



СОЮЗ СОВЕТСКИХ СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ РЕСПУБЛИК

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 1065471

На основании полномочий, предоставленных Правительством СССР,
Государственный комитет СССР по делам изобретений и открытий
выдал настоящее свидетельство на изобретение:
"Способ получения поверхностно-активного вещества"

Заявитель: ЛЕНИНГРАДСКИЙ ОРДЕНА ЛЕНИНА, ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ
РЕВОЛЮЦИИ И ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ ГОРНЫЙ
ИНСТИТУТ ИМ. Г. В. ПЛЕХАНОВА И ЛЕНИНГРАДСКИЙ САНИТАРНО-
ГИГИЕНИЧЕСКИЙ МЕДИЦИНСКИЙ ИНСТИТУТ

Автор (авторы): Доброхотова Евгения Георгиевна, Назаров
Юрий Павлович, Тихонов Олег Николаевич, Олейник Андрей
Тимофеевич, Буксеев Владимир Владимирович, Лебедь
Вячеслав Васильевич, Родина Нелли Ивановна и Шадрин
Юрий Антонович

Заявка № 3449861 Приоритет изобретения 23 марта 1982г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Союза ССР

8 сентября 1983г.

Председатель Комитета

Начальник отдела

х/г. 30/80

МПФ Гознака, 1979, Зак. 79-3083.

вх. 24/148
24.02.84.



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1065471** **A**

3(5D) C 11 D 1/04; C 10 C 3/02

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 3449861/23-04

(22) 23.03.82

(46) 07.01.84, Бюл. № 1

(72) Е.Г. Доброхотова, Ю.П. Назаров,
О.Н. Тихонов, А.Т. Олейник,
В.В. Буксеев, В.В. Лебедь, Н.И. Роди-
на и Ю.А. Шадрин

(71) Ленинградский ордена Ленина,
ордена Октябрьской Революции и орде-
на Трудового Красного Знамени горный
институт им. Г.В. Плеханова и Ленин-
градский санитарно-гигиенический
медицинский институт

(53) 668.728(088.8)

(56) 1. Авторское свидетельство СССР
№ 925942, кл. С 07 С 139/00, 1980.

2. Авторское свидетельство СССР
№ 478391, кл. С 11 D 1/12, 1972.

3. Патент США № 2987183,
кл. 209-166, 1961 (прототип).

(54) (57) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОВЕРХ-
НОСТНО-АКТИВНОГО ВЕЩЕСТВА путем
омыления кубовых остатков от ректи-
фикации таллового масла - пека вод-
ным раствором щелочи при нагрева-
нии, отличающийся тем,
что, с целью упрощения процесса и
улучшения свойств целевого продук-
та, процесс ведут при 60-90°C.

(19) **SU** (11) **1065471** **A**

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения поверхностно-активного вещества, которое может быть использовано в лесохимической промышленности как заменитель жирных кислот таллового масла при флотации различных руд.

Известен способ получения поверхностно-активного вещества для антистатического покрытия полимерных материалов, заключающийся в том, что пек от ректификации таллового масла подвергают сульфированию концентрированной серной кислотой, взятой в количестве 40-120 вес.%, с последующей обработкой полученной сульфомассы водным раствором гидроксида натрия до pH 8-10 при 50-80°C [1].

Известен способ получения поверхностно-активного вещества путем сульфатирования головной фракции от ректификации таллового масла концентрированной серной кислотой на холоде с последующей нейтрализацией и омылением щелочным агентом [2].

Недостатком этих способов является необходимость проведения таких операций, как сульфирование, нейтрализация, что усложняет сам способ получения поверхностно-активного вещества.

Наиболее близким техническим решением к предлагаемому является способ получения поверхностно-актив-

ного вещества путем омыления кубовых остатков таллового масла (пека), заключающийся в том, что пек обрабатывают водным раствором щелочи при 150-180°C и давлении 1-7 атм [3].

Однако данный способ не позволяет полностью омылить ряд пеков таллового масла, как например, пек таллового масла хвойных пород, где наблюдается высокое (35%) содержание неомыляемых (нейтральных) веществ. Кроме того, применение таких высоких температур и преимущественно давлений требует использования специальных нагревателей и дополнительного оборудования.

Целью изобретения является упрощение процесса и улучшение свойств целевого продукта.

