenu i grafitu wytworzyć można stosując w procesie mielenie w charakterze stabilizatora suspensji estry alkenotiofosfonowe.

Sposób według wynalazku polega na mieleniu dwusiarczku molibdenu i (lub) grafitu w zawiesinie w ciekłym oleofilnym ośrodku w temperaturze do 160°C, głównie 20–70°C w obecności do 20% wagowych, głównie do 10% wagowych estru alkenotiofosfonowego rozpuszczonego w ośrodku ciekłym. W charakterze stabilizatora stosowane są estry wytworzone przez reakcję kwasu alkenotiofosfonowego z tlenkiem etylenu i (lub) propyleny o wzorze strukturalnym



XII

OII

gdzie R — stanowi rodnik alkenylowy o ciężarze cząsteczkowym 300—2000, głównie 800—1500, X może być atomem siarki lub tlenu, Y atomem wodoru lub grupą CH_3 oraz n może przyjmować wartość do 5 głównie 1—2.

Przykład I. Do młyna perełkowego pojemności roboczej 200 dm^3 wprowadza się 114 kg oleju mineralnego o lepkości 65 cSt w temperaturze 50°C , 50 kg benzenu, 21 kg 50% roztworu estru alkenotiofosfonowego, wytworzonego w reakcji kwasu alkenotiofosfonowego zawierającego rodnik alkenowy o ciężarze cząsteczkowym 1230, z tlenkiem etylenu przy stosunku molowym kwasu do tlenku etylenu 1 : 2 oraz 7,5 kg dwusiarczku molibdenu o średnicy ziaren do $10 \mu\text{m}$ i 7,5 kg grafitu naturalnego o średnicy ziaren do $15 \mu\text{m}$.

Mielenie prowadzi się w temperaturze $30\text{--}40^\circ\text{C}$, do uzyskania średnicy ziaren dwusiarczku molibdenu i grafitu w suspensji określonej metodą mikroskopową poniżej $1 \mu\text{m}$, przez okres 58 godzin. Następnie suspensję kieruje się do wyparki, której lub wyposażony jest w mieszało, oddestylowuje benzen oraz przedmucha pozostałość azotem, celem odpędzenia śladów benzenu. Uzyskuje się 150 kg. 10% suspensji dwusiarczku molibdenu i grafitu o lepkości 1150 cP w temperaturze 20°C nie wykazującej sedymentacji w czasie półrocznego przechowywania.

Przykład II. Do młyna kulowego pojemności roboczej 100 kg wprowadza się 37,3 kg adypinianu dwuizooktylewego, 7,7 kg 65% roztworu olejowego estru alkenotriofosfonowego wytworzonego w reakcji kwasu alkenotiofosfonowego zawierającego rodnik alkenowy o ciężarze cząsteczkowym 980, z tlenkiem propylenu przy stosunku molowym kwasu do tlenku propylenu 1 : 1 oraz 5 kg dwusiarczku molibdenu o średnicy ziaren do $2 \mu\text{m}$. Mielenie prowadzi się w temperaturze $40\text{--}50^\circ\text{C}$ w ciągu 35 godzin po czym dodaje 50 kg adypinianu dwuizooktylewego kontynuując mielenie przez 15 godzin. Uzyskuje się 100 kg. 5% suspensji dwusiarczku molibdenu o lepkości 620 cP w temperaturze 20°C nie wykazującej sedymentacji w czasie półrocznego magazynowania.

Przykład III. Do młyna perełkowego pojemności roboczej 200 dm^3 wprowadza się 110,2 kg oleju mineralnego o lepkości 30,5 cSt w temperaturze 50°C 50 kg benzenu, 21,8 kg 55% roztworu olejowego estru alkenotriofosfonowego, wytworzonego w reakcji kwasu alkenotiofosfonowego zawierającego rodnik alkenowy o ciężarze cząsteczkowym 1020, z tlenkiem etylenu przy stosunku molowym kwasu do tlenku etylenu 1 : 1,5 oraz 18 kg grafitu naturalnego o średnicy ziaren do $5 \mu\text{m}$. Mielenie prowadzi się w temperaturze $30\text{--}40^\circ\text{C}$ do uzyskania średnicy ziaren grafitu w suspensji określonej metodą mikroskopową poniżej $2 \mu\text{m}$, w ciągu 60 godzin. Suspensję kieruje się następnie do wyparki, celem oddestylowania benzenu. W końcowej fazie oddestylowania benzenu, zawartość wyparki przedmucha się azotem, celem odpędzenia śladów benzenu. Uzyskuje się 150 kg 12% suspensji grafitu o lepkości 870 cP w temperaturze 20°C nie wykazującej sedymentacji w czasie półrocznego magazynowania.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania stabilnej suspensji dwusiarczku molibdenu i (lub) grafitu, z n a m i e n n y t y m, że prowadzi się proces mielenia dwusiarczku molibdenu i (lub) grafitu w ciekłym oleofilnym ośrodku w temperaturze do 160°C w obecności do 20% wagowych, głównie do 10% wagowych estru kwasu alkenotiofosfonowego rozpuszczonego w ciekłym oleofilnym ośrodku.

2. Sposób według zastrz. 1 z n a m i e n n y t y m, że stosuje się ester wytworzony przez reakcję kwasu alkenotiofosfonowego zawierającego rodnik alkenowy o ciężarze cząsteczkowym 300—2000 głównie 800—1500 z tlenkiem etylenu i (lub) tlenkiem propylenu przy stosunku molowym kwasu do tlenku do 1 : 5 głównie 1 : 1 do 1 : 2.