



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

216240
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
C 10 C 3/08
C 09 C 1/56

(22) Přihlášeno 20 10 76
(21) (PV 6753-76)

(32) (31) (33) Právo přednosti od 24 10 75
(P 25 47 679.3)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 31 12 81

(45) Vydáno 15 12 84

(72)
Autor vynálezu

ROTHBÜHR LOTHAR dr., HERMÜLHEIM, SROKA WERNER dr., BRÜHL,
FRITZ WALTER, SEELSCHEID (NSR)

(73)
Majitel patentu

DEUTSCHE GOLD — UND SILBER — SCHEIDEANSTALT VORMALS
ROESSLER, FRANKFURT/M. (NSR)

(54) Způsob výroby velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí

1

2

Předmět vynálezu se týká způsobu výroby velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí.

Uvedený způsob spočívá v tom, že se smola zpracuje za rozpouštění s olejem pro výrobu sazí a ze získané směsi, zahřáté na teplotu mezi 100 až 170 °C se suspendované látky oddělí odstředěním při počtu otáček 3000 až 60 000 ot./min nebo filtrací filtrem s průměrnou pórovitostí mezi 3 až 20 μm.

Způsob podle vynálezu má rozšířit základnu velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí.

Retortový způsob výroby sazí je dnes nejdůležitějším způsobem výroby sazí pro průmysl kaučuku, syntetických hmot a barviv. Zejména zvyšující se potřeba pneumatikářského průmyslu vyvolává stále se zvyšující výrobu sazí. Paralelně se stoupající spotřebou sazí dochází i ke zvyšující se potřebě surovin potřebných pro výrobu sazí. V důsledku energetické krize vznikla i v tomto sektoru nedostatková situace. Zde vylíčený způsob podle vynálezu má rozšířit základnu velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí.

Při výrobě sazí retortovým způsobem se vyrábí spalováním paliva horké spalné plyny, do kterých se vstřikuje uhlovodík. Uhlovodík se odpaří při endotermní reakci a rozloží se na uhlík (saze) a vodík. Ukázalo se, že se všechny uhlovodíky nehodí stejnou měrou pro výrobu sazí. V zásadě existují plynné, kapalně a pevné uhlovodíky. Uspořádání je do určité míry plynulé, neboť pro skupenství je podstatná teplota. Nepřihlížeje k několika málo výjimkám, ukázaly se být pro retortový způsob výroby sazí nejvhodnější kapalně suroviny. U plyných uhlovodíků je vzhledem k malé měrné hmotnosti koncentrace uhlovodíku na jednotku objemu velmi malá. U pevných uhlovodíků (pevných při 100 až 200 °C) je naproti tomu přechod v plynnou fázi, která předchází tvorbě sazí, příliš pomalý.

Ale ani kapalně uhlovodíky se nehodí nikterak stejnou měrou pro výrobu sazí. V době hospodárního využívání zdrojů energie má přednost surovina pro výrobu sazí, která poskytuje za srovnatelných výrobních

podmínek největší produkci sazí za jednotku času a největší výtěžek, tj. na kilogram vsazené suroviny pro výrobu sazí největší množství sazí. Podle zkušeností vyplynulo několik charakteristických veličin, které jsou schopny charakterizovat hodnotu suroviny pro výrobu sazí.

Jedna z těchto charakteristických veličin je specifická hmotnost kapalných uhlovodíků, která se může snadno změřit pyknometry nebo hustoměry. Další charakteristickou veličinou schopnou výpovědi je poměr atomů uhlíku k atomům vodíku, v surovině pro výrobu sazí stručně označovaný jako poměr C/H. Tento poměr se dá snadno vypočítávat z elementární analýzy suroviny pro výrobu sazí. V tabulce 1 jsou uvedeny obě tyto charakteristické veličiny pro normálně používané spektrum typických velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí. Při tom jsou světově nejčastěji používané suroviny pro výrobu sazí pro způsob podle Furnacea uvedeny tak, že hodnota kapalných surovin pro výrobu sazí se shora dolů zvětšuje. Měřítkem tohoto může být například výtěžek oleje při zpracování za stejných podmínek na saze stejné kvality. Tak se například za určitých definovaných podmínek získá například ze 100 kg těžkého antracenového oleje 41 kg sazí, z koncentráту aromátů za stejných podmínek pouze 25 kg stejných sazí.

