



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

210966

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 14 C 3/18

(22) Prihlášené 13 12 79
(21) (PV 8735-79)

(40) Zverejnené 30 06 81

(45) Vydané 15 02 84

(75)

Autor vynálezu

ANTOŠ KAMIL prof. ing. CSc., BOROVSKÝ RUDOLF ing., MARKUŠOVSKÁ
ELENA ing. CSc., HODÚL PAVOL ing. CSc., BLAŽEJ ANTON prof. ing. DrSc.,
FANČOVIČ KAROL ing. CSc., KASZONYI ALEXANDER ing. CSc.,
a HRUŠOVSKÝ MIKULÁŠ prof. dr. DrSc. ing., BRATISLAVA

(54) Spôsob prípravy syntetického triesliva

Účelom vynálezu je spôsob prípravy syntetického triesliva na báze 4-izopropyl-fenolu použiteľného na činenie usní v kombinácii s prírodnými trieslivami. Postupuje sa tým spôsobom, že na smolu z výroby fenolu kuménovým spôsobom alebo na 4-izopropyl-fenol získaný z nej neutralizáciou, destiláciou pri 0,1 kPa a teplote 130 až 190 °C a následnou rekryštalizáciou z n-hexánu, sa pôsobí kyselinou sírovou pri teplote 80 až 110 °C, s výhodou 100 °C. Potom sa produkt kondenzuje s postupne pridávaným vodným roztokom formaldehydu pri teplote 40 až 80 °C, s výhodou 60 °C. Ďalej sa pridá vodný roztok hydroxidu vápenatého do hodnoty pH 3 až 4,5 a filtruje sa. Alkalizáciou filtrátu hydroxidom sodným na hodnotu pH 7 až 8 sa získa vodný roztok sodnej soli, ktorá po zahusťení na vákuovom odparovači poskytuje vodný roztok syntetického triesliva.

Vynález sa týka spôsobu prípravy syntetického triesliva na báze 4-izopropylfenolu, ob-
siahnutého v smole vznikajúcej pri kuménovom spôsobe výroby fenolu.

Doteraz sa pre prípravu syntetických trieslovín používali naftolsulfokyseliny a fenoly
/NSR pat. č. 1 127 909 a 2 061 898/, ktoré však z hľadiska náročnosti prípravy alfa-hydroxy-
naftalénsulfokyseliny, ako aj z hľadiska celosvetového deficitu fenolu a naftalénu sú nevý-
hodné.

4-izopropylfenol, ktorý odpadá v značnom množstve ako dopad v tzv. smole II. pri kumé-
novom spôsobe výroby fenolu a nemá zatiaľ vhodné použitie. Smola II., získaná pri výrobe ku-
ménového fenolu obsahuje okrem 54,8 hm. % 4-izopropylfenolu aj ďalšie zložky, a to 1,42 hm.
percent fenolu, 4,11 hm. % acetofenolu, 0,8 hm. % -metylstyrénu, 0,4 hm. % dimetylfenylkar-
binolu, 0,4 hm. % dimetylizopropylindánu a trimetylizopropylindánu, 0,4 hm. % 1,1,3-trimetyl-
-3-fenylindánu, 10,9 hm. % 2,4-difenyl-4-metyl-2-penténu, 3,45 hm. % 2,4-difenyl-4-metyl-1-
-penténu, 0,25 hm. % o-kumylfenolu, 5,4 hm. % m-kumylfenolu, 1,67 hm. % neidentifikovaných
látok. Nedestilovateľný zvyšok smoly II. pri tlaku 0,1 kPa o teplote 210 °C je 16 hm. %
z vlozenej nášady.

Použitie 4-izopropylfenolu na prípravu vyššie molekulových, napr. epoxidových živíc je
popísané v Jap. pat. č. 74 44, 958/. Vyššie molekulové živice, rozpustné len v oleji, vznikajú
aj pri kondenzácii odpadných smol z výroby kuménového fenolu /ktoré obsahujú prevažne
4-izopropylfenol/ s formaldehydom [Chim. Ind. /Sofia/ 49 111 /1977/]. Odpadné smoly sa použi-
li spolu s epoxidovými živicami ako pojidlá /ZSSR pat. č. 530501/.

Vynález rieši spôsob prípravy syntetického triesliva na báze 4-izopropylfenolu, ktorého
podstatou je, že sa na smolu z výroby fenolu kuménovým spôsobom alebo na 4-izopropylfenol
získaný z nej neutralizáciou, destiláciou pri 0,1 kPa a teplote 130 až 190 °C a následnou
rekryštalizáciou z n-hexánu, pôsobí kyselinou sírovou pri teplote 80 až 110 °C, s výhodou
100 °C, a ďalej sa produkt kondenzuje s postupne pridávaným vodným roztokom formaldehydu pri
teplote 40 až 80 °C, s výhodou 60 °C. Ďalej sa pridá vodný roztok hydroxidu vápenatého do
hodnoty pH 3 až 4,5 a filtruje sa. Alkalizáciou filtrátu hydroxidom sodným na hodnotu pH 7
až 8 sa získa vodný roztok sodnej soli, ktorá po zahutení vo vákuovom odparovači poskytuje
vodný roztok syntetického triesliva.

