



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 199 126

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 13 03 78
(21) PV 1554-78

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ C 11 D 13/00
//C 07 C 51/41

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 30 09 82

(75)
Autor vynálezu

ZAJÍC JIŘÍ doc.ing.CSc.

VRZÁČEK JIŘÍ ing.

UHLÍŘ FRANTIŠEK

ŠEFR ZDENĚK ing., ÚSTÍ NAD LAHEM

SKŘIVÁNEK JAROSLAV doc.ing.CSc.

BAREŠ MILAN ing.CSc., PRAHA

ČMOLÍK JIŘÍ ing.CSc.

(54) Způsob výroby kovových mýdel

1

Vynález se týká způsobu výroby kovových mýdel kovů II. skupiny reakcí mastné kyseliny s hydroxidy nebo kysličníky kovů této skupiny ve formě vodné suspenze a popřípadě v přítomnosti povrchově aktivních a komplexotvorných látek, za teploty nad bodem tání mastné kyseliny.

Vynálezem se současně řeší dosažení granulované formy produktu, vhodné pro další zpracování.

Výroba kovových mýdel vyšších mastných kyselin je proces, který nachází uplatnění především v chemickém průmyslu a umožňuje tak získání produktů široce používaných v průmyslu plastických a nátěrových hmot, při výrobě mazacích olejů, v kosmetickém průmyslu, gumárenství apod.

Dosavadní způsoby výroby kovových mýdel spočívají v tom, že se mastná kyselina taví s kysličníky nebo hydroxidy kovů, přičemž se postupuje tak, že roztavená mastná kyselina, obvykle s dvanácti až dvaceti uhlíkovými atomy v molekule, se smísí s rozemletým kysličníkem nebo hydroxidem příslušného kovu a po skončené reakci se tavenina ochladí a produkt se převede do práškovité formy. Podle dalšího známého způsobu se připravují kovová mýdla tavením alkalických solí alifatických karbonových kyselin s kysličníky a hydroxidy kovů

II. až IV. skupiny za intenzivního míchání bez vnějšího zahřívání, při teplotě nižší, než je teplota tání reakčního produktu. Dále je znám způsob výroby založený na konverzi alkalických mýdel vyšších mastných kyselin se solí příslušného kovu ve vodném roztoku. Dále jsou popsány způsoby přípravy kovových mýdel disperzní technikou přímo z mastných kyselin reakcí s hydroxidy, uhličitany nebo kysličníky kovů ve vodném prostředí obsahujícím povrchově aktivní látky (NDR pat. 106629).

Nevýhody shora uvedených způsobů spočívají v tom, že konečné produkty jsou tmavé barvy a mají většinou vyšší obsah volných mastných kyselin. Při použití srážecího způsobu je třeba pracovat ve zředěných roztocích, což vyžaduje vyšší nároky na zařízení a zvyšuje náklady na výrobu vzhledem k většímu počtu výrobních operací. Nevýhodou postupů využívajících procesu tavení při výrobě je vysoká spotřeba energie.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby kovových mýdel kovů II. skupiny reakcí mastné kyseliny a hydroxidy nebo kysličníky kovů této skupiny ve formě vodné suspenze a za přítomnosti povrchově aktivních a komplexotvorných látek, za teploty nad bodem tání mastné kyseliny. Jeho podstata spočívá v tom, že na sole kovů II. skupiny se působí alkalickým hydroxidem, na čemž se vzniklé hydroxidy nebo kysličníky dispergují a podrobí působení mastné kyseliny, přičemž molární poměr mastné kyseliny a hydroxidu nebo kysličníku kovu činí 1:0,5 až 0,65.

K solím kovů II. skupiny se přidává povrchově aktivní látka anionaktivního typu, s výhodou sodná sůl alkylesteru kyseliny sulfojantarové s alkylem o 6 až 8 uhlíkových atomech v množství od 0,05 do 0,3 obj. % vztaženo na celkový objem reakční směsi. Podle dalšího význaku vynálezu se k solím kovů II. skupiny přidávají komplexotvorné látky na bázi dusíkatých derivátů polykarbonových kyselin, s výhodou sodné sole kyseliny nitroltrioctové v množství od 0,05 do 0,3 obj. %, vztaženo na celkový objem reakční směsi.