Měrná hmotnost, elementární analýza a atomární poměr C/H výhodných surovin pro výrobu sazí a smoly z kamenouhelného dehtu

	měrná hmotnost vztaheno na 20 °C g/ml	elementární analýza v hmot. %					atomární poměr C/H
		C	H	N	S	O	
koncentrát aromátů ⁺	0,976	87,2	9,2	0,2	1,8	1,6	0,79
lehký olej z parní pyrolýzy ⁺	1,035	91,1	8,4	—	0,1	0,4	0,91
těžký olej z parní pyrolýzy ⁺	1,070	92,1	7,0	—	0,1	0,9	1,10
lehký an- tracenový olej ⁺	1,085	91,0	6,2	0,8	0,6	1,4	1,22
těžký an- tracenový olej ⁺	1,136	91,4	5,8	0,8	0,7	1,3	1,31
smola z kamenou- helného dehtu	1,279	91,9	4,3	1,2	1,0	1,6	1,78

⁺ oleje nasazené jako surovina pro výrobu sazí

zvyšující
se kvalita
surovin
pro výrobu
sazí



Vyšší měrná hmotnost a větší atomární poměr C/H je tedy měřítkem pro hodnotu nebo kvalitu suroviny s ohledem na její vhodnost jako suroviny pro výrobu sazí.

Bohužel jsou nejhodnotnější suroviny použitelné jenom v omezených množstvích, takže je nutné často sáhnout nazpět k surovinám v horní části tabulky 1. Aby se oblast nejhodnotnějších surovin pro výrobu sazí rozšířila, sleduje se myšlenka zahrnout do oblasti surovin pro výrobu sazí spolu i smoly na bázi ropných produktů a zejména na bázi kamenouhelného dehtu, jakož i jiné zbytkové produkty, které vykazují v důsledku předcházejícího silného tepelného zatížení smolám podobný charakter.

Po tabulku 1 jsou pro srovnání se shora uvedenými konvenčními surovinami pro výrobu sazí uvedena data analýz smoly z kamenouhelného dehtu. Podle předcházejí-

cích vývodů by tento materiál musel být 22. listopadu 1984

vzhledem ke své měrné hmotnosti vynikající surovinců pro výrobu sazí. Tento se ovšem vylučuje předně proto, že je lasturovitě tvrdě se lámající látkou a v této formě se nedá použít pro normální Furnaceho reaktory pro výrobu sazí.

Zde byl nyní sledován pracovní směr obejít pevný skupenský stav tím, že se smoly, například smola z kamenouhelného dehtu rozpustí v jiných, v dostatečném množství přítomných kapalných surovinách pro výrobu sazí, a tak byly převedeny ve snáze zpracovatelnou formu.

Následující procentuální údaje poměrů množství mezi vsazenými látkami (například oleje z parní pyrolýzy a dehtové smoly) jsou hmotová procenta.

		viskozita v mPa.s při 100 °C
lehký olej z parní pyrolýzy	100 %	25
lehký olej z parní pyrolýzy	80 %	40
smola z kamenouhelného dehtu	20 %	
lehký olej z parní pyrolýzy	60 %	100
smola z kamenouhelného dehtu	40 %	
lehký olej z parní pyrolýzy	40 %	300
smola z kamenouhelného dehtu	60 %	
smola z kamenouhelného dehtu	100 %	>10 000

Z předcházející tabulky je zřejmé, že čistá smola z kamenouhelného dehtu je příliš viskózní, než aby se mohla čistá technicky zpracovávat. Rozpuštěním smoly v nízkoviskózní surovině pro výrobu sazí může naproti tomu snížit viskozitu tak dalece, že se může provádět bezvadné zpracování. Tak směs sestávající ze 60 % lehkého oleje z parní pyrolýzy a 40 % smoly z ka-

menouhelného dehtu nemá vyšší viskozitu než řada konvenčních surovin pro výrobu sazí. Zlepšená šance dosáhnout při výrobě sazí vysoký výtěžek oleje, je snadno seznatelná, když se srovnají obě nejdůležitější charakteristické veličiny, měrnou hmotnost a atomární poměr C/H, před i po přidání smoly.

