



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11)1004450

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 29.10.80 (21) 3221208/23-04

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 15.03.83. Бюллетень № 10

Дата опубликования описания 17.03.83

(51) М. Кл.³
С 10 G 73/00

(53) УДК 547.916.
.07 (088.8)

(72) Авторы
изобретения

А. П. Ларионов и Е. М. Новаковский

(71) Заявитель

Тульский филиал Всесоюзного научно-исследовательского
и проектного института химической промышленности

ВСЕСОЮЗНАЯ

ПАТЕНТНО-

ТЕХНИЧЕСКАЯ

БИБЛИОТЕКА

(54) СПОСОБ СОВМЕСТНОГО ПОЛУЧЕНИЯ КИСЛОТНОГО МОНТАН-ВОСКА И ХРОМОВОГО ДУБИТЕЛЯ

Изобретение относится к усовершенствованному способу химической переработки природных восков, конкретно к хроматному методу рафинации, и может найти применение на заводах, производящих модифицированные бурогольные и торфяные воски.

Известен способ получения кислотного монтанвоска и хромового дубителя, который заключается в том, что сырой или обессмоленный воск окисляют соединениями шестивалентного хрома в 30-50%-ной серной кислоте. Практически реакцию проводят при мольном соотношении бихромат: серная кислота 1:(4-10). Избыточная кислота, вода и образовавшиеся хроматриевые квасцы составляют хромсульфатный отход производства (ХСО). Реакцию проводят в жидкой фазе при температуре кипения смеси. Отделение воска от ХСО производят путем отстаивания в системе жидкость - жидкость и раздельного слива слоев. В дальнейшем воск промывают сначала кислотой, затем водой. Промыв-

ную воду используют для приготовления промывной кислоты, а кислоту - для приготовления окислителя. Хромсульфатный отход (ХСО) подвергают электрохимической регенерации или перерабатывают в хромовый дубитель. При электрохимической регенерации отхода возникает проблема использования промывной кислоты (вместо одного отхода появляется другой), поэтому в промышленности находит применение способ с переработкой отхода в дубитель. Переработка заключается в том, что в отход для связывания свободной кислоты и получения соли нужной основности вводят бихромат, который восстанавливают в 3-х валентное соединение пастокой, формалином или другим восстановителем. Наибольшим спросом пользуется среднеосновный дубитель, в котором на 1 моль бихромата приходится 3 моля кислоты (основность 30-36%) [1].

Основными недостатками способа являются большой объем ХСО и дубителя на его основе, а также многостадийность

процесса. В принципе окисление можно вести при мольном соотношении бихромат: серная кислота, меньшем 1:4 и получать воск и дубитель в одну стадию. При этом уменьшается количество дубителя и расход 5 реagensов, но с уменьшением соотношения бихромат — серная кислота воск начинает растворяться в хромсульфатном растворе. Система (при температуре реакции) из двухфазной постепенно пре- 10 вращается в однофазную, и хотя окисление идет хорошо (скорость реакции в растворе выше), отделить воск от раствора (дубителя) известным способом, т.е. отстаиванием в системе жидкость — жид- 15 кость, невозможно.

Цель изобретения — упрощение процесса.

Поставленная цель достигается спосо- 20 бом совместного получения кислотного монтаи-воска и хромового дубителя, вклю- чающим стадию окисления природного вос- ка солью шестивалентного хрома в раство- ре серной кислоты при повышенной тем- пературе с последующим разделением це- 25 левых продуктов, отличительной особен- ностью которого является то, что стадию окисления проводят при мольном соотно- шении соединения шестивалентного хрома: серная кислота, равном 1:2,9—3,9 с по- 30 следующим охлаждением реакционной смеси до 72—75°C при интенсивном пе- ремешивании и разделением продуктов отстаиванием в системе твердое вещество — жидкость.

При этом получают низко- или сред- 35 неосновной хромовый дубитель непосред- ственно в процессе окисления воска. Для отделения воска от дубителя смесь охлаж- дают при интенсивном перемешивании. Растворимость воска с понижением тем- пературы падает и он кристаллизуется 40 в виде отдельных крупинок. Суспензию разделяют отстаиванием или фильтрацией. Температуру процесса разделения прини- мают 72—75°C, т.е. на 5—10°C ниже температуры каплепадения воска. При 45 меньшей температуре увеличивается вяз- кость дубителя, при большей — появляется опасность слипания частиц воска, что затрудняет разделение. В периодическом процессе получение суспензии и разделе- 50 ние ее отстаиванием можно осуществить непосредственно в реакторе окисления. Для этого по окончании окисления реак- ционную массу следует охладить при 55 включенной мешалке. После прекращения перемешивания воск как более легкий всплывает, после чего дубитель сливают, а воск промывают кислотой и водой из-

вестным способом. В непрерывном процес- се охлаждение смеси и дробление воска производят, например, в охлаждаемом двухшнековом смесителе, а разделение суспензии — на барабанном вакуум-филт- ре или центрифуге.