Dispergace se dosahuje mícháním při otáčkách 4 až 12/s, s výhodou 8/s. To umožňuje získat hrubozrnný materiál s podstatně nižším obsahem vody a dobrou mechanickou stabilitou, který lze s výhodou sušit ve fluidní sušárně, což přispívá podstatně ke zlepšení pracovních podmínek při výrobě a manipulaci s hotovým výrobkem. Neméně důležitou výhodou je podstatné zkrácení času potřebného k výrobě, které při zachování stejné produktivity je až 5 násobné oproti klasickým způsobům výroby kovových mýdel. Použití povrchově aktivních látek anionaktivního typu umožní zlepšení dispergovatelnosti reakčních složek ve vodné fázi, což vede ke zvýšení jednotnosti granulace produkce, snížení podílu prachových částic, snížení obsahu volných mastných kyselin, zvýšení výtěžku reakce a snížení obsahu vody, což představuje zvýšení kvality produktu oproti dosud známým technologiím a tím dosažení nového a vyššího účinku.

Způsob výroby podle vynálezu je v dalším blíže popsán na několika příkladech provedení.

Příklad 1

Do reakčního kotle se načerpalo 3750 l vody, 10 l 30 % hmot. roztoku alkylesteru sodné sole kyseliny sulfojantarové a 10 l (30% hmot. vod. roztoku) sodné sole kyseliny nitroltrioctové a roztok se zahřál na 80 °C. Za míchání při otáčkách míchadla 400 až 450/min. se přidalo 282 l roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 45 % hmot. a 503 l roztoku chloridu vápenatého bezvodého o koncentraci 35 % hmot. Do takto připravené reakční směsi o teplotě 80 °C se dávkovala do horní vrstvy reakční směsi přehřátá kyselina stearová o teplotě 90 až 100 °C v množství 750 kg za současného míchání v časovém intervalu 15 min. Po skončeném dávkování kyseliny stearové se obsah kotle dále míchal 35 min. Reakční směs obsahovala granule vytvořeného stearanu vápenatého a přečerpala se na filtrační zařízení, kde se granule oddělily od reakčního roztoku, promyly vodou a vysušily. Získaly se granule bílé barvy, obsahující 25 % hmot. vody o průměrné velikosti 1,2 mm s převažujícím podílem (60 %) částic velikosti 1,3 mm. Obsah volných mastných kyselin byl 0,5 % a výtěžnost reakce 96 %.

Příklad 2

Příprava stearanu vápenatého byla provedena analogicky jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že teplota reakční směsi byla 85 °C, množství roztoku chloridu vápenatého bezvodého o koncentraci 35 % hmot. bylo 461 l a roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 45 % hmot. 258 l. 700 kg kyseliny stearové se dávkovalo do objemu reakční směsi perforovanou trubicí o průměru otvoru 3 až 5 mm za míchání při otáčkách 450 až 500/min. Získal se produkt stejných vlastností jako v příkladu 1 s průměrnou velikostí granulí 1,0 mm, s převažujícím podílem (58 %) částic s velikostí 0,9 mm. Obsah volných mastných kyselin byl 0,6 % a výtěžnost reakce 96 %.

Příklad 3

Příprava stearanu vápenatého byla provedena analogicky jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že nebyl použit anionaktivní tenzid typu sodné sole alkylesteru kyseliny sulfojantarové. Vlastnosti produktu byly stejné jako v příkladu 1, obsah volných mastných kyselin byl 2 % a převažující byl podíl částic (38 %) velikosti 1,1 mm. Výtěžnost reakce byla 92 %.

Příklad 4

Příprava stearanu vápenatého byla provedena analogicky jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo chloridu vápenatého bylo použito 216 kg bezvodého síranu vápenatého. Získal se produkt s vlastnostmi jako v příkladu 1 s velikostí granulí 1,4 mm s převažujícím podílem (61 %) částic velikosti 1,3 mm. Obsah volných mastných kyselin v produktu byl 0,6 %, výtěžek reakce 95 %.