	měrná hmotnost vztaženo na 20 °C g/ml	atomární poměr C/H
lehký olej z parní pyrolýzy	1,035	0,91
60 % lehkého oleje z parní pyrolýzy		
40 % smoly z kamenouhelného dehtu	1,133	1,26

Směs se posunuje podle měrné hmotnosti a atomárního poměru C/H do oblasti mezi lehkým a těžkým antracenovým olejem, tedy velmi hodnotných známých surovin pro výrobu sazí.

S popsányými směsemi byly provedeny pokusy pro výrobu sazí. Požadované dobré výtěžky olejů byly sice při použití popsáných směsí dosaženy, avšak vyrobené saze měly nečekaně špatné vlastnosti. Když se z těchto sazí vyrobí kaučuková směs, dozrávají tyto směsi mimořádně špatnou odolnost vůči otěru, která se pohybuje až 40 % pod hodnotou, která se dosahuje u normálních surovin pro výrobu sazí. Toto je vlastně důvod, proč se smoly z kamenouhelné-

ho dehtu a jiné smoly nemohly až dosud použít pro výrobu sazí.

Vynález ukazuje nečekaně cestu jak získat za využití předností vyšších výtěžků olejů, suroviny pro výrobu sazí, které dovolují vyrobti velmi kvalitní saze.

Podstatou způsobu výroby velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí, konvertovatelných ve velkém výtěžku v retortové saze s vysokou odolností vůči otěru v kaučuku, na bázi směšování smoly s obvyklými, málo viskózními oleji pro výrobu sazí, při zvýšené teplotě, podle vynálezu je to, že se smola zpracuje za rozpouštění s olejem pro výrobu sazí a ze získané směsi, zahřáté na teplotu mezi 100 až 170 °C se suspendova-

na látky oddělí odstředěním při počtu otáček 3000 až 60 000 ot./min nebo filtrací filtrem s průměrnou pórovitostí mezi 3 až 20 μm .

Tento způsob nemá nic společného s již známým oddělováním hrubých anorganických znečištěnin z kapalných olejů na výrobu sazí, jak se toto provádí pro zabránění poškození keramických vyzdívek reaktorů na výrobu sazí. Způsob podle vynálezu předpokládá všeobecně oddělení podstatné části množství materiálu, než by bylo nezbytné při čištění obvyklých hrubých anorganických znečištěnin. Spíše byl v neprůhledné černě zbarvené směsi získané rozpouštěním, zjištěn podíl organických suspendovaných látek, který se ukázal být oddělitelný odstředováním nebo filtrací od podílu homogenního roztoku smoly.

Posledně uvedený roztok neposkytoval při použití jako surovina pro výrobu sazí pouze hodinový výkon výroby sazí, nýbrž kromě toho došlo i k nečekanému zlepšení kvality sazí z něho vyrobených a to ve formě vynikajících technických vlastností pryže, zejména velmi vysoké odolnosti vůči otěru ve směsích kaučuku.

Bylo také zjištěno, že obsah suspendovaných látek směsi smoly a olejů na výrobu sazí se pchybuje všeobecně v relaci k obsahu látek ve směsi, nerozpustných v čistém benzenu, avšak s tímto se shoduje na nejvyšší náhodou, protože každá surovina pro výrobu sazí vykazuje individuální různou schopnost smoly rozpouštět se v benzenu.

Podle toho se může obsah v benzenu nerozpustných látek ve směsích, připravených podle vynálezu vztáhnout k jejich relativnímu posouzení a optimalizaci způsobu podle vynálezu.

