



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

242279
(11) (B1)

[51] Int. Cl.⁴
B 01 F 17/12

(22) Přihlášeno 01 10 84

(21) (PV 7418-84)

(40) Zveřejněno 31 08 85

(45) Vydáno 15 09 87

(75)

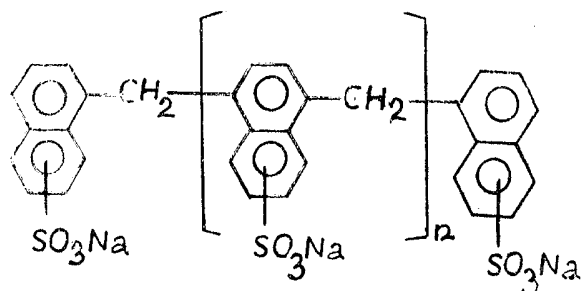
Autor vynálezu

VOTÁPEK VÁCLAV, ÚSTÍ nad Labem; CHLUMECKÝ JAN, TEPLICE;
ŠOLC JOSEF ing., ÚSTÍ nad Labem; PRACHAŘ OTAKAR RNDr.,
LITOMĚŘICE

(54) Způsob výroby dispergátoru

1

Účelem vynálezu byl výhodnější způsob výroby dispergátoru na bázi sodné soli polykondenzátu 2-naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem obecného vzorce:



kde $n = 1$ až 8.

Účelu bylo dosaženo tím, že 2-naftalensulfonová kyselina kondenzuje s formaldehydem v molárním poměru 1:0,7 až 0,9 při pH 0 až 5 s obsahem volné kyseliny nižším než 5 % hmot. vztaženo na produkt sulfonace. S výhodou lze kondenzaci 2-naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem provádět za přítomnosti 5 až 10 % hmot. výsledného produktu.

Vynález se týká způsobu výroby dispergátoru na bázi polykondenzátů sodné soli 2-naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem.

Dosavadní technologické postupy dovolu-
jí s úspěchem kondenzaci naftalensulfono-
vých kyselin s formaldehydem do molární-
ho poměru 1 : 0,65. Při překročení tohoto
poměru ve prospěch formaldehydu dochází
v důsledku síťování produktu k nevýhodné-
mu růstu viskozity a reakci je nutno ukon-
čit před dosažením vyšších kondenzačních
stupňů.

Nevýhodou těchto postupů s nižším kon-
denzačním stupněm je též nízká stabilita
dispergátorů v silně alkalickém prostředí,
což se nepříznivě projevuje zejména při
barvení viskozity ve vlákně.

Při těchto postupech se zpravidla pracu-
je se značným přebytkem volné kyseliny
sírové, kterou je pak nutno odstraňovat z
produktu vápněním a/nebo krystalizací sí-
ranu sodného při nízkých teplotách, což je
časově a energeticky velmi náročné a vzni-
kající odpad je těžko zpracovatelný.

Některé technologické postupy vycházejí
z produktu sulfonace naftalenu, kde převlá-
dá 1-naftalensulfonová kyselina a během
kondenzace se do reakční směsi přidává
naftalen, a to v poměru 70 : 30 vztaženo na
naftalensulfokyselinu. Tímto způsobem se
získá dispergátor, který je velice světlý,
avšak je špatně rozpustný ve vodě a jeho
roztoky je nutno udržovat při vyšších tep-
lotách. Při normální teplotě kondenzát
krystaluje z vodných roztoků.

Jsou popsány způsoby výroby dispergáto-
ru pro nerozpustná barviva z vyšších sulfo-
kyselin naftalenu, např. ze směsi monosul-
fokyselin, disulfokyselin a polysulfokyselin
naftalenu s formaldehydem. Je však známo,
že vysoký sulfonační stupeň naftalenu sni-
žuje dispergační účinek těchto kondenzátů.

Tyto nevýhody odstraňuje způsob výroby
dispergátoru na bázi sodné soli polykonden-
zátu 2-naftalensulfonové kyseliny s formal-
dehydem podle vynálezu, jehož podstata
spočívá v tom, že 2-naftalensulfonová kyse-
lina kondenzuje s formaldehydem v molár-
ním poměru 1 : 0,7 až 0,9, pH 0 až 5 s obsa-
hem volné kyseliny sírové nižším než 5 %
hmot. vztaženo na produkt sulfonace. S vý-
hodou lze kondenzaci 2-naftalensulfonové
kyseliny s formaldehydem provádět za pří-
tomnosti 5 až 10 % hmot. výsledného pro-
duktu.

Bylo zjištěno, že 2-naftalensulfonová ky-
selina připravená známým způsobem azeo-
tropickým vynášením reakční vody během
sulfonace z reakční směsi, kdy dochází k
podstatnému snížení volné kyseliny sírové
oproti způsobům přípravy, při kterých se
sulfonuje se zvýšeným přebytkem kyseliny
sírové, kondenzuje ochotně s formaldehy-
dem za tvorby vyšších kondenzátů.

