



C07c 143/50

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 37011

Kl. 12 q, 20/04

Instytut Tworzyw Sztucznych
(Warszawa, Polska)

Sposób otrzymywania kationitu zawierającego grupy sulfonowe

Udzielono patentu z mocą od dnia 16 września 1953 r.

W patencie nr 37010 opisany jest sposób otrzymywania kationitu zawierającego grupy sulfonowe z materiału wyjściowego posiadającego grupy karbinolowe i grupy sulfonowe, które reagują ze sobą z wydzieleniem cząsteczki kwasu siarkowego i wytworzeniem związku wielkocząsteczkowego.

W patencie powyższym opisano sposób kondensacji surowców wyjściowych w kierunku powstania żelu twardego wykazującego właściwości wymiany jonowej. Obecnie stwierdzono, że kondensację według patentu nr 37010 można prowadzić w taki sposób, żeby żel o właściwościach wymiany jonowej powstawał odrazu w formie dokładnie kulistych ziaren. Taka kulista postać ziaren wymiennicza jonowego posiada cały szereg zalet w porównaniu do ziaren kruszonych o kształcie nieregularnym. Ziarno kuliste znajdujące się w warstwie wymiennicza służącego jako filtr do

cieczy, w której ma nastąpić wymiana jonowa, stawia znacznie mniejszy opór dla przepływu cieczy niż warstwa ziaren o kształtach nieregularnych. Wobec tego, że każdy wymiennicza jonowy pęcznieje niejednakowo w roztworach zawierających różne jony i niejednakowo w roztworach o różnym pH, przeto przy zmianie rodzaju roztworu warstwa wymiennicza rozszerza się lub kurczy, zmieniając swoją objętość. Ziarna wymiennicza podczas tego procesu przesuwają się w stosunku do siebie. Przy takim przesuwaniu ziarna kuliste łatwo ślizgają się jedno po drugim, podczas gdy ziarna o kształtach nieregularnych ulegają silnemu kruszeniu i ścięciu. W rezultacie wypełniacz kulisty jest bardziej odporny na ścięcie i warstwa takiego wymiennicza pracuje dłużej bez uszkodzenia.

Istota wynalazku polega na tym, że kondensację związków zawierających czynną grupę sulfonową i związków karbinolowych opisanych w patencie nr 37010 przeprowadza się w środowisku nie mieszącym się z materiałami ulegającymi reakcji. Układ reagujący może być mechanicznie

Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Tadeusz Ignacy Rabek, Janusz Lindeman i Edward Buntner.

rozpraszony w środowisku obojętnym w postaci kropeł cieczy, których wielkość zależy jest od właściwości ośrodka rozpraszającego i mechanicznych warunków rozpraszania (szybkość obrotu mieszadła, kształt naczynia, w którym przeprowadza się rozproszenie itd.). Jeśli reakcję prowadzić w odpowiednio ograniczonym ośrodku, rozpraszającym, wówczas w każdej kropli mieszaniny wyjściowej zajdzie reakcja i kropla stwardnieje do żelu będącego wymienniczem.

Stwierdzono, że jako ośrodek rozpraszający nadają się cieczy nie reagujące z surowcami wyjściowymi, w których zarówno surowce wyjściowe jak i produkty reakcji są nierozpuszczalne i których lepkość (wiskoza) w warunkach kondensacji leży w granicach 50 — 500 centipoisów.

Po stwardnieniu żelu w kształcie kulistych ziaren, oddziela się żel od ośrodka rozpraszającego przez odsączenie, odwirowanie lub w inny mechaniczny sposób lub też usuwa się ten ośrodek za pomocą lotnych rozpuszczalników, w których rozpuszcza się ośrodek rozpraszający o wytworzony żel jest nierozpuszczalny. Po odmyciu ośrodka rozpraszającego pozostały rozpuszczalnik usuwa się z ziaren żelu przez wysuszenie lub odparowanie.