Smola se při způsobu podle vynálezu podrobí nejdříve rozpouštění. Při tom se s výhodou postupuje tak, že se smola po rozmělnění na hrubo mele, prášek smoly se za míchání vnese do kapalného oleje na výrobu sazí, zahřátého na teplotu nad 100 °C, s výhodou 110 až 150, zejména 120 °C a rozpouštění se přeruší, jakmile směs prochází beze zbytku sítem s průměrem ok. asi 0,4 milimetry.

Olej na výrobu sazí vykazuje relativně nízkou viskozitu; nejlépe se používá olej na výrobu sazí s viskozitou mezi 5 až 30 mPa.s.

Pro mechanické oddělování suspendovaných látek se ukázalo být jako výhodné především odstředování při počtu otáček mezi 3000 až 60 000 vždy podle průměru rotoru, s výhodou 6000 až 45 000, zejména okolo 40 000 ot./min a filtrace filtrem se středním průměrem pórů mezi 3 až 20, s výhodou 5 až 10 μm , zejména okolo 6 μm .

Vždy podle poměru smoly a oleje pro výrobu sazí ve směsi a druhu oleje, může být před provedením dělicího stupně výhodné

zahřívání směsi. Osvědčená forma provedení vynálezu proto pamatovala, aby se odstředovala nebo filtrovala směs zahřátá na teplotu mezi 100 až 170 °C.

Podmínky pro mechanické oddělování suspendovaných látek se mohou výhodným způsobem přizpůsobit druhu a složení výchozích látek, aby se dosáhl optimální výsledek, tj. získání suroviny pro výrobu sazí, zpracovatelné na kvalitativně zejména velmi hodnotné saze.

Toto se v zásadě dosáhne tím, když se mechanické dělení s ohledem na teplotu směsi, počet otáček odstředivky popřípadě velikost pórů filtru a průtokové množství na jednotku času vede tak, aby se získal produkt způsobu s obsahem látek nerozpustných v benzenu pod 0,6 hmotnostních %, s výhodou pod 0,2 hmotnostních %.

S ohledem na dobrou schopnost pohotovost a ekonomičnost se při způsobu s výhodou používají smoly z uhelných dehtů. Jako oleje pro výrobu sazí se používají především nízkoviskózní oleje z parní pyrolýzy nebo antracenové oleje. Podle jedné varianty vynálezu se vychází od tepelně krakovaných olejů pro výrobu sazí, vykazujících již obsah smoly, jako od směsi, která se má mechanicky dělit. Stupeň rozpouštění zde odpadá; již existující směs smoly a oleje pro výrobu sazí se může za dodržení vhodných podmínek ihned odstředovat, popřípadě filtrovat.

Vynález se týká dále suroviny pro výrobu sazí, získané tímto způsobem, jakož i jako použití pro výrobu zlepšených retortových sazí, zejména ve spojitosti s kaučukem s vysokou odolností vůči otěru.

Získatelné přednosti budou dále demonstrovány a vysvětleny pomocí příkladů.

Příklad 1

Byl použit lehký olej z parní pyrolýzy s následujícími analytickými daty:

měrná hmotnost, vztaženo g/ml 1,035
na 20 °C

destilační analýza

5 obj. %	°C	215
10 obj. %	°C	228
20 obj. %	°C	237
30 obj. %	°C	244
40 obj. %	°C	260
50 obj. %	°C	289
60 obj. %	°C	320
70 obj. %	°C	331
80 obj. %	°C	392

destilační zbytek hmot. % 11,4
látky nerozpustné v benzenu hmot. % 0,0

Elementární analýza

hmot. %	
uhlík	91,1
vodík	8,4
dušík	—
síra	0,1
kyslík	0,4
atomární poměr C/H	0,91

Kromě toho se používala také smola z uhelného dehtu s dále uvedenými analytickými daty. Vzhledem k tomu, že je vysokovroucího charakteru, nebylo možné provést u této smoly destilační analýzu.

