

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА ВЫСОКОЧИСТОГО ЛАУРИЛСУЛЬФАТА НАТРИЯ

Перистый В.А., Перистая Л.Ф.

Белгородский государственный университет

Разработаны технологический процесс и технологическая схема производства высокочистого лаурилсульфата натрия, которые заключаются в сульфатировании лаурилового спирта хлорсульфоновой кислотой, вакуумировании сульфомассы и ее нейтрализации водно-ацетоновым раствором едкого натра, отделении от минеральных солей с последующей ступенчатой кристаллизацией лаурилсульфата натрия.

Введение

Лаурилсульфат натрия является типичным анионным поверхностно-активным веществом (ПАВ) и применяется в качестве моющего и очищающего средства в рецептурах шампуней, зубных паст, кремов и т.д. [1,2,3,4]. В последние годы лаурилсульфат начал применяться в качестве диагностического препарата при медико-биологических исследованиях, а также в качестве ПАВ, повышающего прочность гальванопокрытий, например, на аппаратуре непрерывной разливки стали, где требуется не только высокая жаро- и механическая прочность, но и устойчивость к резким перепадам температур [5,6]. При использовании по новым направлениям к лаурилсульфату натрия предъявляются высокие требования относительно химической чистоты. Именно эти особо жесткие требования к качеству и обусловили необходимость разработки соответствующей специфической технологии получения высокочистого лаурилсульфата натрия. Проведенные химико-технологические исследования имели следующую направленность:

1. Усовершенствование традиционной технологии сульфатирования лаурилового спирта с целью получения такого «сырого» лаурилсульфата натрия, дальнейшая очистка которого была бы простой, технологичной и позволяла бы выделить высокочистый кондиционный продукт.

2. Непосредственная разработка технологии очистки «сырого» лаурилсульфата от примесей.

3. Создание простой и конкурентноспособной технологической схемы производства на основании анализа и обобщения результатов исследований.

4. Монтаж опытно-производственной установки, ее освоение и серийный выпуск лаурилсульфата натрия.

1. Сульфатирование лаурилового спирта

Главная задача усовершенствования данной стадии производства заключалась в том, чтобы достичь максимальной глубины сульфатирования при минимальном содержании как продуктов побочных реакций, так и примесей в получаемой сульфомассе. Как показали опыты, в наибольшей степени поставленная цель достигалась при применении в качестве сульфоагента хлорсульфоновой кислоты (по сравнению с серным ангидридом, олеумом, серной и сульфаминовой кислотами и даже по сравнению с комплексами серного ангидрида с диоксаном, пиридином и т.д.). С использованием хлорсульфоновой кислоты в качестве сульфоагента были выполнены исследования, на основании которых была предложена следующая технология сульфатирования.

1.1. С целью удаления следов влаги исходный лауриловый спирт подвергался вакуумированию при температуре 140-150°C и остаточном давлении 10-15 мм.рт.ст. Необходимость этой операции была обусловлена тем, что даже при содержании влаги в пределах 0,15-0,20% масс., глубина сульфатирования снижалась на 2,5-3,0%.

1.2. Исходная товарная хлорсульфоновая кислота очищалась от примесей серной кислоты, хлористого сульфурила, пиросульфурилхлорида, соединений железа, никеля и т.д. путем ее перегонки на специальной установке. При этом отбиралась дистиллированная хлорсульфоновая кислота, выкипающая в интервале 155-160°C.

1.3. Сульфатирование лаурилового спирта при равномерной скорости подачи хлорсульфоновой кислоты, эффективном перемешивании трехлопастной пропеллерной мешалкой и при следующих основных параметрах процесса:

- молярное соотношение лауриловый спирт: хлорсульфоновая кислота равное 1,00 : (1,07-1,10);
- температура процесса: начальная 44-45°C при постепенном понижении в течение 60-70 минут до 37-38°C.

1.4. Удаление хлороводорода, растворенного в полученной сульфомассе, путем ее вакуумирования при перемешивании, температуре 35-40°C и при постепенном снижении давления в течение ~15 минут от атмосферного до 30-35 мм.рт.ст.

2. Выделение и очистка лаурилсульфата натрия

Экспериментальная проверка известных методов выделения и очистки лаурилсульфата натрия показала, что им присущи сложность и громоздкость, связанные с необходимостью применения больших количеств растворителей.

