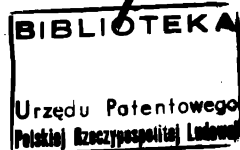




COYC 143/90



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 47631

Kl. 12 o, 23/03
Kl. internat. C 07 c

Jeleniogórskie Zakłady Celulozy i Włókien Sztucznych*)
im. Klementa Gottwalda

Jelenia Góra, Polska

Sposób wytwarzania środka powierzchniowo czynnego
nadającego się do stosowania w przemyśle włókien sztucznych
i włókienniczym

Patent trwa od dnia 12 lipca 1962 r.

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania środka powierzchniowo czynnego z rafinowanego oleju talowego, nadającego się do stosowania w przemyśle włókien sztucznych i włókienniczym.

Surowy olej talowy otrzymywany jako produkt uboczny przy produkcji celulozy metodą siarczanową, zawiera kwasy żywiczne oraz kwasy tłuszczowe, z których te ostatnie są używane do wytwarzania różnych środków powierzchniowo czynnych.

Skład chemiczny surowego oleju talowego pochodzenia krajowego różni się znacznie od oleju szwedzkiego i kanadyjskiego i jest uzależniony od gatunku użytego surowca (drewna). W krajowym oleju talowym stwierdzono zawartość kwasów tłuszczowych w ilości 25-55%, kwasów żywicznych 35-60%, a substancji niezmylejących się 6-12%.

Należyte wykorzystanie surowego oleju talowego od dawna było problemem w przemyśle celulozowym.

Ze względu na to, że procentowa zawartość kwasów tłuszczowych i żywicznych w oleju talowym waha się w szerokich granicach, bezpośrednie wykorzystanie go do wytwarzania określonych produktów jest bardzo utrudnione. Z tego też względu zwykle rozdziela się olej talowy na jego składniki, a przede wszystkim na kwasy tłuszczowe i żywiczne.

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są mgr Irena Bojanowska, inż. Borysław Giezek, inż. Stanisław Koch, inż. Józef Maciejewski, mgr Wiesław Podolak, mgr inż. Jadwiga Szpak, inż. Lucyna Urbanowska i mgr inż. Alojzy Urbanowski.

Proponowano szereg metod mających na celu oddzielanie kwasów żywicznych od kwasów tłuszczowych, np. przez destylację termodyfuzję lub przemianę na drodze chemicznej.

Najczęściej stosowaną metodą jest destylacja frakcjonowana z przegrzaną parą wodną. Podczas destylacji w wysokiej temperaturze większość związków chemicznych zawartych w surowym oleju talowym ulega zesmoleniu i polimeryzacji. Poza tym straty są bardzo duże i podczas jednorazowej destylacji ilość wytworzonych substancji smolistych wynosi około 25%.

Przeprowadzanie natomiast destylacji surowego oleju talowego w wysokiej próżni, która umożliwia rozdział oleju na składniki w znacznie niższej temperaturze, jest uciążliwe i kosztowne w skali technicznej.

Lepszą metodą oddzielania kwasów tłuszczowych od żywicznych jest rozdział na drodze termodyfuzji. Przy stosowaniu tej metody nie ma konieczności stosowania próżni oraz wysokich temperatur, jednakże ze względu na niską wydajność urządzeń termodyfuzyjnych metoda ta nie znalazła zastosowania w skali technicznej.

Przy stosowaniu zaś metod chemicznych polegających na ekstrakcji surowego oleju rozpuszczalnikami organicznymi osiąga się tylko usunięcie substancji barwiących i o przykrym zapachu. Na drodze ekstrakcji usuwa się co prawda pewną ilość substancji smolistych, lecz nie prowadzi to do oddzielenia cennych kwasów tłuszczowych od małowartościowych kwasów żywicznych.

Znany jest również sposób oczyszczania surowego oleju talowego za pomocą niższych alkoholi jednowodorotlenowych, np. za pomocą metanolu, które stanowią rozpuszczalnik selektywny. Przez rozpuszczenie surowego oleju talowego w selektywnym rozpuszczalniku, po odstaniu roztworu krystalizują z niego kwasy żywiczne, które następnie oddzielają się, a z roztworu macierzystego po oddestylowaniu alkoholu otrzymuje się rafinowany już olej talowy.

Jednakże w zależności od ilości alkoholu wziętego do rafinowania można otrzymywać w ten sposób szereg produktów charakteryzujących się różną zawartością kwasów tłuszczowych i żywicznych.

Znany jest poza tym sposób wytwarzania środków powierzchniowo czynnych tak z surowego, jak i z rafinowanego oleju talowego przez sulfonowanie kwasem siarkowym. Przy

stosowaniu surowego oleju talowego, w zależności od czasu działania, stężenia i ilości użytego kwasu siarkowego, po oddzieleniu produktów reakcji od kwasów żywicznych, otrzymuje się środek powierzchniowo czynny, zawierający oprócz sulfonowanych kwasów tłuszczowych również stosunkowo dużą ilość produktów polimeryzacji i innych pobocznych produktów reakcji.

Wskutek dużych ilościowych wahań składników w surowym oleju talowym, otrzymywanie produktów sulfonowania o z góry ustalonym składzie wymaga wykonywania całkowitej analizy każdej partii surowego oleju talowego, co jest rzeczą kłopotliwą przy produkcji na skalę techniczną, wymaga dużo czasu oraz okresowych zmian parametrów procesu technologicznego.

Przy stosowaniu zaś rafinowanego oleju talowego nie udaje się uniknąć żywicowania i zesmolenia części oleju talowego, a tworzące się przy tym uboczne produkty są trudne do wydzielenia i wpływają na obniżenie cennych właściwości otrzymywanych środków powierzchniowo czynnych.