měrná hmotnost, vztaženo na 20 °C	g/ml	1,279
bod měknutí	°C	70
látky nerozpustné v benzenu	hmot. %	18,2

elementární analýza

hmot. %	
uhlík	91,9
vodík	4,3
dušík	1,2
síra	1,0
kyslík	1,6

atomární poměr C/H	1,78
--------------------	------

nastavená data a data výroby

celkový vzduch	Nm ³ /h	21,5
topný plyn	Nm ³ /h	2,5
množství oleje	kg/h	3,96
vyr. množství sazí	kg/h	1,28
výtěžek oleje	%	32,3

Vlastnosti vyrobených sazí

adsorpce jódu podle DIN 53 552	mg/h	110
dibutylftalanové číslo/ASTN D 2414—70	ml/g	1,21
mohutnost barvitosti podle DIN 53 204		100
hodnota pH podle DIN 53 200		6,7

Jak se očekává, dosáhne se se směsí obsahující smolu podstatně vyšší hodinová produkce sazí. I výtěžek oleje je při použití směsi podstatně vyšší pro saze, jejichž nejdůležitější analytická data se pohybují na srovnatelné úrovni. Význačné rozdíly se ale ukazují, když se saze vpracují do kaučuku.

Při tom bylo použito dále uvedené receptury a pracovního postupu pro stanovení specifických plnicích hodnot, popsaného v kaučuku.

Při tom bylo použito dále uvedené receptury a pracovního postupu pro stanovení

Ze 40 hmot. % smoly z uhelného dehtu a 60 hmotnostních % oleje z parní pyrolýzy byla vyrobena kapalná směs. K tomuto byla sklovitě tvrdá, v kusech o průměru 15 až 25 cm dodávaná smola z uhelného dehtu nejdříve rozemleta na velikost částic 1 až 2 mm. Olej z parní pyrolýzy byl nyní zahřát asi na 120 °C, míchán míchadlem s otáčkami 100 až 150 ot./min, a potom byla pomalu vsypána prášková smola z uhelného dehtu. Po 10 až 15minutovém míchání při uvedené teplotě byl vzorek směsi nalit sítem s průměrem pórů 0,4 mm. Na sítu již nezůstaly žádné částice a na pochod rozpuštění se proto pohlíženo jako na ukončený. Nejdůležitější data zkoušky získané směsí smoly a olejem pro výrobu sazí jsou:

měrná hmotnost při 20 °C	g/ml	1,135
látky nerozpustné v benzenu	hmot. %	7,1

Lehký olej z parní pyrolýzy a připravená směs se nechala zreagovat paralelně v malém Furnaceho reaktoru na saze se stejnými analytickými vlastnostmi. Při pokusu výroby bylo pracováno s dále uvedenými nastavenými daty a byly získány saze s uvedenými analytickými daty:

	lehký olej z parní pyrolýzy	směs lehkého oleje z parní pyrolýzy se smolou z kamenouhelného dehtu 60 : 40
celkový vzduch	Nm ³ /h	21,5
topný plyn	Nm ³ /h	2,5
množství oleje	kg/h	4,55
vyr. množství sazí	kg/h	1,82
výtěžek oleje	%	40,0

specifických plnicích hodnot, popsaného v Kautschuk und Gummi 19 (1966), sešit 8, str. 470—474 (23) 1970, sešit 1, str. 7 až 14.

Směs syntetického kaučuku

100 hmot. dílů Buny Hüls 15
40 hmot. dílů sazí
3 hmot. díly kysličníku zinečnatého RS
2 hmot. díly síry
2 hmot. díly kyseliny stearové
1 hmot. díl Vulcazit CZ (CBS)

lehký olej z parní pyrolýzy

směs lehkého oleje z parní
pyrolýzy a smoly z kamenou-
uhelného dehtu 60 : 40

inkubační doba t_i s	644	746
rychlostní konstanta $K_v^I \text{ min}^{-1}$		
interakční konstanta kaučuku	196	181
a plniva α_F	1,99	1,96

Zde lze již seznati tendenci k delší inkubační době a pomalejší vulkanizaci. Nejmarkantnější rozdíl se ovšem objevuje až při provádění pokusů otěru, které mají dokumentovat vhodnost vyrobených sazí pro použití ve směsích pro výrobu pneumatik.

relativní odolnost vůči otěru

standardní saze	100
saze, vyrobené z lehkého oleje z parní pyrolýzy	124
saze, vyrobené ze směsi oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenouhelného dehtu — 60 : 40	87

V tomto testu se ukazuje velmi velký úbytek v nejdůležitějším testu otěru, který prokazuje, že saze vyrobené se smolou jsou naprosto nevhodné pro kaučukové směsi odolné vůči opotřebení.