Spôsob prípravy syntetického triesliva je ozrejmnený na príkladoch prevedenia. V ďalšom
príklade je uvedené analytické vyhodnotenie pripraveného syntánu.

P r í k l a d 1

4-izopropylfenol sa oddelil zo smoly II. z výroby fenolu kuménovým spôsobom, ktorej
zloženie je popísané predtým, destiláciou pri tlaku 0,1 kPa po prvotnej neutralizácii voľnej
kyseliny sírovej 1,5 % uhličitanu sodného. Odoberala sa frakcia 130 až 190 °C obsahujúca
85 hm. % p-kumylfenolu. Rekryštalizáciou z n-hexanu bol získaný p-kumylfenol 99 %-nej čistoty
/teplota topenia 70 až 72 °C, teplota varu 335 °C pri 101,3 kPa/.

Ku 100 hm. d. p-kumylfenolu, uvedenej čistoty, sa pridá 100 hm. d. 98 obj. %-nej kyse-
liny sírovej. Za stáleho miešania sa zmes zohrieva pri teplote 105 °C a 1/2 hodiny. Potom sa
pridá 20 hm. d. vody a počas 2 hodín pri 60 °C sa po kvapkách za stáleho miešania pridáva
25 hm. d. 37 %-ného formaldehydu. Po skončení pridávania sa v miešaní pokračuje 5 hodín. Po-
čas tejto doby sa postupne po kvapkách pridáva 45 hm. d. vody. Ku vzniknutému kondenzačnému
produktu sa pridá 800 hm. d. koncentrovaného vodného roztoku hydroxidu vápenatého, čím sa
upraví pH roztoku na hodnotu 3 až 4. Zrazenina síranu vápenatého sa po filtrácii premyje
200 hm. d. vody a filtrát sa upraví pridaním hydroxidu sodného na pH 7 až 8. Po zahutení
filtrátu vo vákuovom odparovači sa získalo 53,7 % žiadaného produktu vo forme sodnej soli
rozpustnej vo vode.

P r í k l a d 2

Ku 100 hm. d. smoly z výroby kuménového fenolu sa pridá 80 až 98 %-nej kyseliny sírovej a zmes sa zahrieva 4 1/2 hodiny pri teplote 100 °C za stáleho miešania. Potom sa pridá 20 hm. d. vody a počas 3 hodín pri teplote 50 °C sa po kvapkách za stáleho miešania pridáva 25 hm. dest. 37 %-ného vodného roztoku formaldehydu. Po skončení pridávania sa v miešaní pokračuje 4 hodiny. Počas tejto doby sa postupne po kvapkách pridáva 45 hm. d. vody. Ku vzniknutému kondenzačnému produktu sa pridá 500 hm. d. koncentrovaného vodného roztoku hydroxidu vápenatého, čím sa upraví pH na hodnotu 3 až 4. Vypadnutá pevná substancia sa odstredí a premyje sa 250 hm. d. vody. Vo vákuovom odparovači sa zahustený produkt upraví pridaním hydroxidu sodného na hodnotu pH 7 až 8. Získalo sa 63,7 % hm. žiadaného produktu vo forme sodnej soli rozpustnej vo vode.

P r í k l a d 3

Syntetické trieslivo spôsobom podľa príkladu 1 a 2 bolo podrobené analýze na obsah trieslovín a netrieslovín, bol vypočítaný ich pomer a tieto hodnoty sa na porovnanie paralelne stanovili aj u syntánu KARTAN SN 25. Stanovenia sa uskutočnili metódami podľa podnikových noriem TPJ 2 172-99-62 ako aj TPJ 2 174-79-62, TPJ 2 177-79-62, TPJ 2 180-79-62 a ostatných noriem VHI českého obuvníckeho priemyslu.

Výsledky analýzy sú takéto:

	SYNTAN KARTAN SN 25 /%/	SYNTAN podľa vynálezu /%/
triesloviny	34	26,73
netriesloviny	7	15,9
triesloviny/netriesloviny	4,85	10,77

Získaný produkt je vhodný ako činiace činidlo, a to najmä kombinovaný s prírodnými trieslovínami.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob prípravy syntetického triesliva na báze 4-izopropylfenolu vyznačený tým, že sa smola z výroby kuménového fenolu použije neupravená alebo sa upravuje neutralizáciou uhličitánom sodným, destiluje sa z nej pri tlaku 0,1 kPa a teplote 130 až 190 °C 4-izopropylfenol, ktorý sa rozkryštalizuje z n-hexánu, potom sa pôsobí na smolu upravenú alebo rekryštalizovaný 4-izopropylfenol kyselinou sírovou pri teplote 80 až 110 °C, s výhodou 100 °C, produkt sa kondenzuje s vodným roztokom formaldehydu pri teplote 40 až 80 °C, s výhodou 60 °C, ďalej sa pridáva hydroxid vápenatý do hodnoty pH 3 až 4,5 a zrazenina sa po filtrácii premyje vodou a filtrát sa upraví pridaním hydroxidu sodného na hodnotu pH 7 až 8, zahustí sa a použije ako trieslivo riedený vodou.