



ÚRAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

248103
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 31/24

(22) Prihlásené 03 03 81
(21) (PV 1493-81)

(40) Zverejnené 31 12 82

(45) Vydané 15 03 88

(75)

Autor vynálezu

ČORNÝ JOZEF, HUMENNÉ, MICHLOVIČ VASIL, STRÁŽSKE,
BINDAS JÁN, VRANOV

(54) Spôsob zlepšenia kvality pentaerytritolu

1

Spôsob zlepšenia kvality pentaerytritolu týkajúci sa tepelnej stability pri spracovaní prejavujúcej sa nežiadúcim zafarbením finálnych výrobkov, spôsobenej prítomnosťou vedľajších kodenzačných splodín vznikajúcich pri syntéze pentaerytritolu. Podstatou vynálezu je zvýšenie účinnosti premývania filtračného koláča surového pentaerytritolu matečným roztokom z čistej kryštalizácie, čoho sa dosahuje tým, že matečný roztok z čistej kryštalizácie sa pred použitím na premývanie zohreje na teplotu 40—80 °C, čím sa z matečných luhov odstráni rozpustením jemný kryštalický podiel. Tým sa zvýši účinnosť oddeľovania nečistôt v surovom pentaerytritole.

Tepelná stabilita pentaerytritolu udávaná APHA testom sa postupom podľa vynálezu znižuje zo 400 APHA na 100—200 APHA pri zníženom množstve absorbentov použitých pri rafinácii surového produktu.

2

Vynález rieši spôsob zlepšenia kvality pentaerytritolu ekonomickým spôsobom bez zvyšovania množstva adsorbentov.

Pri výrobe pentaerytritolu v zásaditom prostredí vzniká okrem hlavného žiadaného produktu monopentaerytritolu tiež vedľajšie produkty di- a tripentaerytritolu, formály pentaerytritolu, mravčan sodný alebo vápenatý podľa druhu použitého alkalického činidla, ale tiež kondenzačné produkty acetaldehydu, formaldehydu, ktoré zhoršujú kvalitatívne parametre finálneho produktu. [E. Berlow, R. H. Barth, J. E. Snow: The pentaerytritol, Reinhold Publishing Corp., New York (1958), J. F. Walker: Formaldehyde, Reinhold Publishing Corp. London (1964)].

Produkty vnútornej kondenzácie acetaldehydu i formaldehydu sú tepelne málo stabilné, čo ovplyvňuje do značnej miery tepelnú stabilitu finálneho produktu. Túto tepelnú stabilitu je možné merať a udáva sa ako APHA test. [Málek, Trnka: Skoušení náterových hmôt a náteru, SNTL, Praha (1959)], Annual Book of ASTM, Standards American Society for Testing and Material, str. 550, Printed Easton USA.

APHA test tzv. surového pentaerytritolu sa v dôsledku týchto prímies pohybuje vždy nad 500. Norma pre pentaerytritol sa pohybuje od 100 do 300.

Zníženie APHA testu sa robí najčastejšie sorpciou nečistôt aktívnym uhlím [M. Mourén, P. Chorin, R. Sebourin: Mem, poudres 32, 89 (1950)]. Pritom od závislosti od množstva nečistôt sa musí použiť rôzne množstvo aktívneho uhlia.

Prakticky sa postup robí tak, že surový pentaerytritol sa rozpustí v horúcej vode a matečnom lúhu z predchádzajúcej kryštalizácie a roztok sa vedie cez veže naplnené kusovým aktívnym uhlím, prípadne sa do roztoku pridá práškové aktívne uhlie a po fyzikálnom oddelení aktívneho uhlia, prípadne katiónov sa roztok ochladí a vykryštalizovaný čistý pentaerytritol sa po oddelení vysuší a expeduje. Matečné lúhy sa z častí používajú na nové rozpúšťanie surového pentaerytritolu, časť sa použije na premývanie surového pentaerytritolu priamo na separačnom zariadení a časť sa vracia znova do výroby na získanie v ňom rozpusteného pentaerytritolu.