Příklad 2

Vycházejí ze stejných základních suro-

vin, které jsou charakterizované v příkladě 1, byla provedena druhá série pokusů. Rozdíl spočíval však v tom, že směs, sestávající ze 40 % smoly z kamenouhelného dehtu a 60 % lehkého oleje z parní pyrolýzy, připravená jako v příkladě 1, nebyla použita přímo, nýbrž byla podrobena předběžnému zpracování. Při tom směs zahřátá na 140 °C byla provedena odstředivkou, která byla poháněna 40 000 ot./min. Prosazení směsi činilo 15 kg/h. Z celkového vsazeného množství byl odstředěn podíl asi 9 %.

Surovina oddělená od odstředěného podílu vykazovala následující důležitá data:

měrná hmotnost při 20 °C	g/ml	1,135
látky nerozpustné v benzenu	hmot. %	0,18

Tato byla pro další zkoušení ve Furnaceho reaktoru ve srovnání s lehkým olejem z parní pyrolýzy převedena v saze. Při tom se pracovalo s následujícími nastavovacími daty. Analytická data vyrobených sazí jsou uvedena pod daty nastavení.

	lehký olej z parní pyrolýzy	směs lehkého oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenou- uhelného dehtu 60 : 40 odstředěno
Data nastavení celkového		
množství vzduchu	Nm ³ /h	21,5
množství topného plynu	Nm ³ /h	2,5
množství suroviny pro výrobu sazí	kg/h	3,96
množství sazí	kg/h	1,28
výtěžek oleje	%	32,3
Analytická data		
adsorpce jódu podle DIN 53 552	mg/g	110
dibutylftalanové číslo podle ASTM D 2414—70	ml/g	1,21
mohutnost barvitosti podle DIN 53 204		100
hodnota pH podle DIN 53 200		6,7

Jako v příkladě 1 lze i zde seznati větší výtěžnost sazí a větší výtěžek oleje při stejné úrovni analytických dat vyrobených sazí.

I v tomto případě se provádělo vmísání do zkoumané směsi v souladu s příkladem 1. Jako důležitá data specifická pro kaučuk byla stanovena následující data:

saze, vyrobené z lehkého oleje
z parní pyrolýzy

saze, vyrobené ze směsi lehké-
ho oleje z parní pyrolýzy a
smoly z kamenouhelného
dehtu 60 : 40 odstředěno

inkubační doba t_i s	644	650
rychlostní konstanta $K_V^I \text{ min}^{-1}$	196	197
interakční konstanta plniva α_F	1,99	2,00

Saze mají prakticky stejná analytická data. Rozhodující informace se dala očekávat od prováděného pokusu otěru.

relativní odolnost vůči otěru
ve směsi kaučuku

standardní saze	100
saze, vyrobené z oleje z parní pyrolýzy	124
saze, vyrobené ze směsi oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenouhelného dehtu 60 : 40 odstředěno	129

Na těchto číslech lze snadno seznati jednoznačný a neočekávaný účinek způsobu práce podle vynálezu. Přes zvýšený hodinový výkon výroby sazí a zvýšený výtěžek oleje na základě smoly, získají se saze s vynikajícími technickými vlastnostmi pryže a vynikající odolností vůči otěru.

