



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

244709

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 01 10 84
(21) PV 7443-84

(51) Int. Cl.⁴
C 08 G 16/04

(40) Zveřejněno 16 07 85
(45) Vydáno 14 08 87

(75)

Autor vynálezu

VANC VÁCLAV RNDr., HABROVICE,
THOROVSKÝ ZDENĚK ing., Ústí nad Labem, SMETANA KAREL, SKOROTICE

(54) Způsob přípravy kondenzačních produktů

Zlepšení aplikačních vlastností kondenzačních produktů kresolových izomerů a siřičitanu sodného s formaldehydem ve vodném prostředí tím, že se vznikající kondenzát modifikuje v alkalickém prostředí 1-naftalensulfokyselinou, popřípadě s přídavkem nonylfenolu.

Vynález se týká způsobu přípravy kondenzačních produktů vhodných zejména pro dispergaci organických barviv a pigmentů mletím za mokra a pro stabilizaci jemných disperzí ve vodném alkalickém, neutrálním nebo kyselém prostředí při teplotách 10 až 130 °C.

Pro dispergaci barviv téměř nebo zcela nerozpustných ve vodě je v současnosti používána dlouhá řada dispergačních činidel. Doposud nejběžněji používané přípravky řadíme buď mezi kondenzační produkty aromatických sloučenin obsahujících sulfoskupiny, nebo mezi různým způsobem upravované ligninsulfonany. Řada ligninsulfonanů zpravidla nepropůjčuje disperzím dostatečnou stabilitu disperze za tepla. Jiná dispergační činidla jsou účinná pouze v alkalické oblasti a zabarvují nebo špiní vlákno, což je překážkou k dosažení jasných barevných odstínů. Konečně značný počet dispergačních prostředků nedosahuje pro silnou pěnivost dostatečnou dispergační a egalizační účinnost při barvení.

Postup přípravy, jednoho z dosud nepoužívanějších klasických přípravků spočívá ve dvoufázové kondenzaci krezolu, sodné soli 2-naftol-6-sulfonové kyseliny a siřičitanu sodného s formaldehydem (FIAT report 1 013). Jeho dobré dispergační a stabilizační vlastnosti zůstávají však zachovány pouze v alkalickém prostředí. V kyselém prostředí dochází snadno ke gelovitému vylučování produktu z roztoku a zhoršují omak textilního vlákna.

Uvedené nedostatky odstraňují kondenzační produkty, připravené kondenzací směsí tří kresolových izomerů a siřičitanu sodného s formaldehydem ve vodném prostředí postupem podle vynálezu tak, že se kondenzace provádí při hodnotě pH 8 až 11 a při teplotě 80 až 140 °C v přítomnosti 1-naftalensulfokyseliny, přičemž molový poměr krezol : siřičitan sodný : formaldehyd : 1-naftalensulfokyselina spadá do rozmezí 1 : 0,3 až 1,2 : 1,1 až 2,9 : 0,2 až 0,35.

S výhodou lze použít 1-naftalensulfokyselinu s přísadkou nonylfenolu, přičemž molový poměr krezol : nonylfenol spadá do rozmezí 1 : 0,01 až 0,15.

Použitá frakce kresolu může s výhodou obsahovat 5 až 18 % orto-izomeru, 30 až 50 % meta-izomeru a zbytek para-izomeru.

Takto připravené preparáty vykazují především tyto přednosti:

- a) Kondenzaci kresolu, 1-naftalensulfokyseliny a siřičitanu sodného s formaldehydem lze provést v jednofázovém výrobním cyklu.
- b) Přítomnost 1-naftalensulfokyseliny snižuje alkalitu reakčního prostředí, kterou mu určuje přítomný siřičitan sodný. Účelným snížením alkality snižuje se potřebné množství kyseliny sírové při neutralizaci, a tím i obsah síranu sodného v produktu.
- c) Preparáty s nakondenzovanou 1-naftalensulfokyselinou vykazují výbornou rozpustnost i v silně kyselém prostředí bez tendence ke gelování.
- d) Jmenované preparáty dovolují vysokou koncentraci tekutého produktu, protože při neutralizaci jeho viskozita nestoupá, ale naopak se snižuje. Vysoká koncentrace produktu potom zajišťuje výhodnou výrobní a expediční kapacitu.
- e) V neutrálním a slabě kyselém prostředí je produkt velmi světlý a nepodléhá tmavnutí.
- d) V alkalickém, neutrálním i kyselém prostředí vykazuje obecně dobré mlecí, stabilizační a egalizační vlastnosti.

P ř í k l a d 1

Ve 135 dílech vody se rozpustí při 34 °C 170 dílů krystalického siřičitanu sodného za přísadku 146 dílů 37% formaldehydu a dále za míchání se přidá 108 dílů techn. čisté frakce

trikresolu s obsahem 30 až 45 % m-kresolu a 70 dílů 60% roztoku 1-naftalensulfokyseliny. Reakční směs se za případného přihřívání zvolna vyhřeje během 2 hodin na 96 °C a při teplotě 96 až 98 °C se udržuje za mírného varu ještě 10 hodin.

Po vychladnutí na 90 °C se za horka neutralizuje 50% kyselinou sírovou do neutrální reakce desetinásobně vodou zředěného vzorku.

Výtěžek 628 dílů přibližně 43% produktu s obsahem 270 dílů sušiny.

P ř í k l a d 2

Ve 185 dílech vody se rozpustí při 34 °C 170 dílů krystalického siřičitanu sodného za přídavku 165 dílů formaldehydu 37 % a dále se za míchání přidá 108 dílů techn. čisté frakce trikresolu s obsahem 30 až 45 % m-kresolu, 11 dílů nonylfenolu a 70 dílů 60% roztoku 1-naftalensulfokyseliny. Reakční směs se za případného přihřívání zvolna vyhřeje během 1 až 2 hodin na 96 °C a při teplotě 96 až 98 °C udržuje za mírného varu pod zpětným chladičem ještě 10 hodin. Po vychladnutí na 90 °C se za horka neutralizuje 50% sírovou kyselinou do neutrální reakce desateronásobně vodou zředěného vzorku. Výtěžek 720 dílů 41% produktu s obsahem 295 dílů sušiny.

Produkty se použijí k dispergaci mokrým mletím obvyklým způsobem.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob přípravy kondenzačních produktů kondenzací směsi tří kresolových izomerů a siřičitanu sodného s formaldehydem ve vodném prostředí, vyznačený tím, že se kondenzace provádí při hodnotě pH 8 až 11 a při teplotě 80 až 140 °C v přítomnosti 1-naftalensulfokyselin, přičemž molový poměr kresol : siřičitan sodný : formaldehyd : 1-naftalensulfokyselina spadá do rozmezí 1 : 0,3 až 1,2 : 1,1 až 2,9 : 0,02 až 0,35.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se kondenzát nechává reagovat s 1-naftalensulfokyselinou s přídavkem nonylfenolu, přičemž molový poměr kresol : nonylfenolu spadá do rozmezí 1 : 0,01 až 0,15.