



ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

202801

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 07 03 79
(21) (PV 1519-79)

(40) Zveřejněno 31 03 80

(45) Vydáno 15 03 82

(51) Int Cl.³
C 01 F 7/00

(75)
Autor vynálezu

CHARVÁT IVO ing., VĚTRNÍ, JOCH HYNEK ing., ČESKÝ KRUMLOV, MILICHOVSKÝ
MILOSLAV ing. CSc., PARDUBICE a PROKOP VLASTIMIL ing., VĚTRNÍ

(54) Způsob přípravy komplexních sloučenin hliníku

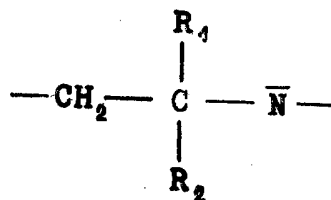
Vynález se týká způsobu přípravy komplexních sloučenin hliníku, zejména pro použití v papírenském průmyslu jako srážedla a flokulantu.

V současné době používají některá průmyslová odvětví řadu prostředků pro srážení, flokulaci nebo koagulaci dalších surovin ve výrobním procesu, popřípadě odpadů. V některých odvětvích průmyslu, zejména v papírenském průmyslu jsou nejužívanějším prostředkem tohoto typu sole hliníku, například síran hlinitý, popřípadě octan hlinitý. V uvedeném případě se přidávají sole hliníku z celé řady důvodů, například pro flokulaci při tvorbě listu, srážení klíždí a barviv na vlákna, čištění odpadních vod, zlepšení retence plnidel a jemných podílů a další účely. Aby byla sorpce hlinitých iontů v papírovině co nejvyšší, je nutné udržet hodnotu pH v poměrně úzkém rozsahu, obvykle pH 4,5 až 5,5, jinak ztrácí poměrně rychle svoji účinnost. Nověji se vedle sloučenin hliníku používají i nové typy organických polymerních látek.

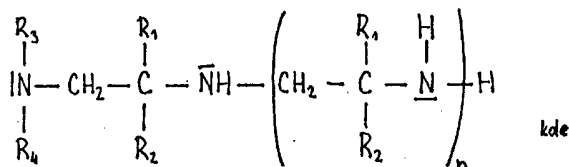
Nevýhodou dosavadních způsobů použití hlinitých solí je především nutnost práce v úzké oblasti pH 4,5 až 5,5, kdy může docházet a dochází k některým negativním jevům, jako je koroze strojního zařízení, nárůst škodlivých mikroorganismů, například sirných redukujících bakterií a slizů. Také hliník v papíru má negativní vliv na jeho mechanické vlastnosti a jeho opti-

kou stálost. Protože sorpce hliníku v papírovině není stoprocentní, vzniká při současném trendu uzavírání vodních okruhů papírenských strojů nebezpečí zvyšování solnosti celého systému, což mimo uvedený vliv na korozi strojního zařízení může dále negativně působit na tvorbu listu, retenci na síť papírenského stroje a zhoršení chodu zařízení na čištění odpadních vod.

Uvedené nedostatky dosavadních způsobů odstraňuje řešení podle vynálezu, podle kterého se po dobu 1 až 120 minut uvede do reakce vodný roztok hlinité soli a polymerní látky obsahující volný elektronový pár a to za okolní teploty a atmosferického tlaku, přičemž hmotnostní poměr Al_2O_3 a polymerní látky činí 5:1 až 500:1 a hodnota pH výsledného roztoku je v mezích pH 3 až 7. Komplexní sloučeniny hliníku se výhodně připraví tak, že se uvede do reakce roztok hlinité soli, obvykle síranu hlinitého, s polymerními látkami obsahujícími například skupinu



Tato skupina je zpravidla součástí řetězce polyaminu nebo polyamidaminu, například polyethyleniminu obecného vzorce



R_1, R_2 značí H nebo alkyl; R_3, R_4 značí H nebo bi- či polyfunkční sloučeniny ze skupiny epichlorhydrinu, polyakrylamidů, polyepoxidů, dichlorbuten, dichlorbutan, dichlorethen, dichlorhydrin nebo deriváty diisokyanátů a všechny sloučeniny s aktivním vodíkem vázaným na dusíkovém atomu vzniklé z močoviny, thioaminy, guanidinu, semikarbazidu, thiosemikarbazidu, dikyandiamidu, melaminu a jejich směsí a nižších alifatických aldehydů o 1 až 4 uhlících nebo dialdehydů o 2 až 4 uhlících nebo furalu a jeho derivátů, výhodně formaldehydu, a tvořících vodné roztoky o koncentraci až 50 %. Při přípravě se uvede do reakce 10^{-3} až 1 ekvivalent hliníku ve formě hliníkových vodorozpustných solí za normální teploty s polymerními látkami podle předchozí specifikace a to tak, aby poměr celkově zanášeného množství Al_2O_3 k zanášenému množství polymerní látky byl 5:1 až 500:1. Hodnota pH takto připravených roztoků komplexních sloučenin hliníku se pohybuje obvykle v oblasti pH 3,0 až 7,0. Přípravu komplexních sloučenin podle vynálezu lze provádět kontinuálně i diskontinuálně a její provedení je v dalším doloženo následujícími příklady provedení vynálezu.