Příklad 3

V tomto příkladu se použije lehký olej z parní pyrolýzy z příkladu 1 a směs sestávající ze 60 % oleje z parní pyrolýzy a 40 proc. smoly z uhlénoho dehtu (jak to bylo popsáno v příkladě 1). Směs byla podrobená při 140 °C filtraci filtračním zařízením se střední velikostí pórů asi 6 μm a filtrát se použil. Filtrát vykazoval následující důležitá analytická data:

měrná hmotnost při 20 °C	g/ml	1,134
látky nerozpustné v benzenu	hmot. %	0,57

Takto předběžně upravený produkt byl použit opět ve srovnání s olejem z parní pyrolýzy jako suroviny pro výrobu sazí. Podmínky nastavení při výrobě sazí a analytické hodnoty vyrobených sazí byly následující:

	lehký olej z parní pyrolýzy	směs lehkého oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenouhelného dehtu 60 : 40 filtrováno
data nastavení		
celkové množství vzduchu	Nm^3/h	21,5
množství plynu	Nm^3/h	2,6
množství suroviny pro výrobu sazí	Nm^3/h	3,84
vyrobené množství sazí	kg/h	1,25
výtěžek	%	32,5
Analytická data		
adsorpce jódu podle DIN 53 532	mg/g	113
dibutylftalanové číslo podle ASTM D 2414—70	ml/g	1,26
mohutnost barvitosti		98
hodnota pH podle DIN 53 200		6,8

Technické zkoušky pryže vedly k následujícím výsledkům:

	lehký olej z parní pyrolýzy	směs lehkého oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenouhelného dehtu 60 : 40 filtrováno
inkubační doba t_i s	590	550
rychlostní konstanta $K_V^I \text{ min}^{-1}$	180	190
interakční konstanta α_F	2,08	2,04

V rozhodujícím testu, odolnosti vůči otěru v kaučuku se prokázala být i filtrovaná směs jako upotřebitelná.

relativní odolnost vůči otěru
v kaučukové směsi

standardní saze	100
saze, vyrobené z oleje z parní pyrolýzy	123
saze, vyrobené ze směsi oleje z parní pyrolýzy a smoly z kamenouhelného dehtu 60 : 40, filtrováno	118

Odolnosti vůči otěru se pohybují u sazí z oleje z parní pyrolýzy ve stejné řádové velikosti, i když se zpracování v odstředivce zdá být o něco efektivnější a účinnější.

Příklad 4

Dosavadní příklady se vztahovaly k úpravě smoly uhelného dehtu podle vynálezu, pro použití jako suroviny pro výrobu sazí. Smola z kamenouhelného dehtu je při normální teplotě pevná a sklovitá. Pokládá se

vůbec za nejvíce zesmolnatělý, tj. aromaticky kondenzovaný produkt. Tento příklad má ukázat, že způsob práce podle vynálezu se může použít i u slabě zesmolnatělých produktů ve zjednodušené formě.

Při výrobě plynových sazí se účinkem teploty odpaří antracenový olej, spolu se zavede nosný plyn a při reakci se vzduchem se v malém plameni vyrobí plynové saze. Působením teploty na antracenový olej v odpařovači se část převede ve vysokomolekulární produkt (kondenzace). Spolu s látkami již přítomnými v oleji neodpařujícími se při teplotě odpařovače vzniká „odtok“, který obsahuje určitý podíl smoly (viz Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, sv. 14, strana 798 dole).

V protikladu k případům, popsaným v příkladech 1 až 3, je tento podíl smoly již ale zředěn přebytečným antracenovým olejem, takže odpadají zředovací kroky příkladů 1 až 3 a může dojít k přímému oddělení podílu, poškozujícího kvalitu. Získají se suroviny pro výrobu sazí s následujícími analytickými daty:

	těžký antracenový olej	odtok plynových sazí normální	odtok plynových sazí, odstředěný podle příkladu 2
měrná hmotnost, vztaženo na 20 °C g/ml	1,135	1,171	1,176
látky nerozpustné v benzenu hmot. %	0,02	0,75	0,03
destilační analýza až			
5 obj. % °C	289	293	304
10 obj. % °C	306	314	318
20 obj. % °C	327	335	339
30 obj. % °C	335	351	351
40 obj. % °C	345	362	362
50 obj. % °C	353	373	372
60 obj. % °C	362	383	382
70 obj. % °C	375	410	410
80 obj. % °C	383	—	—

