



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU 198 478

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61) Autorské osvědčení je závislé
na AO 176 386
(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 16 05 77
(21) PV 3175 - 77

(11) (B1)

(51) Int. Cl. C 14 C 3/24

(40) Zveřejněno 17 09 79
(45) Vydáno 01 8 82

(75)
Autor vynálezu FRIML ZDENĚK ing., KYRAL JOSEF ing., EXNER RUDOLF, JAROMĚŘ,
ČÍŽKOVÁ JANA, HRADEC KRÁLOVÉ a DOSTÁL FRANTIŠEK ing., LITOMĚŘICE

(54) Způsob výroby syntetických třísliv

1

Předmětem vynálezu je další zdokonalování způsobu výroby syntetických třísliv z technické směsi dvojmocných fenolů podle autorského osvědčení č. 176386, kde se před, během nebo po okyselení alkalického předkondenzátu přidávají odvápněné nebo neodvápněné sulfitové výluhy.

Při dosavadním způsobu výroby syntetických tříslovin je zapotřebí značného množství fenolických surovin. Jejich výskyt je omezen, vyrobená z nich třísliva mají jednak určitý obsah volných fenolů a dále některé nepříznivé vlastnosti, jako tmavší barva, horší světlostálost a neegálnost vybarvení vyčíněných usní.

Podle základního autorského osvědčení se připravují syntetické třísloviny kondenzací technické směsi dvojmocných fenolů tak, že se nejprve provede předkondenzace v alkalickém prostředí pomocí formaldehydu a kondenzace se dokončí za přítomnosti fenolů, sulfonovaných fenolů, jejich kondenzátů sulfonů nebo směsí těchto surovin. Předkondenzát je možno metylsulfonovat a této reakce se s výhodou používá k dosažení alkalického prostředí. Kondenzaci je možno dokončit přidávkou dalšího formaldehydu v kyselém prostředí. Při použití postupu podle autorského osvědčení č. 176386, kde se z velké části používají fenolické suroviny, které jsou nedostatkové, zbývá ve výsledném produktu určitý podíl volných fenolů a vyrobené usně mají horší technické parametry a zhoršuje se kvalita odpadních vod.

198 478

Ke snížení spotřeby fenolických surovin, zlepšení světlostálosti a snížení podílu volných fenolů ve výsledném produktu se používají sulfitové výluhy.

Při prostém přidání sulfitových výluhů k fenolickému tříslivu se vždy zhorší jeho analytické hodnoty a kvalita vyrobených usní.

Některé z výše uvedených vad odstraňuje postup podle vynálezu, kdy se použije postupu podle autorského osvědčení č. 176386. Proveďte se alkalická předkondenzace a do reakční směsi se před, během nebo po okyselení přidávají odvápněné, eventuálně neodvápněné sulfitové výluhy v takovém množství, že jejich sušina tvoří 5 až 60 % sušiny reakční směsi. Kondenzace se dokončí pomocí aldehydů, s výhodou formaldehydu při pH v rozmezí 1,5 až 5, s výhodou 2 až 3, za přítomnosti sulfonovaných fenolů, sulfonátu β naftalu, naftalen mono i disulfokyselin, sulfonů a dalších fenolů nebo směsi anebo kondenzátů těchto surovin. Teplota kondenzace se pohybuje v rozmezí 40 až 80 °C.

Analytické hodnoty takto vyrobeného třísliva jsou stejné jako při výrobě podle základního vynálezu, kvalitativní ukazatelé vyrobených usní jsou stejné nebo lepší, dosáhne se úspory fenolických surovin, sníží se obsah volných fenolů ve vyrobeném tříslivu a značně se sníží cena výsledného výrobku.

Postup podle vynálezu konkretizují dále uvedené příklady použití, které jsou jen některými z mnoha možných variant.

P ř í k l a d 1

Do reakčního kotle opatřeného míchadlem a zpětným chladičem se předloží 530 kg technické směsi dvojmoocných fenolů (Optol) 780 kg vody a za míchání se přímo do kotle přidá 144 kg siřičitanu sodného 70%ního. Teplota se upraví na 40 až 50 °C a započne se s přidáváním 310 kg formaldehydu 37%ního během 30 min. Uvolněným reakčním teplem stoupne teplota na 60 až 70 °C. Po přidavku formaldehydu se dále zahřívá, až teplota dosáhne 100 °C. Po 10 min. se přeruší zahřívání a ochladí se na 60 °C. Při této teplotě se přidá směs připravená z 250 kg betanaftolu, sulfonovaného při 115 °C po dobu 60 min. pomocí 212 kg kyseliny sírové 96%ní, 530 kg Optolu a 400 kg vody, 1 000 kg neodvápněných sulfitových výluhů o sušině 52%. Teplota se upraví na 60 °C a započne se s přidáváním 350 kg formaldehydu 37%ního během 60 min. Teplota se udržuje v rozmezí 60 až 70 °C. Po dalších 30 min., během kterých se směs ochladí na 60 °C se přidá 40 kg močoviny a upraví se hodnota pH na 3,5 pomocí 40%ního roztoku hydroxidu sodného. Výsledný produkt se suší na rozprašovací sušárně.

P ř í k l a d 2

Násady a vedení reakčního procesu jsou stejné, jako v příkladě 1. Použijeme však místo neodvápněného sulfitového výluhu 1 050 kg odvápněného o sušině 35%.

P ř í k l a d 3

Do reakčního kotle předložíme 400 kg vody, ve které rozpustíme 6 kg hydroxidu sodného 100%ního a 190 kg formaldehydu 37%ního. Přidáme 400 kg difenové frakce

/technická směs dvojmocných fenolů a zahřejeme pod zpětným chladičem po dobu 60 minut k varu. Tento předkondenzát se připustí ke kyselé sulfonační směsi vyrobené ze 180 kg kyseliny sírové 96%ní a 160 kg betanaftolu sulfonací po dobu 60 minut při 115 °C. Přidáme 500 kg odvápněného sulfitového výluhu o sušině 35% a kondenzujeme při 70 °C pomocí 70 kg formaldehydu 37%ního po dobu 60 minut. Neutralizace se provede pomocí cca 100 kg čpavkové vody na pH 3,2.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby syntetických tříslovin z technické směsi dvojmocných fenolů, ze kterých se nejprve v oblasti pH 4 až 10 připraví pomocí formaldehydu předkondenzát, který se dále v prostředí v pH 0 až 4, s výhodou 1,5 až 3,5 kondenzuje pomocí formaldehydu s fenoly, sulfonovanými fenoly nebo jejich kondenzáty, nebo sulfony nebo směsi těchto surovin podle základního autorského osvědčení č. 176386, vyznačující se tím, že se před, během nebo po okyselení alkalického předkondenzátu předají odvápněné nebo neodvápněné sulfitové výluhy v takovém množství, že jejich sušina tvoří 5 až 60 % sušiny reakční směsi.