С целью создания более простого и эффективного метода нами ранее были разработаны физико-химические основы процесса очистки [7], реализация которых на практике позволила разработать технологию, суть которой приведена ниже.

2.1. Отвакуумированную сульфомассу нейтрализовали до pH=8,5 водно-ацетоновым раствором едкого натра. Концентрация ацетона и температура процесса были подобраны таким образом, чтобы лаурилсульфат натрия и несulfатированные вещества растворялись полностью, а минеральные соли не растворялись и выпадали бы в осадок.

2.2. Фильтрация нейтрализованной сульфомассы, при температуре 45-50°C от минеральных солей – хлорида и сульфата натрия и от возможных следов гидроксида железа.

2.3. Ступенчатая кристаллизация лаурилсульфата натрия при охлаждении отфильтрованной нейтрализованной сульфомассы до конечной температуры минус 4-7°C и выделение выпавших кристаллов лаурилсульфата путем фильтрования.

2.4. Промывка кристаллического лаурилсульфата натрия от следов несulfатированных веществ чистым ацетоном с последующей сушкой готового продукта.

3. Описание технологической схемы производства высокочистого лаурилсульфата натрия (рисунок 1)

В эмалированный или нержавеющей (1X18H10T) сульфуратор (поз.2), снабженный охлаждающей рубашкой, скоростной пропеллерной трехлопастной мешалкой (n=400 об/мин), загружали 42 кг осушенного лаурилового спирта и со ско-

ростью 0,25-0,3 л/мин подавали дистиллированную хлорсульфоновую кислоту. Процесс сульфатирования протекал при температуре 45-37°C в течение 60-70 мин. Выделяющийся при этом хлороводород поступал на узел абсорбции (поз.3,4), где поглощался разбавленной соляной кислотой. В результате поглощения хлороводорода концентрация соляной кислоты повышалась от 7-8% до 25-30%. Теплота абсорбции отводилась охлаждающей водой, подаваемой в рубашку абсорбера (поз.3). Для предотвращения возможного засасывания соляной кислоты из абсорбера (поз.3) в сульфуратор (поз.2) перед абсорбером устанавливалась ловушка (поз.4) для соляной кислоты. Объем ловушки был на 20-25% больше, чем объем соляной кислоты в абсорбере (поз.3), замеренный от ее верхнего уровня до нижней кромки барботера, опущенного в соляную кислоту.

Кондиционную сульфомассу, с целью удаления (десорбции) растворенного в ней остаточного хлороводорода, подвергали вакуумированию. Хлороводород, выделяющийся в процессе десорбции, поглощали водой в циркуляционном контуре (поз.5,6,7). Вакуумирование осуществлялось при температуре 35-40°C и постепенном снижении давления в течение 15 мин до 30-35 мм.рт.ст.

Плунжерным дозирующим насосом (поз.8) отвакуумированную сульфомассу из сульфуратора (поз.2) подавали со скоростью 0,8 л/мин на нейтрализацию до pH=8,5 в нейтрализатор (поз.9), в который предварительно заливали 46,2 литра раствора едкого натра плотностью 1,25 г/см³ и 128 литров ацетона. Специфика теплового режима нейтрализации заключалась в проведении процесса при температуре кипения ацетона, т.е. при 55-57°C. Поддержание такого теплового режима осуществлялось (при отсутствии на нейтрализаторе (поз.9) охлаждающих элементов) за счет экзотермии процесса и возврата сконденсированного и охлажденного в выносном холодильнике-дефлегматоре (поз.10) ацетона. Процесс проводили при обязательном перемешивании нейтрализата якорной мешалкой, снабженной дополнительными горизонтальными лопастями для более эффективной гомогенизации. При выполнении названных условий в осадок выпадали только сульфат и хлорид натрия.

Горячий водно-ацетоновый нейтрализат отфильтровывался от выпавших в осадок сульфата и хлорида натрия на вакуумном нутч-филт্রে (поз.11) при обязательном поддержании температуры не ниже 45-50°C.