Поставленная цель достигается тем, что процесс ведут при 60-90°C.

При проведении процесса при более низких температурах (ниже 60°C) не достигается полного омыления, так как резко возрастает вязкость пека, а при более высокой температуре (выше 90°C) степень омыления падает, по-видимому, за счет реакции термической деструкции.

Следует отметить, что пек от ректификации таллового масла имеет различный состав. Составы пеков различных целлюлозно-бумажных отечественных комбинатов, а также пека, используемого в известном способе [3], приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Показатели	Братский ЛПК	Котласский ЦБК	Соломбальс- кий ЦБК	Пек прото- типа
Кислотное число, мг КОН/г	30-36	26-30	26-30	40-70
Содержание, %:				
смоляных кислот	18-26	15-22	18-26	20-30
жирных кислот	10-18	12-17	8-15	30-40
окисленных веществ	12-17	14-18	16-18	-
нейтральных веществ	30-55	30-55	32-55	30-50

Из табл. 1 видно, что пек, используемый по способу [3], имеет более высокое кислотное число и общее содержание жирных кислот.

Ниже приведены примеры омыления пека таллового масла следующего состава (кислотное число 32), %:

Жирные кислоты	13
Смоляные кислоты	20

Нейтральные вещества	55
Окисленные вещества	12

Пример 1. Навеску исходного пека (10 г) в колбе емкостью 0,25 л подогревают на водяной бане до 60°C. После нагревания вводят 40% от веса пека (4 г) 30%-ного раствора NaOH и массу перемешивают в течение 1 ч при 60°C. Концентрацию раствора доводят водой до 5%. Полу-

ченный продукт имеет общий жир 4-5% и избыточную щелочность 0,25-0,3.

Пример 2. Способ осуществляют аналогично примеру 1, но омыление пека проводят при 80°C.

Пример 3. Способ осуществляют аналогично примеру 1, но омыление пека проводят при 90°C.

Общий жир и избыточная щелочность продуктов по примерам 2-3 в тех же пределах, что и в примере 1.

Так же проводят омыление таллового пека (навеска 10 г) 30% NaOH (40% от веса пека) по способу [3] при 170°C и давлении 2,5 атм.

Данные о степени омыления приготовленных по примерам 1-3 продуктов, а также продукта по способу [3] приведены в табл. 2.

Т а б л и ц а 2

Пример 1	Пример 2	Пример 3	Способ [3]
98%	100%	99%	65%

Из табл. 2 видно, что пек по способу [3] не удается полностью омылить, тогда как согласно данному способу достигают полного омыления пека.

Поверхностное натяжение является основной характеристикой поверхностно-активных свойств. Полу-

ченные по примерам 1-3 10%-ные водные эмульсии имеют поверхностное натяжение при 20°C 25 эрг/см², по способу [3] - 62 эрг/см². Эти данные свидетельствуют о том, что поверхностно-активное вещество, полученное по данному способу, обладает улучшенными по сравнению с известным [3] поверхностно-активными свойствами.

В табл. 3 приведены данные испытания поверхностно-активных веществ, полученных по данному способу, по способу [3] и с омыленным талловым маслом при флотации фосфорита из руды Кингисеппского месторождения.

Условие А. В обесшлавленную пульпу, содержащую измельченную фосфоритовую руду, подают 0,15 кг/т жидкого стекла, 0,6 кг/т омыленного пека, 1,2 кг/т керосина. Щелочную среду создают содой - 0,84 кг/т. После агитации проводят флотацию в течение 5 мин.

Условие Б. Осуществляют аналогично условию А, но подают омыленного пека 1,0 кг/т и керосина 2,0 кг/т. Перечистные операции не проводят.

Условие В. Осуществляют аналогично условию Б, но подают пек, омыленный по способу [3].

Условие Г. Осуществляют аналогично условию Б, но подают оптимальное количество омыленного сырого таллового масла.

