

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

94677

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31.10.74 (P. 175303)

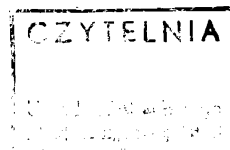
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 08.05.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP H01m 15/06
C09c 1/54

Int. Cl.² H01M 4/62
C09C 1/54



Twórcy wynalazku: Stanisław Foć, Krystyna Grochowicz, Jerzy Kwaśnik

Uprawniony z patentu: Centralne Laboratorium Akumulatorów i Ogniw,
Poznań (Polska)

Sposób otrzymywania sadzy nieacetylenowej o dużej chłonności cieczy, zwłaszcza do chemicznych źródeł prądu

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania sadzy nieacetylenowej o dużej chłonności cieczy, zwłaszcza do chemicznych źródeł prądu.

Znane są sposoby otrzymywania sadz gazowych o dużej chłonności cieczy głównie przez termiczny rozkład acetylenu. Chłonność 10% wodnego roztworu acetonu sadz acetylenowych waha się na ogół w granicach od 20–40 ml/5 g. Sadze otrzymuje się również przez termiczny rozkład lub częściowe spalanie innych gazów np. sadze piecowe lub kanałowe. Chłonność 10% wodnego roztworu acetonu dla tych sadz wynosi na ogół 7–18 ml/5 g. Wyklucza to możliwość użycia ich do takich zastosowań, w których wymagane jest wprowadzenie z sadzą większej ilości zaadsorbowanej cieczy np. do ogniw pierwotnych suchych. W tych ostatnich sadza jest jednym ze składników masy depolaryzacyjnej elektrody dodatniej, a rola jej polega na zabezpieczeniu niezbędnej ilości elektrolitu dla osiągnięcia właściwej plastyczności mieszanki depolaryzacyjnej i dla prawidłowego przebiegu reakcji elektrochemicznych oraz na odprowadzaniu elektronów z powierzchni depolaryzatora w czasie pracy ogniwa.

Istotą wynalazku jest sposób otrzymywania sadzy nieacetylenowej o dużej chłonności cieczy, zwłaszcza do chemicznych źródeł prądu. Sadzę nieacetylenową o chłonności nie mniejszej niż 16 ml/5 g, powierzchni właściwej nie mniejszej niż 150 m²/g i o średniej średnicy cząstek nie mniejszej niż 30 mμ umieszcza się w atmosferze ochronnej na okres nie mniejszy niż 30 minut. Proces prowadzi się w piecu o działaniu periodycznym lub ciągłym ogrzany do temperatury od 1.000°C do 1.300°C, korzystnie w 1.100°C. Atmosferę ochronną stanowi atmosfera azotu lub warstwa koksu i piasku.

Termiczna obróbka takiej sadzy powoduje zwiększenie chłonności 10% roztworu acetonu o około 50% oraz ponadto zmniejszenie oporności właściwej ponad 65% i powierzchni właściwej (ok. 26%). Wynalazek przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. Sadzę umieszcza się w tyglu grafitowym i wstawia do muflki wykonanej z blachy żaroodpornej, do której doprowadza się azot z butli. Muflę wsuwa się do rozgrzanego do około 1.000–1.200°C korzystnie do 1.100°C pieca sylitowego. Przednią część muflki wraz z doprowadzeniem gazu, pozostającą na zewnątrz pieca chłodzi się wodą.

Czas termicznej obróbki sadzy wynosi 20–120 minut, korzystnie 30 minut licząc od momentu osiągnięcia temperatury 1.000–1.100°C we wnętrzu muflki. Azot przepuszcza się przez muflę przez cały czas trwania procesu prażenia. Po zakończonym procesie prażenia muflę wysuwa się z pieca i chłodzi jej zawartość również w atmosferze azotu do temperatury pokojowej.

Tabela do przykładu I
Własności sadzy przed i po procesie obróbki przedstawiono poniżej.

	Jedn.	Sadza	
		przed obróbką	po obróbkę
Chłonność 10% wodnego roztworu acetonu.	ml/5g	18,3	28
Powierzchnia właściwa, BET.	m ² /g	151	114
Średnica cząstek sadzy.	mμ	34	30
Oporność właściwa przy ciś. 60 kg/cm ² .	om · cm	0,89	0,23
Zawartość ekstraktu acetonowego.	%	0,23	0,10
Zawartość popiołu.	%	0,10	0,15
Ciężar nasypowy sadzy luźnej.	g/l	50	50
Ciężar nasypowy, po utrzęsieniu.	g/l	102	100

Przykład II. Sadzę umieszcza się w tyglach grafitowych, w kasetach komór pieca kręgowego. Zabezpiecza się ją przed dostępem tlenu powietrza np. przez przykrycie każdego tygla wieczkiem i przysypanie z zewnątrz kolejno zasypką koksową i piaskiem. Obróbkę termiczną sadzy w piecu kręgowym opalanym np. gazem generatorowym prowadzi się 250 godzin, licząc od momentu załadunku pieca do chwili ostudzenia, umożliwiającego usunięcie tygli z komory. W temperaturze 1.100°–1.300°C sadza przebywa około 50 godzin.

Tabela do przykładu II
Własności sadzy przed i po procesie obróbki przedstawiono poniżej.

	Jedn.	Sadza	
		przed obróbką	po obróbkę
Chłonność 10% wodnego roztworu acetonu.	ml/5g	17,5	26
Powierzchnia właściwa, BET.	m ² /g	215	155
Średnica cząstek sadzy.	mμ	33	32
Oporność właściwa przy ciś. 60 kg/cm ² .	om · cm	1,11	0,15
Zawartość ekstraktu acetonowego.	%	0,26	—
Zawartość popiołu.	%	0,15	0,12
Ciężar nasypowy sadzy luźnej.	g/l	48	45
Ciężar nasypowy, po utrzęsieniu.	g/l	86	90

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania sadzy nieacetylenowej o dużej chłonności cieczy, zwłaszcza do chemicznych źródeł prądu, z n a m i e n n y t y m, że sadzę o chłonności nie mniejszej niż 16 ml/5 g, o powierzchni właściwej nie mniejszej niż 150 m²/g i o średniej średnicy cząstek nie mniejszej niż 30 mμ umieszcza się w atmosferze ochronnej na okres nie mniejszy niż 30 minut w piecu o działaniu periodycznym lub ciągłym ogrzanym do temperatury od 1.000°C–1.300°C, korzystnie w 1.100°C.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że atmosferę ochronną w piecu stanowi atmosfera azotu i/lub warstwa koksu i piasku.