



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

257729

(11)

(B1)

(51) Int. Cl.⁴

C 01 D 15/08

(22) Přihlášeno 22 12 86

(21) PV 9685-86.B

(40) Zveřejněno 15 10 87

(45) Vydáno 15 02 89

(75)

Autor vynálezu

SOUČEK VIKTOR prom. chem., CHUPÍK LUBOMÍR ing., KUCHYŇKA PETR ing.,
KRALUPY nad Vltavou, VYORAL LEOPOLD ing., PRAHA, JANKO JAROMÍR ing.,
KRALUPY nad Vltavou

(54) Způsob výroby uhličitanu lithného

Způsob výroby uhličitanu lithného z vodní fáze obsahující hydroxid lithný převedením hydroxidu lithného zaváděním plynného oxidu uhličitého do vodní fáze na suspenzi uhličitanu lithného a kyselého uhličitanu lithného. Kyselý uhličitan lithný se převede na uhličitan lithný zahřátím na teplotu 90 až 100 °C. Suspenzovaný uhličitan lithný se oddělí od vodní fáze ve formě prášku jejím odpařením, odsazením odfiltrováním nebo odstředěním.

Vynález se týká způsobu výroby uhličitanu lithného z vodní fáze obsahující hydroxid lithný, zejména z vodní fáze odpadající při výrobě kapalných kaučuků aniontovou roztokovou polymerací iniciovanou lithiem nebo jeho sloučeninami a nebo odpadající při výrobě tohoto iniciátoru. Uhličitan lithný je zejména surovinou při výrobě bílých smaltařských frit.

Při výrobě kapalných kaučuků, např. kapalných polybutadienů, aniontovou roztokovou polymerací iniciovanou lithiem nebo jeho sloučeninami, například aorganolithnými iniciátory vzniká při hydrolýze polymeru a atomy lithia na koncích řetězců vodou nebo vodným roztokem kyseliny v prvním případě hydroxid lithný a ve druhém případě lithná sůl. Vodní fáze se potom oddělí od roztoku polymeru. Příprava těchto polymerů je například popsána v patentech NSR 1 301 521, VB 1 004 723, USA 3 225 089 a USA 3 135 716 a AO SSSR 829 635. Přitom se další využití vodní fáze nepředpokládá a ta se likviduje jako odpad.

Cílem vynálezu je proto najít ekonomicky výhodný způsob využití pro vodné roztoky hydroxidu lithného a zároveň zabránit ekologickým odpadům spojeným s jeho vypouštěním do vod nebo nákladům na čištění.

Uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby uhličitanu lithného z vodní fáze obsahující hydroxid lithný, zejména z vodní fáze odpadající při výrobě kapalných kaučuků aniontovou roztokovou polymerací iniciovanou lithniem nebo jeho sloučeninami a nebo odpadající při výrobě tohoto iniciátoru, podle vynálezu, který spočívá v tom, že se hydroxid lithný, obsažený ve vodní fázi, převede za míchání a tlaku 0,1 až 0,3 MPa zaváděním plynného oxidu uhličitého do vodní fáze na suspenzi uhličitanu lithného a kyselého uhličitanu lithného, načež se zahřátím suspenze na teplotu 90 až 100 °C rozloží kyselý uhličitan lithný na uhličitan lithný a pak se tento suspendovaný uhličitan lithný oddělí od vodní fáze ve formě prášku jejím odpařením, ofiltrováním, odsazením nebo odstředěním.

Způsob podle vynálezu lze s výhodou provést tak, že se z vodní fáze před zavedením oxidu uhličitého oddestiluje organická rozpouštědla a mechanicky se oddělí přítomný gel zesíťovaného polyméru. Toto mechanické odloučení lze provést zejména filtrací nebo sedimentací. K rozpouštědům, která se oddestilují patří zejména éter, např. metyltercbutyléter, nebo alkohol, např. metanol nebo terciární butanol.

Způsob podle vynálezu lze rovněž s výhodou provést tak, že se zahřátí suspenze provede reakčním teplem vzniklým při reakci hydroxidu lithného s oxidem uhličitým. Suspenzi je výhodné zahřát na teplotu 90 až 95 °C, která je pro rozklad kyselého uhličitanu na uhličitan lithný optimální. Zahřátí lze s výhodou provést na dobu nejméně 1 h., čímž je zajištěn úplný rozklad na uhličitan lithný.

Oddělení suspendovaného uhličitanu lithného od vodní fáze ve formě prášku lze s výhodou provést separací pevných částic, zejména vakuovou filtrací nebo odstředěním, s následným sušením při teplotě 100 až 150 °C vzduchem.

Oddělení suspendovaného uhličitanu lithného od vodní fáze ve formě prášku je výhodné provést za teploty 890 až 100 °C, protože jeho rozpustnost klesá se vzrůstající teplotou.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že se vodný roztok hydroxidu lithného využije pro výrobu dále využitelného produktu. Zároveň se zabrání ekologickým dopadům, spojeným s jeho vypouštěním do vod nebo nákladům na čištění.

Výhody způsobu podle vynálezu jsou dále podrobněji doloženy následujícími příklady konkrétního provedení.