V malé Furnaceho aparatuře byly z těžkého antracenového oleje, ze shora definovaného odtoku plynových sazí a stejného odtoku po odstředování podle příkladu 2,

vyrobeny saze. Podmínky nastavení a analytické vlastnosti vyrobených sazí jsou uvedeny dále.

	těžký antra- cenový olej		odtok plyno- vých sazí normální	odtok plyno- vých sazí odstředěný
data nastavení				
celkové množství vzduchu	Nm ³ /h	21,5	21,5	21,5
množství plynu	Nm ³ /h	3,6	3,6	3,6
množství suroviny pro výrobu sazí	kg/h	4,68	4,81	4,84
vyrobené množství sazí	kg/h	1,99	2,19	2,22
výtěžek oleje	%	42,5	45,5	45,8
Analytická data vyrobených sazí				
adsorpce jódu podle DIN 53 532	mg/g	125	121	121
dibutylftalanové číslo podle ASTM 2414—70	ml/g	1,27	1,23	1,26
mohutnost barvitosti podle DIN 53 204		97	98	97
hodnota pH podle DIN 53 200		6,8	6,7	6,5

Technické zkoušky pryže se prováděly ve zkušební směsi, odpovídající příkladu 1.

	saze vyrobené z těžkého antraceno- vého oleje	saze vyrobené z od- toku plynových sazí	saze vyrobené z od- toku plynových sazí odstředěno
inkubační doba t_i [s]	600	620	590
rychlostní konstanta K_v^I [min ⁻¹]	206	200	207
interakční konstanta plniva α_F	2,17	2,18	2,14

Opět je zde jasný rozdíl v datech otěru směsí kaučuku, obsahujících saze.

	relativní odolnost vůči otěru
standardní saze	100
saze z těžkého oleje z kamenouhelného dehtu	145
saze z odtoku plynových sazí	129
saze z odtoku plynových sazí, odstředěno	140

Na těžký antracénový olej se právem pohlíží jako na v nynější době nejhodnotnější surovinu pro výrobu sazí. Použitím odtoku plynových sazí upravených podle vynálezu se zvyšuje hodinový výkon sazí a výtěžek oleje oproti těžkému antracénovému oleji o 8 až 12 %, aniž by se významně zhoršila odolnost vůči otěru.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby velmi hodnotných surovin pro výrobu sazí, konvertovatelných ve vysokém výtěžku v retortové saze s vysokou odolností vůči otěru v kaučuku, na bázi směšování smoly s obvyklými, málo viskózními oleji pro výrobu sazí, při zvýšené teplotě, vyznačující se tím, že se smola zpracuje za rozpouštění s olejem pro výrobu sazí a ze získané směsi, zahřáté na teplotu mezi 100 až 170 °C se suspendované látky oddělí odstředěním při počtu otáček 3000 až 60 000 ot./min nebo filtrací filtrem s průměrnou pórovitostí mezi 3 až 20 μ m.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačující se tím, že se rozemletá smola vnáší za míchání do kapalného oleje pro výrobu sazí, zahřátého na teplotu nad 100 °C, s výhodou 110 až 150, zejména pak na 120 °C a rozpouštění se přerušuje, jakmile směs prochází beze zbytku sítím s velikostí ok 0,4 mm.

3. Způsob podle bodu 1 nebo 2, vyznačující se tím, že se použije olej pro výrobu sazí s viskozitou mezi 5 až 30 mPa.s.

4. Způsob podle bodů 1 až 3, vyznačující se tím, že mechanické oddělování se provádí odstředováním při počtech otáček mezi 6000 až 45 000 ot./min, s výhodou 40 000 ot./min nebo filtrací filtrem s průměrnou velikostí ok 5 až 10 μ m, s výhodou 6 μ m.

5. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že se jako smola použije smola z uhlého dehtu.

6. Způsob podle bodů 1 až 5, vyznačující se tím, že se jako olej pro výrobu sazí použijí oleje z parní pyrolýzy nebo antracénové oleje.

7. Způsob podle bodů 1 až 4, vyznačující se tím, že se vychází od tepelně krakovaných olejů pro výrobu sazí, vykazujících obsah smoly, jako od směsi, která se má mechanicky dělit.