Tak např. 2-naftalensulfonová kyselina
připravená sulfonací naftalenu kyselinou sí-

rovou v molárním poměru naftalen : kyseli-
ně sírové 1 : 1,8 s obsahem 4 % volné kyse-
liny sírové v produktu sulfonace kondenzo-
vala s formaldehydem až do molárního po-
měru 1 : 0,7 za tvorby silně zakalených kon-
denzátů, kde vedle vyšších kondenzátů bylo
ještě značné množství volné 2-naftalensulfo-
nové kyseliny, přesto, že reakční roztok ne-
obsahoval žádný volný formaldehyd.

Zvýšením množství formaldehydu na mo-
lární poměr 1 : 0,7 až 0,9 jsou produkty
kondenzace prosté naftalensulfonových ky-
selin.

Podle vynálezu bylo zjištěno, že volný na-
ftalen, který vždy zůstává v produktu sulfo-
nace lze zakondenzovat na rozpustný kon-
denzát přidávkou 5 až 10 % kondenzátu
naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem
do produktu sulfonace před započítáním kon-
denzace.

Přídavek kondenzátu ve zředěném pro-
duktu sulfonace zajistí dokonalé zakonden-
zování volného naftalenu na rozpustný pro-
dukt. Bez přídavku kondenzátu se ihned na
počátku reakce produktu sulfonace s form-
aldehydem vylučuje nerozpustný kondenzát
naftalenu s naftalensulfonovou kyselinou,
který se usazuje na stěnách reaktoru a způ-
sobuje zákaly a nerozpustné úsady ve vý-
sledném produktu, který je nutno filtrovat.

Postupem podle vynálezu se získají pro-
dukty bez těchto nerozpustných kondenzátů.

Příklad 1

Do smaltovaného reaktoru o objemu 3,6
metrů³ vybaveného míchadlem destilační
kolonou a duplikátorem bylo napuštěno
1 750 kg naftalenu vyhřátého na teplotu
130 °C. Do roztaveného naftalenu bylo bě-
hem 30 minut připuštěno 1 450 kg 98% ky-
seliny sírové.

Reakční směs byla vyhřátá na 165 °C a
pak do ní bylo připuštěno cca 20 l cyklo-
hexanu. Páry azeotropu cyklohexanu a vody
kondenzovaly v chladiči a stékaly do dělič-
ky, kde se oddělovala vodná fáze od orga-
nické. Vrchní organická fáze byla kontinuál-
ně vrácena do reaktoru.

Teplota reakční směsi byla udržována to-
pením párou v duplikátoru na 145 až 165 °C.
Po vydestilování 165 kg vody byl z reaktoru
odebrán vzorek a byla v něm stanovena vol-
ná kyselina sírová, která představovala 2,7
procent hmot.

Po vydestilování zbytku cyklohexanu byl
produkt sulfonace spuštěn do kondenzační-
ho reaktoru o objemu 6 m³ opatřeného mí-
chadlem a zpětným chladičem, kde bylo
předloženo 400 kg vody a 450 kg zředěného
kondenzátu z předchozí operace.

Po napuštění naftalensulfonové kyseliny
do předlohy kondenzačního reaktoru do-
sáhla směs bodu varu při 130 °C. Při této
teplotě bylo započato s připouštěním 850 kg
37% formaldehydu do zředěné reakční smě-

si. Přidáváním roztoku formaldehydu směs intenzivně vřela a bod varu klesal.

Po napuštění 850 kg 37% formaldehydu se teplota bodu varu ustálila na 111 °C. Na této teplotě byla reakční směs udržována ještě jednu hodinu do zakondenzování veškerého formaldehydu a potom zředěna 900 kilogramy vody. Po rozmíchání byl produkt kondenzace spuštěn do neutralizační kádě a v kondenzačním reaktoru byl ponechán zbytek 450 kg zředěného roztoku kondenzátu pro předlohu na další operaci.

V neutralizační kádi byl kondenzát zneutralizován 1350 kg 44% hydroxidem sodným na pH výsledného produktu 7,2. Zneutralizovaný roztok byl čerpán do rozprašovací sušárny a usušen. Byl získán produkt s vysokým dispergačním účinkem a obsahem síranu sodného 4,04 % hmot., stabilní v alkalickém prostředí, čiře rozpustný ve vodě a nerozpustný zbytek činil 0,027 % hmot.

Příklad 2

Do reaktoru popsaného v příkladu 1 bylo napuštěno 1750 kg naftalenu vyhřátého na teplotu 130 °C. Do roztaveného naftalenu bylo během 20 minut připuštěno 1420 kg 98% kyseliny sírové.

Reakční směs byla vyhřátá na 165 °C a bylo do ní připuštěno 30 l cyklohexanu. Páry azeotropu vynášející reakční vodu kondenzovaly v chladiči a stékaly do děličky, kde se oddělovala voda od organické fáze. Vrchní organická fáze byla kontinuálně vrácena do reaktoru.

