

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

257138
(11) (B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Prihlášené 03 07 86

(21) (PV 5042-86.R)

(40) Zverejnené 17 09 87

(45) Vydané 15 11 88

(51) Int. Cl.⁴
C 10 M 159/12

(75)

Autor vynálezu

LAZAR EUBOMÍR ing., BANSKÁ BYSTRICA, TRNIK EDUARD ing.,
GARAJ MICHAL ing., BREZNO, KŇAZÍK IGOR ing., MEDZIBROD

(54) Spôsob výroby bezpopolnatého emulgátora

1

2

Riešenie sa týka výroby bezpopolnatého emulgátora, určeného pre výrobu obrábacích a chladiacich kvapalín a prísad do mazacích olejov. Pripravuje sa z destilačného zvyšku z výroby alkylbenzenu s alkylom z 9 až 16 atómov uhlíka rafináciou rafinačnou hlinkou a jedno alebo dvojstupňovou sulfonáciou oxidom sírovým. Po oddelení kyselinových smôl sa sulfokyselina neutralizuje mono-, di-, trietanolamínom alebo ich zmesou do pH 7 až 12.

Vynález sa týka výroby bezpopolnatého emulgátora pre obrábacie a chladiace kvapaliny používané pri spracovávaní a obrábaní kovov a prísad pre mazacie oleje.

Alkylbenzén s alkylovým reťazcom z 10 až 13 atómov uhlíka je najrozšírenejšou surovinou pre výrobu syntetických detergentov. Monoalkylbenzénsulfonany tvoria stály hlavnú zložku pracích prostriedkov. Monoalkylbenzén sa vyrába z lineárnych olefinov a benzénu za katalytického účinku HF, alebo $AlCl_3$, alebo lineárnych chlóralkánov a benzénu v podmienkach Friedel-Craftsovej reakcie.

Vedľajšími produktmi sú difenylalkány, dialkylindány a tetralíny a dialkylbenzény. Tvorbe dialkylbenzénov sa zabrániť nedá, lebo reakcia je rovnovážna. Vznik ostatných vedľajších produktov sa dá čiastočne potlačiť použitím olefinov, alebo vhodnou voľbou reakčných podmienok a chloračného zariadenia. Po oddelení katalyzátora sa reakčná zmes premýva a rozdestiluje. Nezareagované produkty sa vracajú do procesu, monoalkylbenzén sa sulfonuje a destilačný zvyšok sa rôzne využíva. V destilačnom zvyšku ostávajú dialkylbenzény a difenylalkány a iné komplikované dosiaľ nedefinované látky.

V US P 3 272 881 sa doporučuje destilačný zvyšok disproportionovať a získať tak monoalkylbenzén, prípadne sa môže vracat do procesu, ako je popísané v československom AO 199 342. Dialkylbenzény sa vyrábajú i úmyselne s cieľom získať vysoko kvalitné oleje s nízkou teplotou tuhnutia.

Tieto postupy sú popísané v US P 3 538 177, 3 538 178, 3 316 294 i v japonskom patente 81 169 630. Ukázalo sa, že destilačný zvyšok z výroby monoalkylbenzénu a úmyselne pripravený dialkylbenzén sú tiež veľmi dobrou surovinou na výrobu tenzidov. Z nich pripravené vápenaté, alebo bárnaté soli sulfokyselín sa doporučuje použiť ako prísady do mazacích olejov a austrálskom patente 414 540 a poľskom patente 68 269.

V poľskom patente 117 979 doporučujú autori vyrábať sulfokyselinu z destilačného zvyšku z výroby monoalkylbenzénu alebo dialkylbenzénu z monoalkylbenzénu alkyláciou chlóralkánmi. Sulfokyseliny gudronovitej povahy sa odstránia v rafinate po extrakcii hexánom, alebo benzínom. Z takto pripravenej sulfokyseliny vyrobili bárnaté, vápenaté a horečnaté sulfonany. Voda sa z nich musí vyvariť. Sulfonany tohto typu nie sú vhodné na výrobu obrábacích a chladiacích kvapalín v kovopriemysle.

