



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

203700

(11)

(B1)

/22/ Přihlášeno 05 02 79
/21/ /PV 793-79/

(51) Int. Cl.³
C 09 K 7/02
C 14 C 3/20
C 04 B 13/28

(40) Zveřejněno 30 06 80

(45) Vydáno 15 10 82

(75)

Autor vynálezu

ADÁMEK MILAN ing. CSc. a LUSTIG JIŘÍ ing., PARDUBICE

(54) Způsob výroby chemických pomocných prostředků

Předmětem vynálezu je způsob výroby chemických pomocných prostředků, jako např. třísliv, přísad k úpravě vrtného výplachu pro hlubinné vrtání apod.

Pro přípravu těchto prostředků je popsána řada způsobů. Velká část z nich je založena na kondenzaci jak jednosytných, tak dvojsytných fenolů s alifatickými aldehydy. Jednou ze známých používaných složek je beta-naftol, a to jak chemicky čistý, tak ve směsi.

Nyní bylo zjištěno, že pro přípravu chemických pomocných prostředků, zejména plastifikátorů betonových směsí, je možno použít též jiných látek; na tom je založen způsob výroby chemických pomocných prostředků, který je předmětem vynálezu a jeho podstata spočívá v tom, že se destilační zbytky po destilaci alfa-naftolu, vyráběného tavením alfa-naftalínsulfokyselin, sulfonují působením kyselinou sírovou o koncentraci 96 až 100 hmotnostních % za teploty 90 až 140 °C, výhodně 120 až 130 °C, a produkt sulfonace se kondenzuje s formaldehydem a jednosytnými a/nebo dvojsytnými fenoly, například karbolovým olejem, který je směsí jednosytných fenolických látek, nebo difenovou frakcí, která je směsí dvojsytných fenolů, případně sulfonovaných, načež se vzniklá reakční směs neutralizuje, například přidávkou hydroxidu sodného nebo draselného nebo čpavku, na pH 3 až 9. Je-li produkt určen pro použití jako plastifikátor betonových směsí, přidají se po skončení kondenzace chlorid vápenatý, chlorid hlinitý nebo močovina, nebo aromatické aminy v množství 0,1 až 5 hmotnostních %, vztaženo na hmotnost cementu.

Pro bližší objasnění podstaty vynálezu jsou dále uvedeny příklady provedení.

Příklady provedení

P ř í k l a d 1

Do reakční baňky bylo předloženo 77 g destilačních zbytků po destilaci alfa-naftolu, tzv. alfasmolů, a 108 g kyseliny sírové 96%. Reakční směs byla vyhřátá na 105 °C. Sulfonace pro-

bíhala za míchání 240 minut. Výtěžek sulfonace činil 185 g. Do takto připravené sulfonované alfasmony bylo přidáno 50 ml vody. Po vyhřátí na 50 °C a dobrém rozmíchání bylo přidáno 12,3 g fenolu ve 13 ml vody. Teplota směsi byla zvýšena na 55 °C a po 30 minutách bylo během 15 minut přidáno 15 g 30% formaldehydu. Při 55 °C bylo kondenzováno 2 hodiny, během nichž bylo do reakční směsi přidáno 125 ml vody. Během 15 minut bylo přidáno dalších 15 g 30% formaldehydu a při 55 °C kondenzováno 3,5 hodiny. Pak bylo do reakční směsi přidáno po částech 7,2 g fenolu v 5 ml vody a při 55 °C kondenzováno další 3 hodiny. Pak bylo do reakční směsi přidáno 8 g FeCl_3 v 10 ml vody. Kondenzace probíhala za míchání další 2 hodiny při 55 °C až 60 °C. Byl získán viskózní produkt tmavohnědé barvy o pH = 2,25. Roztokem 98 ml 50% vodného NaOH bylo pH upraveno na 7,75.

Takto připravený produkt je vhodný jako plastifikátor betonových směsí.

V případě, že produkt kondenzace byl využíván jako syntetické třísivo, bylo pH upraveno 50% NaOH na 3,5.

P ř í k l a d 2

Postup je stejný jako v příkladu 1, s tím rozdílem, že po provedené kondenzaci a úpravě pH bylo do hotového produktu přidáno 15 g síranu chromitého.

Produkt takto připravený je vhodný jako prostředek pro úpravu vrtných výplachů.