Кристаллизацию лаурилсульфата натрия проводили в кристаллизаторе (поз.13). С целью полу-

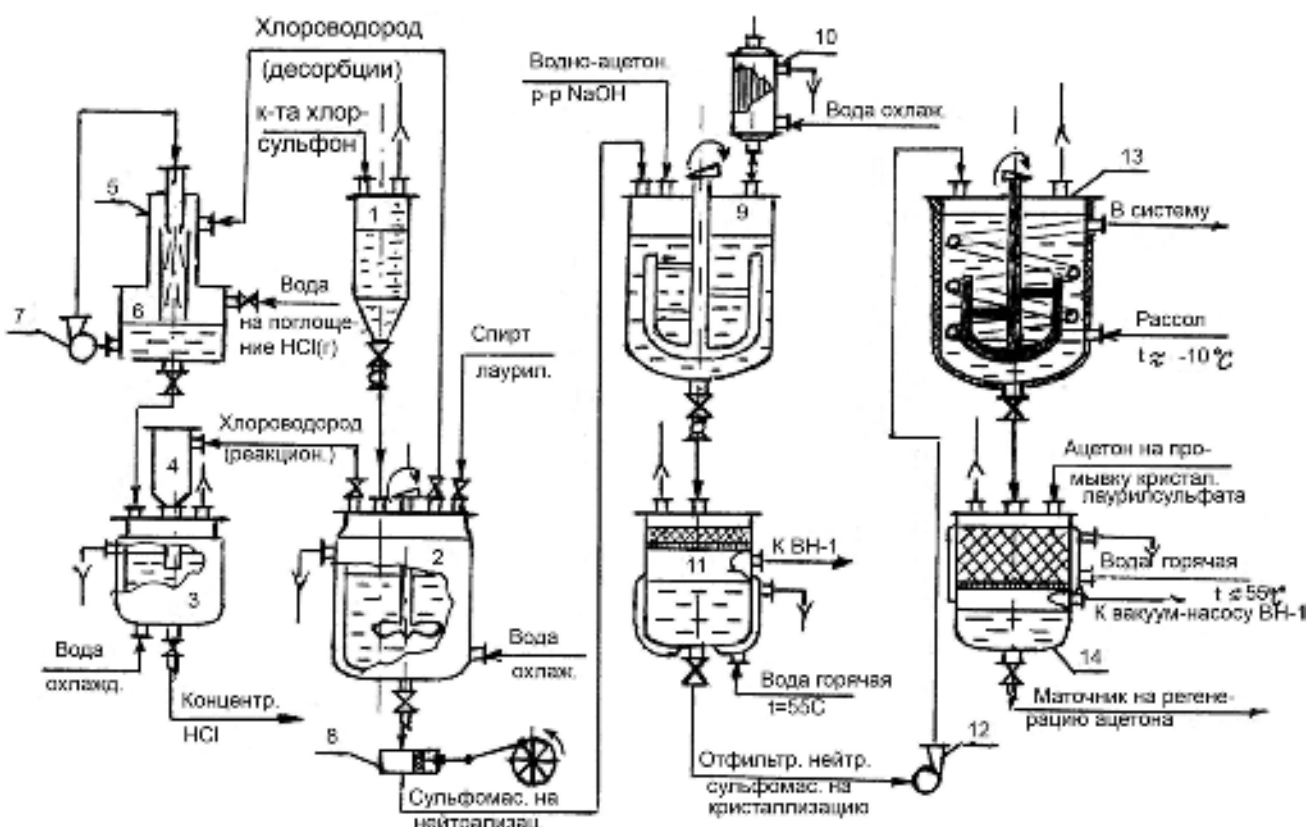


Рис.1. Принципиальная технологическая схема производства лаурилсульфата натрия: 1 – Мерник-дозатор; 2 – Сульфуратор; 3 – Абсорбер; 4 – Ловушка; 5 – Вакуум-насос эжекционный; 6 – Сборник разбавленной соляной кислоты; 7 – Насос ц/б циркуляционный; 8 – Насос-дозатор; 9 – Нейтрализатор; 10 – Холодильник-дефлегматор; 11.14 – Нутч-фильтры; 12 – Насос ц/б; 13 – Кристаллизатор.