Příklad 5

Příprava stearanu zinečnatého byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 1 s tím rozdílem, že místo roztoku chloridu vápenatého byl přidán heptahydrát síranu zinečnatého v množství 398 kg a 246 l roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 45 % hmot. Získaly se granule s obsahem vody 28 % hmot. a průměrnou velikostí 1,3 mm s převažujícím podílem (60 %) částic 1,2 mm. Obsah volných mastných kyselin byl 1,5 %, výtěžek reakce 92 %.

Příklad 6

Příprava stearanu zinečnatého byla provedena analogicky jako v příkladu 5 s tím rozdílem, že teplota reakční směsi byla 85 °C, množství síranu zinečnatého bylo 417 kg a roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 45 % hmot. 258 l. Kyselina stearová se dávkovala do reakčního kotle stejným způsobem jako v příkladu 2. Získal se produkt bílé barvy s obsahem vody 30 % hmot. a průměrnou velikostí granulí 1,2 mm s převažujícím podílem částic velikosti 1,2 mm 65 %. Obsah volných mastných kyselin byl 1,3 %, výtěžek reakce 91 %.

Příklad 7

Příprava stearanu zinečnatého byla provedena analogicky jako v příkladu 5 s tím rozdílem, že nebyl použit anionaktivní tenzid typu sodné sole alkylesteru kyseliny sulfojantarové. Vlastnosti produktu byly obdobné jako v příkladu 6. Obsah volných mastných kyselin byl 2,5 %, převažující podíl (38 %) částic byl velikosti 1,3 mm. Výtěžek reakce byl 88 %.

Příklad 8

Příprava stearanu zinečnatého byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 5 s tím rozdílem, že místo síranu zinečnatého bylo použito 189 kg bezvodého chloridu zinečnatého. Vlastnosti produktu byly obdobné jako v příkladu 5. Obsah volných mastných kyselin byl 1 %. Částice velikosti 1,2 mm představovaly převažující podíl (67 %) zastoupených velikostí. Výtěžek reakce byl 94 %.

Příklad 9

Do reakční nádoby bylo nadávkováno 3750 l vody, 10 l 30% roztoku alkylesteru sodné sole kyseliny sulfojantarové a 10 l (30% hmot. vod. roztoku) sodné sole kyseliny nitroloctové, 189 kg bezvodého chloridu zinečnatého a 246 l hydroxidu sodného 45% hmot. vodného roztoku. Reakční směs byla zahřáta na 80 °C a za míchání bylo přidáno 750 kg kyseliny stearové. Otáčky míchadla byly 400 až 450/min. Získal se bílý produkt s obsahem vody 25 % hmot. Obsah volných mastných kyselin byl 0,2 %. Střední velikost granulí byla 1,3 mm s převažujícím podílem (69 %) částic velikosti 1,4 mm. Výtěžek reakce byl 98 %.

Příklad 10

Do reakční nádoby bylo dávkováno 1500 ml vody, 135,6 g heptahydrátu síranu hořečnatého, 44 g hydroxidu sodného a za míchání byla směs zahřáta na 80 °C. Otáčky míchadla byly udržovány v rozmezí 400 až 600/min. Do takto připravené reakční směsi byla po dobu 10 min. dávkována za míchání kyselina stearová v množství 300 g. Po ukončení dávkování kyseliny stearové byla reakční směs dále míchána po dobu 70 min. Vytvořený produkt měl bílou barvu a průměrná velikost granulí byla 1 mm s převažujícím podílem (30 %) částic velikosti 0,8 mm. Obsah volných mastných kyselin v produktu byl 2,0 % a výtěžek reakce 89 %. Obsah vody v produktu byl 30 % hmot.

Příklad 11

Do reakční nádoby bylo dávkováno 3500 l vody, 10 l 30% hmot. vodného roztoku sodné sole alkylesteru kyseliny sulfojantarové, 281 l roztoku hydroxidu sodného o koncentraci 45 % hmot. a 389 kg heptahydrátu síranu hořečnatého. Do takto připravené reakční směsi zahřáté na 85 °C byla přidávána po dobu 20 minut kyselina stearová v množství 750 kg při otáčkách míchadla 600 až 700/min. Vzniklý produkt měl bílou barvu a velikost granulí byla 1,0 až 1,2 mm. Převažující podíl částic (60 %) byl velikosti 1,1 mm. Obsah volných mastných kyselin byl 1,8 %, výtěžek 91 %. Obsah vody 24 %.