Komplexní sloučeniny hliníku připravené způsobem podle vynálezu mají tu výhodu, že jejich dávka, vztaženo na hliník, je podstatně nižší než při dosavadních postupech, což potlačuje možné negativní dopady. Jejich účinnost je zachována v široké oblasti pH, obvykle při pH 4 až 9. Další výhodou způsobu dle vynálezu je snadná a rychlá příprava nevyžadující ohřev ani speciální tlakové nádoby. Jako výchozí suroviny lze použít běžně komerčně dostupné suroviny jako je síran hlinitý a polymerní dusíkaté vodorozpustné látky. Tím není výroba vázána na konkrétního výrobce, ale komplexní sloučeniny hliníku si může připravovat každý spotřebitel podle své momentální potřeby.

Uvedené komplexní sloučeniny hliníku připravené způsobem podle vynálezu je možno mimo papírenský průmysl používat například i k fixaci barviv v textilním průmyslu, v kožedělném průmyslu a k čištění odpadních vod všude tam, kde se používají jako flokulanty buď sole více-mocných kovů nebo organické polyelektrolyty.

Příklad 1

200 dílů 50% vodného roztoku polyethyleniminu se zředí 300 díly vody a za okolní teploty se smísí s 1,15 díly epichlorhydrinu. Teplota reakční směsi se zvýší na 90 až 100 °C a udržuje se za

stálého míchání po dobu 2 hodin. K 10 dílům uvedeného roztoku se přidá 190 dílů vody a smísí se za okolní teploty se 40 díly vodného roztoku síranu hlinitého v koncentraci 100 g/l. Produktem reakce je po 5 minutách bezbarvá viskózní kapalina o pH = 5,5 až 6,0.

Příklad 2

150 dílů 50% vodného roztoku polyethyleniminu se zředí 350 díly vody a zahřeje se za intenzivního míchání na 90 až 95 °C. Postupně se přidá 11 dílů dichlorhydrinu. Po 2 hodinách reakce se přidají další 2 díly dichlorhydrinu a nechá se reagovat další 0,5 hodiny. Viskozita roztoku se upraví přidávkou 100 dílů vody a 4 díly 50% roztoku NaOH. 10 dílů takto připraveného roztoku se zředí 190 díly vody a po důkladném promíchání se přidá 40 dílů vodného roztoku síranu hlinitého v koncentraci 100 g/l. Po 10 minutách reakce při okolní teplotě se vytvoří bezbarvá viskózní kapalina o pH = 5,5 až 6,0.

Příklad 3

25 dílů kationaktivního polyakrylamidu se rozpustí ve 250 dílech vody a přidá se 15 dílů H_2SO_4 , koncentrované zředěné 25 díly vody. K takto připravenému roztoku se přidá 25 dílů 50% vodného roztoku ethyleniminu a zahřívá se na 80 až 85 °C po dobu 2 hodin. Pak se přidá 52 dílů epichlorhydrinu a směs se zahřívá další 2 hodiny — při 80 až 85 °C. Po proběhnutí reakce se roztok zředí 300 díly vody. 25 dílů takto připraveného roztoku se zředí 175 díly vody a nechá se reagovat s 80 díly vodného roztoku síranu hlinitého o koncentraci 100 g/l. Reakce proběhne při okolní teplotě za 5 minut. Produktem přípravy je čirá viskózní kapalina o pH = 4,0 až 5,0.

Příklad 4

K 500 dílům 50% vodného roztoku polyamidaminové pryskyřice se přidá 16,5 dílu koncentrované H_2SO_4 . Směs se zahřeje na 80 až 85 °C a v průběhu 4 hodin se vnese do reakce 534 dílů 50% vodného roztoku ethyleniminu. Po skončení dávkování se udržuje teplota reakční směsi ještě 30 minut při 80 °C. 750 dílů takto připraveného roztoku se zředí stejným objemem vody a v průběhu 1,5 hodiny se přidá při teplotě 70 °C 21,4 dílu epichlorhydrinu a nechá se míchat další 1,5 hodiny při 70 °C. K 10 dílům tohoto viskózního roztoku se přidá 190 dílů vody a po promíchání se nechá reagovat se 100 díly vodného roztoku síranu hlinitého v koncentraci 100 g/l. Produktem reakce je po 5 minutách při okolní teplotě slabě nažloutlá viskózní kapalina o pH = 4,5 až 5,0.

Příklad 5

Postup je shodný s příklady 1 až 4 s tím, že v kontinuálním míšiči se zředí roztok polymeru na koncentraci 0,5 %. Tento roztok se přivádí do druhého míšiče, kde se mísí v poměru 1:1 s roztokem síranu hlinitého o koncentraci 100 g/l. Takto připravený roztok komplexní sloučeniny hliníku se kontinuálně odvádí k přímé spotřebě.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy komplexních sloučenin hliníku, vyznačený tím, že se uvede do reakce po dobu 1 až 120 minut vodný roztok hlinité soli a polymerní látky obsahující volný elektronový pár, za okolní teploty a atmosférického tlaku, přičemž hmotnostní poměr Al_2O_3 a polymerní látky činí 5:1 až 500:1 a hodnota pH výsledného roztoku je 3 až 7.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že jako roztoku hlinité soli se použije roztoku síranu hlinitého.
3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že jako polymerní látky obsahující volný elektronový pár se použije látky ze skupiny polyaminů nebo polyamidaminů s nerozvětveným řetězem a nebo plošně nebo prostorově zesíťovaných.
4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačený tím, že do reakce se uvádějí jednotlivé komponenty kontinuálně nebo diskontinuálně.