чения химически чистых кристаллов, свободных от присутствия несультатированных веществ и остатков минеральных солей, процесс проводили в три этапа: на первом этапе при перемешивании со скоростью 12 об/мин осуществляли охлаждение отфильтрованного нейтрализата при помощи рассола с температурой минус 10°C. При скорости охлаждения 2-3°C/мин этот этап протекал в течение 10-12 мин. На втором этапе, когда температура снижалась до 20-25°C и водно-ацетоновый раствор был близок к состоянию насыщения, вводили «затравку» начала кристаллизации – 300г кристаллического лаурилсульфата натрия, и скорость охлаждения снижалась до 0,5-0,7°C/мин. Выращивание кристаллов на этом этапе осуществлялось в течение часа. Третий этап – 2-3-х часовая выдержка при температуре минус 4-7°C. Все три этапа кристаллизации сопровождались постоянным перемешиванием с целью предотвращения образования сплошной твердой массы вместо подвижной пульпы.

Образовавшаяся при кристаллизации водно-ацетоновая пульпа отфильтровывалась на вакуумном нутч-филт্রে (поз.14). Кристаллы лаурилсульфата промывались 200-ми литрами ацетона. При

этом для поддержания температуры процесса промывки в пределах 30-35°C, температура поступающего ацетона составляла около 45°C. Промытые кристаллы высушивали, а маточную жидкость соединяли с промывным ацетоном и после регенерации направляли на стадию нейтрализации, т.е. в цикл. Потери ацетона при этом составляли не более 3-5%, в основном за счет образования в результате альдольной конденсации окиси мезитила.

Выход кондиционного лаурилсульфата натрия составлял 42,5кг или 76% от стехиометрии.

Выводы

1). На основе разработанной технологии и технологической схемы на базе технопарка Белгородского госуниверситета была создана опытно-производственная установка, выпускающая лаурилсульфат натрия, который по качеству превосходил препараты, получаемые как по отечественным, так и по зарубежным технологиям [7].

2). Было выработано ~300кг высококачественного лаурилсульфата натрия, который успешно применялся на Белорусском металлургическом за-

воде (г. Жлобин) и на АО «Диакон-Синтеко» (г. Москва).

Данная технология (способ) запатентована [8].



Библиография

1. Войцеховская А.Л., Вольфензон И.Н. Косметика сегодня. // М.:Химия, 1988г.
2. Шварц А.Г. Поверхностно-активные вещества и моющие средства. - М.:ИЛ, 1960г.
3. Абрамзон А.А., Бочаров В.В., Гаевой Г.М. Поверхностно-активные вещества. – Справочник. - Л.:Химия, 1979г.
4. Герд, Кутц Косметические кремы и эмульсии: состав, получение, методы испытаний. // Пер. с нем. Под ред. Плетнева М.Ю.М.: Косметика и медицина, 2004.
5. Патент РФ № 2.159.422, опубликован 20.11.2000г.
6. Патент РФ № 2.054.173, опубликован 10.02.1976г.
7. Перистый В.А., Перистая Л.Ф., Шаповалов И.В. Разработка физико-химических основ технологического процесса очистки лаурилсульфата натрия. // Химическая промышленность сегодня. - 2006г. - № 9. - С.17-20
8. Перистый В.А. Способ получения лаурилсульфата натрия. // Патент РФ № 2.271.351., опубликован 10.03.2006г.

ПОДПИСНОЙ КУПОН

Прошу оформить подписку на журнал «Химическая промышленность сегодня»
на первое полугодие 2008 года.

Количество экземпляров _____

ФИО _____

Организация _____

Почтовый адрес _____

Тел./Факс _____

К купону прилагается копия платежного поручения
№ _____ от (дата) _____ на сумму _____

Стоимость подписки с доставкой по России на 2008 г.
(12 номеров) 4680 руб.

(6 номеров) 2340 руб.

Порядок подписки:

Переведите на расчетный счет ООО «Химпром сегодня»
соответствующую сумму.

БАНКОВСКИЕ РЕКВИЗИТЫ ДЛЯ ОПЛАТЫ ПО БЕЗНАЛИЧНОМУ РАСЧЕТУ

ООО «Химпром сегодня»

р/сч. 40702810238320101649

Сбербанк России ОАО, г. Москва

Марьиноорошинское ОСБ № 7981

ИНН 7707280475

БИК 044525225

К/с 30101810400000000225

Адрес редакции:

Россия, 125047, Москва А-47

Миусская пл., 9

РХТУ им. Д.И. Менделеева

ООО «Химпром сегодня»

Тел. 8-(499) 978-49-47

Факс 8-(499) 978-89-49