Niżej podane przykłady wyjaśniają istotę wynalazku, przyczym w nich nie ograniczają możliwości stosowania jego w innej formie i postaci.

Przykład I. Produkt, powstający w wyniku kondensacji 1 mola kwasu fenolosulfonowego (o —, p — lub ich mieszaniny) początkowo z 0,5 molem formaldehydu do kwasu dwuoksydwufenyliometanodwusulfonowego, a następnie z 0,5 molem formaldehydu do odpowiedniej pochodnej jednometylowej, rozpuszczony w środowisku wodnym zawierającym dostateczną ilość wolnego kwasu siarkowego, wprowadza się do oleju mineralnego posiadającego lepkość 100 cp. i ogrzanego do temperatury 70°C. Przy silnym mieszaniu surowce kondensujące ulegają rozdzieleniu na zawieszoną kulek, których wielkość, jak podano wyżej, zależy jest od szybkości mieszania. Stwierdzono, że w oleju o pożądanej lepkości można uzyskać ziarno kuliste o średnicy leżącej w granicach 0,1 do 2 mm. W podwyższonej temperaturze następuje szybka kondensacja z wytworzeniem żelu twardego. Po skończonym procesie twarde kuliste ziarno wymiennicza oddziela się od oleju przez wirowanie. Pozostały na ziarnach olej usuwa się przez przemywanie roztworem wodnym zawierającym odpowiedni środek emulgujący olej. Po odwirowaniu nadmiaru wody pozostaje wymiennicze w postaci kulek o bardzo równomiernej średnicy, gotowy do użytku.

Przykład II. Kondensację i wytwarzanie żarnistego kulistego wymiennicza przeprowadza się w sposób podany w przykładzie I. Po odwirowaniu oleju z kulek, pozostałą jego ilość usuwa się przez przemywanie ziaren rozpuszczalnikiem oleju posiadającym niską temperaturę wrzenia, np. benzyną, benzolem itd. Po odmyciu oleju pozostałe ziarno suszy się, przyczym rozpuszczalnik odparowuje pozostawiając kationit gotowy do użytku.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania kationitu zawierającego grupy sulfonowe, przez kondensację aromatycznych kwasów sulfonowych z aromatycznymi karbinolami w środowisku kwaśnym, zamienny tym, że kondensację dającą w ostatecznym wyniku nierozpuszczalny żel kationitu prowadzi się w ośrodku, w którym zarówno materiały wyjściowe jak i kationit gotowy są nierozpuszczalne i w którym materiał wyjściowy rozprasza się w postaci kulistych kropeł za pomocą czynników mechanicznych mieszania, wstrząsania lub innych, po skończonym procesie żelowania ośrodek rozpraszający oddziela się od kulistych ziaren kationitu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako ośrodek rozpraszający stosuje się olej mineralny, posiadający lepkość leżącą w granicach 50 — 500 cp.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że po skończonym procesie żelowania kationitu i oddzieleniu głównej ilości ośrodka rozpraszającego środkami mechanicznymi jak filtrowanie, wirowanie lub innymi, pozostałą ilość ośrodka usuwa się z ziaren kulistych kationitu przez przemywanie wodnym roztworem zawierającym środek emulgujący dany ośrodek rozpraszający.

4. Sposób według zastrz. 1, 2, znamieny tym, że po skończonym procesie żelowania kationitu i oddzieleniu głównej ilości ośrodka rozpraszającego środkami mechanicznymi jak filtrowanie lub wirowanie lub innymi, pozostałą ilość ośrodka rozpraszającego usuwa się z kulistych ziaren kationitu przez przemywanie lotnym rozpuszczalnikiem ośrodek rozpraszający i nie rozpuszczający żelu kationitu, jak węglowodory aromatyczne w rodzaju benzenu i homologów, i węglowodory alifatyczne w rodzaju benzyny i homologów, poczym po usunięciu ośrodka rozpraszającego pozostały rozpuszczalnik usuwa się przez odparowanie lub wysuszenie.

Instytut Tworzyw Sztucznych