Teplota reakční směsi byla udržována topením párou v duplikátoru na 145 až 165 stupňů C. Po vydestilování 195 kg vody byl z reaktoru odebrán vzorek produktu sulfonace a byla v něm stanovena volná kyselina sírová, která představovala 1,6 % hmot.

Po vydestilování zbytku cyklohexanu byl produkt sulfonace spuštěn do kondenzačního reaktoru, kde bylo předloženo 400 kg vody a cca 500 kg kondenzátu z předchozí operace. Po napuštění naftalensulfonové kyseliny do předlohy kondenzačního reaktoru dosáhla směs bodu varu 130 °C. Při této teplotě bylo započato s připouštěním 965 kg 37% roztoku formaldehydu do zředěné reakční směsi.

Přidáváním roztoku formaldehydu směs intenzivně vřela a bod varu klesal. Po napuštění 965 kg formaldehydu se teplota bodu varu ustálila na 109 °C. Na této teplotě byla reakční směs udržována ještě 2 hodiny do zakondenzování veškerého formaldehydu a potom zředěna 900 kg vody.

Po rozmíchání byl produkt kondenzace spuštěn do neutralizační kádě a v kondenzačním reaktoru byl ponechán zbytek 380 kilogramů zředěného roztoku kondenzátu pro předlohu na další operaci. V neutralizační kádi byl kondenzát zneutralizován 1315 kg cca 43% roztokem hydroxidu sodného na pH 6,9.

Zneutralizovaný roztok byl čerpán do rozprašovací sušárny a sušen. Byl získán dispergátor s obsahem 2,5 % hmot. síranu sodného stabilní v alkalickém prostředí, čiře rozpustný ve vodě s obsahem nerozpustného zbytku 0,017 % hmot.

Příklad 3

Do sulfonačního reaktoru bylo napuštěno 1750 kg naftalenu vyhřátého na teplotu 130 °C. Do roztaveného naftalenu bylo připuštěno 1475 kg 98% kyseliny sírové. Reakční směs byla vyhřátá na 165 °C a pak do ní bylo připuštěno 35 kg benzenu. Páry azeotropu vynášející reakční vodu kondenzovaly v chladiči a stékaly do děličky, kde se oddělovala voda od organické fáze.

Vrchní organická fáze byla kontinuálně vrácena do reaktoru. Teplota reakční směsi byla udržována přihříváním párou na 150 až 160 °C. Po vydestilování 125 kg vody byl z reaktoru odebrán vzorek produktu sulfonace a byla v něm stanovena kyselina sírová, která představovala 4,2 % hmot.

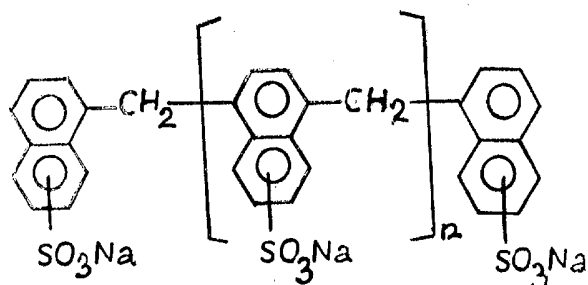
Po vydestilování zbytku benzenu byl produkt sulfonace spuštěn do kondenzačního reaktoru, bylo předloženo 650 kg vody a 160 kg usušeného kondenzátu. Po napuštění 2-naftalensulfonové kyseliny do takto připravené předlohy dosáhla směs bodu varu 125 °C. Při této teplotě bylo započato s připouštěním 900 kg 37% formaldehydu. Přidáváním roztoku formaldehydu směs intenzivně vřela a bod varu klesal.

Po napuštění 900 kg formaldehydu se teplota bodu varu ustálila na 110 °C. Na této teplotě byla reakční směs udržována ještě 2 hodiny do zakondenzování veškerého formaldehydu a potom zředěna 900 kg vody. Po rozmíchání byl produkt spuštěn do neutralizační kádě a zneutralizován 1380 kg cca 44% NaOH na pH 7,0.

Zneutralizovaný roztok byl čerpán do rozprašovací sušárny a usušen. Byl získán produkt s vysokým dispergačním účinkem s obsahem síranu sodného 6,4 % hmot. stabilní v silně alkalickém prostředí a čiře rozpustný ve vodě s obsahem nerozpustného zbytku 0,014 % hmot.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby dispergátoru na bázi sodné soli polykondenzátu 2-naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem obecného vzorce



kde $n = 1$ až 8 ,

vyznačený tím, že 2-naftalensulfonová kyselina kondenzuje s formaldehydem v molárním poměru $1:0,7$ až $0,9$ při pH 0 až 5 s obsahem volné kyseliny sírové nižším než 5% hmot. vztaženo na produkt sulfonace.

2. Způsob výroby dispergátoru podle bodu 1 vyznačený tím, že kondenzace 2-naftalensulfonové kyseliny s formaldehydem se provádí za přítomnosti 5 až 10% hmot. výsledného produktu.