Т а б л и ц а 3

Условие	Наименование продуктов	Выход, %	Содержание P_2O_5 , %	Извлечение P_2O_5 , %
1	2	3	4	5
А	Концентрат	21,0	26,6	89,6
	Хвосты	77,0	0,4	4,9
	Шламы	2,0	13,5	5,5
	Исходная руда	100,0	6,7	100,0
В	Концентрат	24,8	24,3	92,1
	Хвосты	73,6	0,4	4,5
	Шламы	1,6	13,9	4,4
	Исходная руда	100,0	6,5	100,0

Продолжение табл. 3

1	2	3	4	5
В	Концентрат	22,4	16,1	56,4
	Хвосты	75,6	0,4	39,5
	Шламы	2,0	13,4	4,1
	Исходная руда	100,0	6,5	100,0
Г	Концентрат	21,4	25,77	83,7
	Хвосты	77,0	0,40	4,9
	Шламы	1,6	13,9	5,4
	Исходная руда	100,0	6,3	100,0

Из данных табл. 3 видно, что поверхностно-активное вещество, полученное по данному способу (А и Б), проявляет лучшие свойства реагента собирателя при флотации.

Аналогичные результаты получены при омылении пекон, полученных на Соломбальском ЦБК и Братском ЛПК (II), имеющих следующий состав:

Кислотное число	26	37
Содержание, %:		
жирных кислот	8	18
смоляных кислот	26	20
окисленных веществ	18	4
нейтральных веществ	48	58

Проведение процесса с этими образцами пека показано в примерах 4 и 5.

Пример 4. Навеску талового пека состава I (10 г) подогревают на водяной бане до 60°C. Затем вводят 40% от веса пека (4 г) 30%-ного раствора NaOH и массу перемешивают в течение 1 ч при 60°C. Концентрацию раствора доводят водой до 5%-ной. Полученный продукт имеет общий жир 4-5% и избыточную щелочность 0,25-0,3. Степень омыления 96%.

Пример 5. Навеску талового пека состава II (10 г) подогревают на водяной бане до 60°C, затем вводят 40% от веса пека (4 г) 30%-ного раствора NaOH и массу перемешивают в течение 1 ч при 80°C. Концентрацию раствора доводят водой до 5%-ной. Полученный продукт имеет общий жир 4-5%, избыточную щелочность 0,25-0,3, степень омыления 98%.

Полученные по примерам 4 и 5 50%-ные водные эмульсии имеют поверхностное натяжение 25 эрг/см² при 25°C.

В табл. 4 приведены результаты испытаний полученных омыленных пекон I и II. При флотации фосфонита из руды Кингисеппского месторождения.

А. I. В обесшламленную пульпу, содержащую измельченную фосфоритовую руду, подается 0,15 кг/т жидкого стекла, 0,6 кг/т омыленного по примеру 4 пека, 1,2 кг/т керосина. Щелочная среда создается загрузкой соды 0,84 кг/т. После активации проводится флотация в течение 5 мин.

А. II. Осуществляют аналогично А. I, но используют продукт, полученный по примеру 5.

В. I. Осуществляют аналогично примеру А, но подают пек состава I, омыленный по способу [3].

Таблица 4

Условия опытов	Наименование	Выход, %	Содержание P ₂ O ₅ , %	Извлечение P ₂ O ₅ , %
А. I	Концентрат	24,3	24,3	86,6
	Хвосты	73,6	1,0	10,3

Продолжение табл. 4.

УСЛОВИЯ ОПЫТОВ	Наименование	Выход, %	Содержание P_2O_5 , %	Извлечение P_2O_5 , %
А. II	Шламы	2,1	13,6	4,1
	Исходная руда	100,0	6,9	100,0
	Концентрат	21,9	28,1	90,4
	Хвосты	75,9	0,5	5,2
В. I	Шламы	2,2	13,5	4,4
	Исходная руда	100,0	6,8	100,0
	Концентрат	20,3	15,3	46,2
	Хвосты	77,6	4,2	49,5
	Шламы	2,1	13,5	4,3
	Исходная руда	100,0	6,6	100,0

Из данных табл. 4 видно, что пек, омыленный по предлагаемому способу проявляет лучшие флотационные свойства, чем пек, омыленный по известному [3], что обусловлено лучшими поверхностно-активными свойствами.

Таким образом, предлагаемый способ приводит к получению поверхност-

но-активного соединения в более мягких условиях, причем целевой продукт показывает лучшие поверхностно-активные свойства, обеспечивающие лучший эффект по степени извлечения при флотации, фосфоритовых руд.

Составитель Л. Горбачева

Редактор Т. Кугрышева Техред Т. Маточка

Корректор О. Тигор

Заказ 1107/30

Тираж 410

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4