P ř í k l a d 3

Do 2,5 l sulfonační baňky bylo předloženo 360 g sulfonované alfasmony, 75 ml vody a při 50 °C 24 g fenolu ve 25 ml vody. Teplota byla zvýšena na 55 °C a po 30 minutách bylo přidáno 29 g 30% formaldehydu. Během přidávání formaldehydu reakční směs zhoustla, a proto byla naředěna 225 ml vody. Kondenzace probíhala 2 hodiny. Potom bylo při teplotě 55 °C přidáno za míchání 29 g 30% formaldehydu a při 55 °C kondenzováno 3,5 hodiny. Potom bylo do reakční směsi přidáno 24 g fenolu v 75 ml vody a kondenzováno při 55 °C po dobu 5 hodin. pH reakčního produktu bylo upraveno 50% vodným roztokem NaOH na 6,9.

Pomocný chemický prostředek takto připravený je vhodný jako plastifikátor betonových směsí. Pro tento účel je vhodný přísadek 5 hmot. % chloridu vápenatého, vztaženo na hmotnost cementu.

P ř í k l a d 4

Do tříhrdlé baňky bylo předloženo 51 g karbolového oleje /složení 46,5 % fenolu, 9,2 % o-kresolu, 12 % p-kresolu, 24,4 % m-kresolu a 7,9 % xylenu/ a poté za míchání přidáno 46 g 98% kyseliny sírové. Reakční směs byla vyhřátá na 105 až 110 °C a na této teplotě udržována 60 minut. Pak byla teplota zvýšena a sulfonace pokračovala při 115 až 120 °C dalších 60 minut.

Výtěžek je 97 g surové sulfonační směsi.

Do reakční baňky bylo předloženo 115 g sulfonované alfasmony /postup v příkladu 1/ a 97 g sulfonovaného karbolového oleje. Reakční směs byla za míchání vyhřátá na 60 °C, po zhomogenizování ochlazená na 50 °C a při této teplotě bylo k reakční směsi během 90 minut přidáno 28 g 36% formaldehydu a 33 ml vody. Do reakční směsi bylo za míchání přidáno při teplotě 50 °C postupně 13 g karbolového oleje. Během kondenzace byla reakční směs zředěna 80 ml vody. pH reakční směsi bylo upraveno 50% hydroxidem amonným na 3 - 4.

Produkt takto připravený je vhodný jako syntetické třísivo. Pokud se takto připravených pomocných prostředků používá jako plastifikátorů do betonových směsí, dochází jejich působením ke snížení viskozity směsí, podstatně se zlepšuje hutnitelnost a odformovatelnost. Při použití pro úpravu vrtných výplachů působí tyto prostředky jako stabilizátory vrtného výplachu pro kterékoliv vrty do teplot 150 až 180 °C, přičemž vyhovují tokovými i koloidními parametry. Těchto prostředků lze využít rovněž jako výměnných třísiv při činění technických usní.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob výroby chemických pomocných prostředků, vyznačující se tím, že destilační zbytky po destilaci alfa-naftolu, vyráběného tavením alfa-naftalinsulfokyseliny, se sulfonují působením kyseliny sírové o koncentraci 96 až 100 hmotnostních % za teploty 90 až 140 °C, výhodně 120 až 130 °C a produkt sulfonace se kondenzuje s formaldehydem a jednosytnými a/nebo dvojsytnými fenoly, například karbolovým olejem, který je směsí jednosytných fenolických látek, nebo difenovou frakcí, která je směsí dvojsytných fenolů, v poměru 50 až 100 hmotnostních dílů alfa-smoly, 10 až 40 hmotnostních dílů formaldehydu a 8 až 25 dílů fenolických látek, načež se vzniklá reakční směs neutralizuje, například přidávkou hydroxidu sodného nebo draselného nebo čpavku, na pH 3 až 9.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že pro použití chemického pomocného prostředku, vyrobeného podle bodu 1, jako plastifikátoru betonových směsí, se po ukončení kondenzace přidají chlorid vápenatý nebo chlorid hlinitý nebo močovina, nebo aromatické aminy v množství 0,1 až 5 hmotnostních %, vztaženo na hmotnost cementu.

3. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že pro použití chemického pomocného prostředku, vyrobeného podle bodu 1, jako přísady pro úpravu vrtných výplachů se přidá během nebo po skončení kondenzace chromitá nebo železitá sůl, například síran chromitý nebo chlorid železitý.