Wyżej wymienione trudności sprawiają, że praktycznie nie produkuje się dotychczas środków powierzchniowo czynnych opartych na bazie oleju talowego.

Stwierdzono, że można otrzymać w sposób prosty i nieskomplikowany technologicznie środek powierzchniowo czynny nadający się do stosowania w przemyśle włókienniczym i włókien sztucznych, jeżeli do alkoholowego roztworu rafinowanego oleju talowego otrzymywanego przez wydzielenie z surowego oleju talowego kwasów żywicznych za pomocą alkoholu jednowodorotlenowego, np. metanolu lub etanolu, doda się benzenu lub jego wyższych homologów, a następnie traktuje w temperaturze 5–10°C stężonym kwasem siarkowym w ciągu 5–8 godzin. Do rafinowanego oleju talowego dodaje się benzenu lub jego wyższych homologów, wziętych w ilości od 1:2/3 do 1:2 w stosunku do wagi oleju. Wytworzony siarczan kwasów tłuszczowych uwalnia się od nieprzereagowanego kwasu siarkowego przez kilkukrotną dekantację z wodą lub wodnym roztworem siarczanu sodowego.

W sposobie według wynalazku stosuje się alkoholowy roztwór rafinowanego oleju talowego, wzięty w stosunku wagowym do alkoholu od 1:3 do 1:8.

Przy zastosowaniu dużej ilości rozpuszczalnika zdekantowany produkt reakcji siarczanowania oddziela się i z niego oddestylowuje się produkty wrzące w temperaturze poniżej 85°C, a następnie zobojętnia do wartości $\text{pH} = 8,0-8,5$ stężonym ługiem sodowym.

W przypadku stosowania małej ilości rozpuszczalnika zdekantowany produkt reakcji bezpośrednio zobojętnia się ługiem sodowym o tym samym stężeniu, przy czym otrzymuje się gotowy już środek powierzchniowo czynny.

Przykład I. Do 200 kg alkoholowego roztworu rafinowanego oleju talowego, otrzymywanego z surowego oleju talowego przez jego rafinowanie za pomocą metanolu, dodaje się 50 kg benzenu, a następnie w ciągu 6 godzin 200 kg stężonego kwasu siarkowego utrzymując temperaturę masy reakcyjnej 8–10°C. Wytworzony produkt reakcji przemywa się 600 litrami wody w ciągu 1 godziny przy ciągłym mieszaniu w temperaturze 10°C, po czym pozostawia w spokoju do czasu rozdzielania się roztworu na dwie warstwy. Po oddzieleniu warstwy wodnej produkt reakcji zobojętnia się 35%-owym ługiem sodowym do wartości $\text{pH} = 8$. Po zobojętnieniu otrzymuje się 270 kg gotowego już środka powierzchniowo czynnego.

Przykład II. Do 200 kg alkoholowego roztworu rafinowanego metanolem oleju talowego, dodaje się 300 kg benzenu, a następnie w ciągu 6 godzin 200 kg stężonego kwasu siarkowego utrzymując temperaturę masy reakcyjnej 8 do 10°C. Wytworzony produkt reakcji dekantuje się najpierw 400 litrami 10-owego roztworu wodnego siarczanu sodowego w ciągu 1 godziny utrzymując temperaturę 10°C. Po odstaniu się w ciągu 3 godzin oddziela dolną warstwę wodną, a górną warstwę dekantuje się w ciągu 2 godzin 400 litrami wody w tejże temperaturze. Po oddzieleniu popłuczyn oddestylowuje się produkty wrzące w temperaturze poniżej 85°C, a pozostałość ochładza się do temperatury 10°C i zobojętnia 35%-owym ługiem sodowym do wartości $\text{pH} = 8,2$.

Otrzymuje się 270 kg gotowego środka powierzchniowo czynnego, który ułatwia przebieg procesów technologicznych w przemyśle włókien sztucznych i włókienniczym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania środka powierzchniowo czynnego z oleju talowego nadającego się do stosowania w przemyśle włókien sztucznych i włókienniczym przez traktowanie stężonym kwasem siarkowym oleju talowego, uwolnionego uprzednio od kwasów żywicznych za pomocą alkoholu jednowodorotlenowego, znamienny tym, że do alkoholowego roztworu rafinowanego oleju talowego dodaje się benzenu lub jego wyższych homologów, a następnie traktuje w temperaturze 5–10°C stężonym kwasem siarkowym, po czym wytworzony siarczan kwasów tłuszczowych dekantuje się wodą lub wodnym roztworem siarczanu sodowego i wreszcie po oddzieleniu warstwy wodnej zobojętnia stężonym ługiem sodowym.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że jako produkt wyjściowy stosuje się alkoholowy roztwór rafinowanego oleju talowego, wziętego w stosunku wagowym do alkoholu jednowodorotlenowego od 1:3 do 1:8.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że do alkoholowego roztworu rafinowanego oleju talowego dodaje się benzenu lub jego wyższych homologów wziętych w ilości od 1:2/3 do 1:2 w stosunku do wagi oleju.
4. Sposób według zastrz. 1–3, znamienny tym, że produkt reakcji siarczanowania zobojętnia się stężonym ługiem sodowym do wartości $\text{pH} = 8,0-8,5$.

Jeleniogórskie Zakłady Celulozy
i Włókien Sztucznych
im. Klementa Gottwalda

Zastępca: mgr inż. Aleksander Samujłło
rzecznik patentowy