Zvýšenie účinnosti čistenia je výhodne previesť podľa tohoto vynálezu, kde požadovaný APHA test sa dá dosiahnuť bez zvyšovania použitého množstva aktívneho uhlia.

Podľa tohoto vynálezu sa spôsob zlepšenia kvality pentaerytritolu kryštalizáciou surového pentaerytritolu uskutočňuje tak, že premývanie surového pentaerytritolu sa robí matečným roztokom z čistej kryštalizácie,

pričom jemný kryštalický podiel z matečných lúhov sa pred použitím odstráni vyhriatím na teplotu 40–80 °C.

Výhodou postupu podľa tohoto vynálezu je skutočnosť, že na dosiahnutie požadovanej kvality nie je nutné zvyšovať množstvo aktívneho uhlia, že sa skracuje doba potrebná na premytie koláča, čím je možné zvýšiť kapacitu izolačnej časti výrobného zariadenia.

Podstatou tohto vynálezu je zistenie, že matečné lúhy po oddelení čistého pentaerytritolu obsahujú jemnú suspenziu 3–5 % hmotnostných pentaerytritolu, ktorá sa neoddeľuje na separačnom zariadení. Táto potom pri preplachovaní surového pentaerytritolu sadá na povrch koláča surového pentaerytritolu, čím sťažuje preplachovanie koláča, znižuje možnosť premývania väčšej hrúbky koláča, zadržiava väčšie množstvo vlhkosti na premytom surovom pentaerytritole a zhoršuje priepustnosť koláča pre premývacie matečné lúhy, čím fakticky je nutné predĺžiť dobu premývania a znížiť kapacitu zariadenia.

Po ohriatí matečného lúhu na teplotu 40–80 °C sa jemná suspenzia rozpustí. Týmto matečnými lúhmi je možno buď priamo, alebo výhodne po ochladení premývať izolovaný surový pentaerytritol, čím sa zvýši účinnosť oddeľovania nečistôt v surovom pentaerytritole, tým sa dosiahne požadovaný účinok, zníženie APHA testu pri rovnakom resp. zníženom množstve použitého aktívneho uhlia, pri dosahovaní rovnakej kvality produktu.

Spôsob konkrétneho prevedenia postupu podľa tohoto vynálezu dokumentuje príklad, ktorý však nevyčerpáva všetky možnosti a kombinácie postupu.

Pr í k l a d

300 kg surového pentaerytritolu sa na filteri premývalo 500 kg matečného roztoku z čistej kryštalizácie s obsahom 3,5 % hmotnostného suspenzie pentaerytritolu. Po premytí sa zo surového pentaerytritolu pripravil nasýtený roztok pri teplote 80 °C. Do roztoku sa pridalo 9 kg práškového aktívneho uhlia a po 30 minútovej dobe styku sa suspenzia viedla pri teplote 90 °C na filter, kde sa oddelilo aktívne uhlie a cez katexovú vežu na oddelenie iónov katalyzátora kondenzácie. Vykryštalizovaný pentaerytritol sa odfiltroval a vysušil. APHA test pentaerytritolu bol 400.

V prípade, že postup ostal nezmenený, ale matečný roztok sa pred premývaním surového pentaerytritolu vyhriat na teplotu 60 °C a znovu ochladil na 25 °C, premývací roztok neobsahoval suspenziu a APHA test finálneho pentaerytritolu poklesol na 200.

PREDMET VYNÁLEZU

Spôsob zlepšenia kvality pentaerytritolu kryštalizáciou surového pentaerytritolu, vyznačujúci sa tým, že premývanie surového pentaerytritolu na separačnom zariadení sa uskutočňuje matečným roztokom pri teplotách

25—40 °C, s výhodou 30 °C, pričom jemný kryštalický podiel z matečných lúhov pred použitím sa odstráni vyhriatím matečných lúhov na teplotu 40—80 °C.