Предлагаемый способ полностью лик- видировать отходы производства. На одной стадии получается два готовых продук- та — кислотный воск и дубитель. Причем дубителя, в расчете на среднеосновный, получается в 1,6 раза меньше. В 1,6 8 раза сокращается расход дефицитного би- хромата и серной кислоты. Исключается из производства высокотоксичный формалин. Вследствие уменьшения объема реа- гентов на 30% увеличивается загрузка реактора по воску.

П р и м е р. В реактор объемом 2 м³ с якорной мешалкой ($n = 50$ об/мин) за- 8 грузают 500 кг обессмоленного воска (остаточное содержание смолы 4%) и 1435 кг 47% H_2SO_4 . Смесь нагревают до 100°C, после чего медленно (в те- 10 чение 3-х часов) прибавляют 60%-ный водный раствор $Na_2Cr_2O_7$ в количестве 1000 кг (мольное соотношение бихромат: серная кислота 1:2,9).

Реакцию ведут при температуре кипения 15 смеси. При этом воду, использованную для растворения $Na_2Cr_2O_7$ (400 кг), от- гоняют и используют для дальнейшего использования при водной промывке.

Общее время окисления составляет 7 ч.

По окончании реакции смесь в раство- 35 ре охлаждают до 73°C при включенной мешалке путем подачи холодной воды в рубашку аппарата и частичного испаре- ния влаги из реакционной смеси, созда- 40 нием в реакторе вакуума 150 — 200 мм рт.ст. Одновременно через реакцион- ную смесь пропускают воздух с температу- рой 15—20°C в количестве 15 м³/ч.

Время охлаждения составляет 90 мин. 45 Одновременно происходит измельчение закристаллизовавшегося воска.

После достижения температуры 73°C 50 перемешивание и подачу воздуха прекра- шают и смеси дают отстояться при этой температуре в течение 60 мин. За это время происходит полное отстаивание и разделение слоев, после чего нижний слой (дубитель) сливают, а воск промывают 55 последовательно свежей 47%-ной серной кислотой, а затем водой.

Расход кислоты на промывку 1435 кг, продолжительность промывки 1,5 я, тем- пература 110°C.

Расход воды на промывку 600 л, продолжительность 1 ч, температура 100 С.

Отделение воска от кислоты и воды производят раздельным сливом слоев после предварительного отстаивания в течение 4-х часов при температуре 110 и 95°С соответственно.

Получают 1800 кг дубителя с основностью 34%, содержанием Cr_2O_3 18% и

420 кг кислотного воска (кислотное число 108 мг КОН) г, число омыления 150 мл КОН/г, температура каплепадения 78°С).

Примеры 2-4. Проводят аналогично примеру 1, изменяя соотношение бихромат: серная кислота.

В таблице приведено значение основности полученного дубителя в зависимости от соотношения бихромат - кислота.

Пример, №	Мольное соотношение $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{H}_2\text{SO}_4$	Основность дубителя, %
2	1:3,9	-3 - +3
3	1:3,7	8 - 11
4	1:3,4	20 - 22

Формула изобретения

Способ совместного получения кислотного монтажно-воска и хромового дубителя, включающий стадию окисления природного воска солью шестивалентного хрома в растворе серной кислоты при повышенной температуре с последующим разделением целевых продуктов, отличающийся тем, что, с целью упрощения процесса, стадию окисления проводят при мольном соотношении соединения шестивалентного хрома: серная

кислота, равном 1:2,9-3,9 с последующим охлаждением реакционной смеси до 72-75°С при интенсивном перемешивании и разделением продуктов отстаиванием в системе твердое вещество - жидкость.

Источники информации,

принятые во внимание при экспертизе
1. Белькевич П.И. и Голованов Н.Г. Воск и его технические аналоги. Минск, "Наука и техника", 25.09.80, с. 85-95 (прототип).

Составитель В. Жестков

Редактор Т. Парфенова

Техред Л. Пекарь

Корректор С. Шекмар

Заказ 1798/34

Тираж 501

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

Филиал ИПП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4