Vyskúšal sa postup výroby nového bezpopolnatého emulgátora z destilačného zvyšku z výroby monoalkylbenzénu z chlóralkánov i z olefinov. Destilačný zvyšok sa sulfonuje

oxidom sírovým pri teplote 10 až 80 stupňov Celsia, s výhodou 20 až 50 °C tak, aby produkt obsahoval 65 až 95 % hmot. sulfokyseliny. Po sedimentácii sa oddelia kyselinové smoly. Osožné je destilačný zvyšok pred sulfonáciou rafinovať rafinačnou hlinkou 10 až 60 minút v množstve 1 až 10 perc. hmot. s výhodou 3 až 5 % hmot. pri teplote 80 až 150 °C, s výhodou 90 až 120 °C a potom hlinku odfiltrovať.

Sulfonovať sa môže v jednom alebo v dvoch stupňoch. Kyselinové smoly sa nechajú vysedimentovať a oddelia sa po prvej sulfonácii, alebo po jej skončení, ak sa sulfonuje len v jednom stupni. Sulfokyselina sa neutralizuje monoetanolamínom, dietanolamínom, trietanolamínom, zmesou di- a trietanolamínu, alebo zmesou všetkých troch amínov tak, aby pH reakčnej zmesi bolo 7 až 12.

Pr í k l a d 1

300 g destilačného zvyšku z výroby monoalkylbenzénu z olefinov sa sulfonovalo oxidom sírovým až do hmotnosti 310 g. Z reakčnej zmesi sa sedimentáciou oddelilo 30 gramov kyselinových smol a zmes sa dosulfonovala na konečných 306 g. Teplota exotermnej reakcie dosiahla 56 °C.

Pr í k l a d 2

500 g destilačného zvyšku z výroby alkylbenzénu z chlóralkánov sa rafinovalo 30 minút pri 95 až 110 °C s 3 % hmot. rafinačnej hlinky a po filtrácii sa 400 g filtraťu sulfonovalo jednorázove oxidom sírovým pri teplote ako v príklade 1. Získalo sa 410 gramov sulfokyseliny a 37 g kyselinových smol.

Pr í k l a d 3

50 g sulfokyseliny z príkladu 1 a 2 sa zmiešalo a neutralizovalo monoetanolamínom do pH 12. Teplota pri neutralizácii bola 20 až 50 °C. Neutralizačný bod bol indikovaný vizuálne vyčírením reakčnej zmesi. Získalo sa 114 g emulgátora.

Pr í k l a d 4

60 g sulfokyseliny z príkladu 1 sa neutralizovalo dietanolamínom ako v príklade 3. Získalo sa 74 g emulgátora.

Pr í k l a d 5

60 g sulfokyseliny z príkladu 2 sa neutralizovalo zmesou di- a trietanolamínu ako v príklade 3. Získalo sa 79 g emulgátora.

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby bezpopolnatého emulgátora z destilačného zvyšku z výroby alkylbenzénu z olefinov alebo chlóralkánov s 9 až 16 uhlíkovými atómami v reťazci vyznačujúci sa tým, že sa destilačný zvyšok sulfonuje pri 10 až 80 °C, nechajú sa vyseďimentovať kyselinové smoly a oddelia sa a sulfokyselina sa neutralizuje pri 20 až 60 stupňoch Celsia monoetanolamínom, dietanolamínom, trietanolamínom, zmesou di- a trietanolamínu, zmesou mono- a dietanolamínu alebo zmesou všetkých troch alka-

nolamínov do vyčírenia zmesi tak, aby pH emulgátora dosiahlo hodnotu 7 až 12.

2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že destilačný zvyšok sa pred sulfonáciou rafínuje 10 až 60 minút rafinačnou hlinkou v množstve 1 až 10 % hmot. pri 80 až 150 °C a rafinačná hlinka sa odfiltruje.

3. Spôsob podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že sa sulfonácia uskutoční v jednom alebo v dvoch stupňoch a kyselinové smoly sa oddelia po prvom sulfonačnom stupni.