P ř í k l a d 1

150 l vodní fáze, která byla získána při výrobě kapalného polybutadienu o obsahu 4 % hm. hydroxidu lithného a 0,2 % hm. metyltercbutyleteru, bylo zahříváno ve vařáku destilační

kolony na teplotu 60 °C. Po oddestilování metyltercbutyleteru byl vodný roztok hydroxidu lithného z vařáku destilační kolony přepuštěn do reaktoru, kde za míchání bylo zaváděno 5,6 kg plynného oxidu uhličitého. Reakčním teplem se matečný louh, se suspendovaným práškovým uhličitanem lithným zahřál až na teplotu cca 95 °C a na této teplotě byl udržován po dobu 1 h. Po této době byl uhličitan lithný za horka odfiltrován ve vakuové nuči od matečného louhu. Vlhký uhličitan lithný byl rozprostřen na lisky horkovzdušné sušárny, ve které byl sušen při 130 °C po dobu 2 hod. Tímto způsobem bylo získáno 7,5 kg práškového uhličitanu lithného.

P ř í k l a d 2

Ze 150 l vodní fáze, která byla získána při výrobě kapalného polybutadienu s koncovými hydroxylovými skupinami, obsahující 5,8 % hm. hydroxidu lithného, 0,72 % hm. metyltercbutyleteru, 14,45 % hm. metanolu, byl ve vařáku destilační kolony oddestilován metyltercbutyleter, metanol a malé množství vody. Z vařákové kapaliny se oddělilo filtrací na sílonové síťovině 0,3 kg kalu. Čistý vodný roztok hydroxidu lithného byl napuštěn do reaktoru, kde za míchání byl za tlaku 0,2 MPa při teplotě 40 °C přiváděn plynný oxid uhličitý v množství 4 kg. Reakčním teplem se suspenze uhličitanu lithného s matečným louhem zahřeje až na cca 95 °C a za míchání se udržuje na této teplotě 1 hod. Po této době byl práškový uhličitan lithný za horka odseparován v odstředivce. Vlhký produkt byl rozprostřen na lisky horkovzdušné sušárny, ve které byl sušen při 130 °C po dobu 2 h. Tímto způsobem bylo získáno 9,8 kg uhličitanu lithného.

P ř í k l a d 3

150 l vodní fáze získané po likvidaci lithia v reaktoru pro přípravu iniciátoru, obsahující 10,51 % hm. hydroxidu lithného, 0,1 % hm. metyltercbutyleteru, 0,05 % hm. metanolu a 0,05 % hm. tercbutanolu, bylo ve vařáku destilační kolony zahříváno na teplotu 101 °C a tímto způsobem se oddestilovala uvedená organická rozpouštědla.

Vařáková kapalina obsahující vodný roztok hydroxidu lithného, byla přerušena do reaktoru, kde při teplotě 40 °C za míchání bylo za tlaku 0,3 MPa přidáno 15 kg plynného oxidu uhličitého.

Matečný louh se suspendovaným práškovým uhličitanem lithným se zahřál až na teplotu cca 95 °C a na této teplotě byla za míchání udržována po dobu 1 hod. Po této době byl uhličitan lithný za horka odfiltrován ve vakuové nuči od matečného louhu. Vlhký produkt byl rozprostřen na lisky horkovzdušné sušárny, ve které byl sušen při 130 °C po dobu 2 hod. Tímto způsobem bylo získáno 21,6 kg uhličitanu lithného.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby uhličitanu lithného z vodní fáze obsahující hydroxid lithný, zejména fáze odpadající při výrobě kapalných kaučuků aniontovou roztokovou polymerací iniciovanou lithiem nebo jeho sloučeninami a nebo odpadající při výrobě tohoto iniciátoru, vyznačující se tím, že se hydroxid lithný, obsažený ve vodní fázi, převede za míchání a tlaku 0,1 až 0,3 MPa zaváděním plynného oxidu uhličitého do vodní fáze na suspenzi uhličitanu lithného a kyselého uhličitanu lithného, načež se zahřátím suspenze na teplotu 90 až 100 °C rozloží kyselý uhličitan lithný na uhličitan lithný a pak se tento suspendovaný uhličitan lithný oddělí od vodní fáze ve formě prášku jejím opařením, odfiltrováním, odsazením nebo odstředěním.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se z vodní fáze před zavedením oxidu uhličitého oddestilují organická rozpouštědla a mechanicky se oddělí přítomný kal zesíťovaného polymeru.

3. Způsob dle bodů 1 a 2 vyznačující se tím, že se zahřátí suspenze s vodní fází provede reakčním teplem, vzniklým při reakci hydroxidu lithného s oxidem uhličitým.

4. Způsob podle bodů 1 až 3 vyznačující se tím, že se zahřátí suspenze provede na teplotu 90 až 95 °C.

5. Způsob podle bodů 1 až 4 vyznačující se tím, že se rozklad kyselého uhličitánu na uhličitán lithný provede zahřátím suspenze na dobu nejméně 1 h.

6. Způsob podle bodů 1 až 5 vyznačující se tím, že se oddělení suspendovaného uhličitánu lithného od vodní fáze ve formě prášku provede separací pevných částic a následným sušením při teplotě 100 až 150 °C vzduchem.

7. Způsob podle bodů 1 až 6 vyznačující se tím, že se oddělení suspendovaného uhličitánu lithného od vodní fáze ve formě prášku provede vakuovou filtrací nebo odstředěním.

8. Způsob podle bodů 1 až 7 vyznačující se tím, že se oddělení suspendovaného uhličitánu lithného od vodní fáze ve formě prášku provede za teploty 90 až 100 °C.