



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

244 391

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 22 10 84
(21) PV 8002-84

(51) Int. Cl.³4
B 01 J 19/00

(40) Zveřejněno 17 09 85
(45) Vydáno 01 06 88

(75)
Autor vynálezu

DOMČÍK LEOPOLD ing.; DOKOUPIL JIŘÍ ing., OSTRAVA

(54) Způsob řízení průběhu neutralizace alkalického roztoku

Řešení se týká neutralizace alkalického roztoku methylofenolů pro přípravu pojiva sklovláknitých nebo minerálně vláknitých materiálů. Účelem vynálezu je sledovat a řídit průběh neutralizace jednoduchým způsobem vhodným pro provozní podmínky. Tohoto účelu je podle vynálezu dosaženo tím, že v průběhu neutralizace se současně měří elektrická vodivost neutralizovaného roztoku a při poklesu elektrické vodivosti na 50 až 18 % původní hodnoty se neutralizace ukončí.

Vynález se týká způsobu řízení průběhu neutralizace alkalického roztoku methyloľfenolů pro přípravu pojiva sklovláknitých nebo minerálněvláknitých materiálů.

Při výrobě sklovláknitých nebo minerálněvláknitých izolačních materiálů se pro formulaci pojiv používají adiční produkty fenolů a formaldehydem. Při jejich přípravě, která je řízena tak, aby vznikaly především adiční sloučeniny, methyloľfenoly, s minimálním obsahem vícejaderných sloučenin pryskyřičného charakteru, zůstává v roztoku část nezreagovaných surovin fenolu a formaldehydu. Jako katalyzátor těchto reakcí se používají alkalické hydroxidy, hydroxid sodný NaOH , hydroxid draselný KOH , hydroxid barnatý $\text{Ba}(\text{OH})_2$ a hydroxid vápenatý $\text{Ca}(\text{OH})_2$. Alkalické hydroxidy, potřebné pro syntézu methyloľfenolů, jsou nežádoucí v hotovém pojivu pro pojení minerálněvláknitých materiálů z důvodu korozního působení na minerální vlákno i kovové materiály, navlhavost a nasákavost izolačních materiálů a snižování pevnosti pojivových spojů. Je známo několik způsobů, jak množství alkálie v pojivu snížit. Alkalický účinek katalyzátoru je otupován přidavkem kyseliny, nebo je alkalický katalyzátor z roztoku methyloľfenolů odstraňován, např. pomocí iontoměníčů nebo přidavkem srážedla, kterým se hydroxid barnatý nebo vápenatý převede na nerozpustnou sůl, nejlépe síran nebo uhličitán. Jako srážedlo se používá zředěná kyselina sírová, síran amonný, uhličitán amonný nebo plynný kysličník uhličitý CO_2 . Při neutralizaci alkalického hydroxidu se řídí přidavek neutralizačního činidla v závislosti na pH roztoku methyloľfenolů, přičemž se neutralizace ukončí při dosažení neutrální reakce, tj. při pH 7, případně při jiné zvolené hodnotě. Při neutralizaci je nutno sledovat průběh neutralizace, buď měřením pH pomocí pH metru, přičemž elektrody jsou ponořené do neu-

tralizovaného roztoku v míchané nádobě, ve které je roztok neutralizován, nebo odběrem vzorků, ve kterých se stanoví pH laboratorním přístrojem nebo pomocí barevných indikátorů, případně indikátorových papírků. Oba tyto způsoby mají i řadu nevýhod. pH metry schopné trvalého nasazení v provozech jsou nákladné a údržba elektrod pro měření pH v prostředí pryskyřičnatých látek, způsobujících olepování skleněných elektrod, je velmi náročná. Pokud se pH sleduje na odebíraných vzorcích, je neutralizace zdoluhavá, neboť je možno přidat neutralizační činidlo až po vyhodnocení předešlého vzorku. Činidlo je třeba přidávat postupně, protože v případě předávkování existuje nebezpečí okyselení roztoku, při kterém se mohou vícejaderné pryskyřičnaté částice vsrážet z roztoku.

Uvedené nevýhody jsou odstraněny způsobem řízení průběhu neutralizace podle vynálezu, jehož podstata spočívá v tom, že v průběhu neutralizace se současně měří elektrická vodivost neutralizovaného roztoku a při poklesu elektrické vodivosti na 50 až 18 % původní hodnoty se neutralizace ukončí. Vlastní neutralizace se provádí známými prostředky, neutralizačním činidlem nebo pomocí iontoměničů.

Přidávání neutralizačního činidla, resp. působení katextu po určitou dobu, v závislosti na změnách elektrické vodivosti roztoku methylolefenolu umožňuje dodržet optimální podmínky pH roztoku, jak z hlediska stability roztoku, tak i dalších vlastností ovlivňujících kvalitu pojiva i kvalitu výsledné produkce. Nákladný pH-metr je možno nahradit podstatně jednodušším zařízením a místo citlivých skleněných elektrod použít elektrody kovové, které nejsou tak citlivé na znečištění. Občasné vyčištění těchto kovových elektrod je pak jednoduché a rychlé, aniž by hrozilo jejich poškození. V provozních podmínkách je pak možno celý proces neutralizace zautomatizovat.