Příklad 12

Do reakční nádoby bylo přidáno 1 300 ml vody, 120,4 g síranu kademnatého, 46,2 g hydroxidu sodného a směs byla zahřáta za míchání na teplotu 90 °C. Otáčky míchadla byly udržovány v rozmezí 5400 až 700/min. Do připravené reakční směsi byla dávkována po dobu 15 minut kyselina stearová v množství 300 g. Reakční směs byla dále míchána 80 minut. Vytvořený produkt měl bílou barvu a velikost granulí se pohybovala v rozmezí 0,8 až 1,2 mm. 30 % hmot. částic mělo velikost 0,8 mm, obsah volných mastných kyselin v produktu byl 2 %, výtěžek reakce 87 %. Obsah vody byl 30 % hmot.

Příklad 13

Příprava stearanu kademnatého byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 12 s tím rozdílem, že do reakční směsi bylo dávkováno 143 g síranu kademnatého a 54,6 g hydroxidu sodného. Teplota reakční směsi byla 80 °C. Vytvořený produkt měl stejné vlastnosti jako v příkladu 12. Podíl částic velikosti 0,8 mm tvořil 38 %, obsah volných mastných kyselin v produktu byl 3 %, výtěžek reakce 87 %. Obsah vody v produktu byl 30 %.

Příklad 14

Příprava stearanu kademnatého byla provedena stejným způsobem jako v příkladu 13 s tím rozdílem, že místo síranu kademnatého byl použit chlorid kademnatý a dále byl

použit anionaktivní tenzid typu alkylesteru sodné sole kyseliny sulfojantarové (30% hmot. vod. roztok) v množství 2 ml. Chlorid kademnatý byl použit v množství 104 g. Získal se produkt stejných vlastností jako v příkladu 13 s převažujícím podílem částic velikosti 0,9 mm v množství 45 % hmot. Obsah volných mastných kyselin byl 1,5 %, výtěžek reakce 95 %. Obsah vody v produktu byl 28 %.

Příklad 15

Příprava stearanu kademnatého byla provedena analogicky jako v příkladě 14 s tím rozdílem, že místo chloridu kademnatého byl použit síran vápenatý v množství 143 g. Produkt byl bílé barvy, střední velikosti granulí 0,9 mm s převažujícím podílem (65 %) částic velikosti 1,0 mm. Obsah volných mastných kyselin byl 0,5 %, obsah vody v produktu 22 % a výtěžek reakce 98 %.

Způsob výroby kovových mýdel podle vynálezu lze s výhodou využít pro výrobu hydrofobizačních prostředků, různých stabilizátorů plastických hmot, přísad k vulkanizačním směsí, výrobu nátěrových hmot, v kosmetice apod.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby kovových mýdel kovů II. skupiny reakcí mastné kyseliny s hydroxidy nebo kysličníky kovů této skupiny ve formě vodné suspenze za přítomnosti povrchově aktivních a komplexotvorných látek, za teploty nad bodem tání mastné kyseliny, vyznačující se tím, že na sole kovů II. skupiny se působí alkalickým hydroxidem načež se vzniklé hydroxidy nebo kysličníky dispergují a podrobí působení mastné kyseliny, přičemž molární poměr mastné kyseliny a hydroxidu nebo kysličníku kovu činí 1:0,5 až 0,65.
2. Způsob výroby kovových mýdel podle bodu 1, vyznačující se tím, že se k solím kovů II. skupiny přidává povrchově aktivní látka anionaktivního typu, s výhodou sodná sůl alkylesteru kyseliny sulfojantarové s alkylem o 6 až 8 uhlíkových atomech v množství od 0,05 do 0,3 obj. % vztaženo na celkový objem reakční směsi.
3. Způsob výroby kovových mýdel podle bodů 1 a 2, vyznačující se tím, že se k solím kovů II. skupiny přidávají komplexotvorné látky na bázi dusíkatých derivátů polykarbonových kyselin, s výhodou sodné sole kyseliny nitroltrioctové v množství od 0,05 do 0,3 obj. %, vztaženo na celkový objem reakční směsi.
4. Způsob výroby kovových mýdel podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že se dispergace dosahuje mícháním při otáčkách 4 až 12/s, s výhodou 8/s.