Způsob provádění neutralizace na základě měření elektrické vodivosti roztoku methylolefenolů je možno použít v případě srážecích reakcí, které jsou vždy provázeny výraznou změnou množství iontů v roztoku, stejně jako při neutralizaci, kdy jsou

ionty odstraňovány z roztoku pomocí iontoměníčů a dále při všech reakcích, které jsou provázeny změnou množství iontů v roztoku. Pokud je měření elektrické vodivosti umístěno přímo v zařízení pro formulaci pojiva, je možno jej využít i pro další technologickou operaci, a to pro dávkování čpavkové vody. Přídavkem čpavkové vody se váže formaldehyd přítomný v roztoku methyloľfenolů na hexamethylentetramin. Význam této operace je ve snížení toxicity, způsobené formaldehydem. Čpavkovou vodu je třeba dávkovat jen v množství potřebném pro vázání formaldehydu, případně v malém přebytku. V případě zvýšeného dávkování dochází k exhalaci amoniaku do pracovního a životního prostředí. V případě řízení dávkování čpavkové vody podle elektrické vodivosti se využívá poznatku, že vodivost roztoku methyloľfenolů přídavkem amoniaku se téměř nemění, pokud čpavková voda reaguje s formaldehydem. Jakmile je formaldehyd z roztoku vyčerpán, dochází k náhlému zvýšení elektrické vodivosti způsobenému amoniakovými ionty.

Vzájemná závislost průběhu změn elektrické vodivosti roztoku methyloľfenolů a hodnot pH tohoto roztoku byla ověřena měřením, při kterém byl ke 100 g roztoku methyloľfenolů obsahujícího katalyzátor dioxid barnatý $\text{Ba}(\text{OH})_2$ přidáván roztok síranu amonného, obsahujícího v jednom litru roztoku 200 g $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Měření bylo provedeno při teplotě 22 °C.

Výsledky měření jsou shrnuty v následující tabulce:

ml roztoku $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	pH	elektrická vodivost μS
0	8,86	1 790
1	8,83	1 780
2	8,69	1 740
3	8,62	1 620
4	8,53	1 450
5	8,40	1 250
6	8,22	1 020
7	7,95	720

ml roztoku (NH ₄) ₂ SO ₄	pH	elektrická vodivost μS
7,5	7,70	560
8	7,22	360
8,1	7,06	340
8,2	6,89	330

Vynález bude dále podrobněji objasněn na následujících příkladech postupu podle předmětného vynálezu.

Příklad 1

Do kádinky o objemu 600 ml bylo odměřeno 100 ml vodného roztoku rezolformaldehydové pryskyřice obsahujícího jako katalyzátor hydroxid barnatý Ba(OH)₂ a 200 ml vody. Za stálého míchání byl přidáván roztok síranu amonného obsahujícího na 1 litr roztoku 200 g (NH₄)₂SO₄ a současně byla naměřena elektrická vodivost. Přidávání roztoku síranu amonného bylo ukončeno, jakmile elektrická vodivost poklesla z původní hodnoty 1010 μS na jednu čtvrtinu, tj. na 260 μS, a tato hodnota se po několik minut již neměnila. Kontrolním měřením laboratorním ph-metrem byla zjištěna hodnota pH = 7,2. Pak byla k roztoku postupně přidávána dvacetipětiprocentní čpavková voda. I tento proces byl řízen současným měřením elektrické vodivosti roztoku. Po každé dílčí dávce došlo k přechodnému zvýšení elektrické vodivosti a následnému částečnému poklesu této hodnoty. Čpavková voda byla přidávána tak dlouho, až se elektrická vodivost zvýšila na 2000 μS (tomu přibližně odpovídá hodnota pH = 8) a tato hodnota se již dále neměnila.

Příklad 2

Do nádoby bylo odměřeno 600 ml roztoku methyloľfenolů, obsahujícího jako katalyzátor hydroxid vápenatý a 200 ml vody. Za stálého míchání byl přidáván deseti procentní roztok kyseliny sírové a průběžně byl sledován průběh změn elektrické vodivosti, přičemž její hodnota byla odečítána až po ochlazení na 22 °C. Neutralizace byla ukončena při poklesu elektrické vodivosti z původní hodnoty 1 650 μS na hodnotu 410 μS. Kontrolním měřením bylo zjištěno pH = 7,25.

Příklad 3

Čtyřicetiprocentní roztok methyloľfenolů obsahující 1 % hydroxidu sodného NaOH byl veden ze zásobníku do kolony naplněné nabobtnalým, silně kyselým katexem. Po průchodu kolonou procházel roztok trubicí se zatavenými kovovými elektrodami napojenými na konduktometr. Rychlost průtoku roztoku methyloľfenolů kolonou a tím i množství sodákových iontů zachycených na iontoměničích bylo regulováno nastavením kohoutu v odtokovém potrubí v závislosti na výchylce konduktometrů.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob řízení průběhu neutralizace alkalického roztoku methyloľfenolů pro přípravu pojiva sklovláknitých nebo minerálně vláknitých materiálů, vyznačující se tím, že v průběhu neutralizace se současně měří elektrická vodivost neutralizovaného roztoku a při poklesu elektrické vodivosti na 50 až 18 % původní hodnoty se neutralizace ukončí.