

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

51706

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 03.I.1964 (P 103 383)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.VII.1966

Kl. 1 c, 8/01

MKP B 03 d

1/06

UKD

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Barbara Sielużycka, mgr Jerzy Sielużycki, mgr inż. Irena Szymańska

Właściciel patentu: Centralne Laboratorium Kopalnych Surowców Chemicznych, Warszawa (Polska)

BIBLIOTEKA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej

Sposób otrzymywania syntetycznego oleju flotacyjnego

1

Naturalny olej sosnowy, służący jako olej flotacyjny, otrzymuje się jako jeden z produktów destylacji ekstraktu karpiny sosnowej. Ekstrakt karpiny sosnowej, przeważnie benzynowy, przerabia się na drodze frakcjonowanej destylacji, przy czym w pierwszej kolejności odpędza się rozpuszczalnik, a następnie odbiera frakcję terpentynową, składającą się głównie z alfa-pinenu i innych nisko wrzących terpenów, występującą w handlu pod nazwą terpentyny ekstrakcyjnej. Dalszą frakcją jest olej sosnowy, a pozostałość stanowi kałafonia.

Olej sosnowy, będący mieszaniną terpenów i alkoholi terpenowych jedno-, dwu- i trzyczłonowych, występujących w ilości 40—60%, jest stosowany jako bardzo dobry środek pianotwórczy w procesach flotacyjnych. Używany jest on również do produkcji środków dezynfekcyjnych oraz jako jeden z surowców do produkcji wodzianu terpinu.

Ze względu na brak oleju sosnowego usiłowano otrzymać olej flotacyjny na drodze chemicznego przerobu terpentyny.

Znany jest sposób otrzymywania oleju flotacyjnego z terpentyny przez przeprowadzenie zawartych w niej terpenów w alkohole terpenowe działaniem kwasu solnego i następnie wymianę chloru na grupę wodorotlenową działaniem nadmiaru wody wapiennej w podwyższonej temperaturze i przy podwyższonym ciśnieniu. Sposób ten jest kosztowny z powodu znacznego zużycia kwasu

2

solnego i konieczności stosowania aparatury ciśnieniowej.

Znane są również sposoby otrzymywania poszczególnych alkoholi wchodzących w skład oleju flotacyjnego, przede wszystkim zaś alfa-terpineolu, który produkuje się do celów perfumeryjno-kosmetycznych, działając na terpentynę lub jej frakcję mieszaniną kwasów mrówkowego i ortofosforowego w temperaturach nie przekraczających 45°C przez 8 godzin, zmydlenie powstałych estrów i poddanie mieszaniny poreakcyjnej frakcjonowanej destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem.

Wszystkie proponowane sposoby prócz długich czasów reakcji i niskich, nie przekraczających 40°C temperatur, postulują jeszcze stosowanie do syntezy bezwodnych lub bardzo silnie stężonych kwasów organicznych z niewielkim dodatkiem kwasu siarkowego. W zależności od użytego surowca, którym może być określony związek wydzielony z terpentyny, jak pinen, dwupenten, limonen itp., z produktów reakcji, po uprzednim zmydleniu, można wydzielić określony alkohol terpenowy.

Alkohole terpenowe są związkami powierzchniowo aktywnymi, lecz stosowanie ich w czystej formie, w charakterze odczynnika flotacyjnego, byłoby całkowicie nieopłacalne ze względu na zbyt wysoką cenę.

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania oleju flotacyjnego z terpentyny, na drodze chemicznego przerobu, polegającego na przeprowadzeniu zawartych w terpentynie terpenów w mieszaninę alkoholi i estrów terpenowych.

Sposób według wynalazku polega na działaniu na terpentynę mieszaniną kwasu organicznego (korzystnie mrówkowego lub octowego), kwasu mineralnego (korzystnie fosforowego lub siarkowego) i wody przy zachowaniu stosunku wagowego mieszaniny (2,5—3) : (0,5—1) : (1,6—2,5), przy czym na 10 części wagowych terpentyny stosuje się 4,6—6,5 części wagowych wymienionej mieszaniny. Mieszaninę substratów miesza się intensywnie w czasie nieprzekraczającym 3 godziny, utrzymując temperaturę 55—70°C.

Poreakcyjna mieszanina składa się z dwóch samorzutnie rozdzielających się faz: wodnej i olejowej.

Fazę wodną, zawierającą $\frac{3}{4}$ kwasu organicznego i $\frac{2}{3}$ wody w stosunku do ilości wprowadzonych do reakcji oraz praktycznie cały kwas mineralny, zwraca się do procesu.

Faza olejowa zawiera nieprzereagowane węglowodory terpenowe, powstałe w wyniku reakcji alkohole i estry terpenowe oraz rozpuszczony kwas organiczny. Po usunięciu tego ostatniego przez oddestylowanie lub przez wymycie wodą, faza olejowa stanowi syntetyczny olej flotacyjny jako gotowy produkt, zbliżony pod względem właściwości do naturalnego oleju sosnowego. Sumaryczna zawartość w nim związków flotacyjnie aktywnych wynosi około 34—50%. Do flotacji 1 t rudy stosuje się 100—120 g tego oleju.

Sposobem według wynalazku można również działać wyżej wymienioną mieszaniną kwasów i wody na pinenową frakcję terpentyny, wrzącą w temperaturze 40—52° pod ciśnieniem 10 mm słupa rtęci. Proces prowadzi się podobnie jak w przypadku stosowania terpentyny, z tą różnicą, że ilość zastosowanej mieszaniny kwasów i wody jest trzykrotnie wyższa.

Olej flotacyjny otrzymany z frakcji pinenowej zawiera do 90% aktywnych związków flotacyjnych i jest znacznie wydajniejszy niż naturalny olej sosnowy. Do flotacji 1 t rudy stosuje się 40—70 g tego oleju.

Sposób według wynalazku odznacza się prostotą technologii i wysoką wydajnością urządzeń produkcyjnych, wynikającą z szybkiego przebiegu reakcji. Zużycie materiałów pomocniczych jest niskie, a energii cieplnej i mechanicznej znikome.

Przykład. 1000 kg terpentyny siarczanowej poddano działaniu mieszaniny 260 kg kwasu octowego, 58 kg kwasu siarkowego i 200 kg wody, w warunkach energicznego mieszania w przeciągu 150 minut w temperaturze 65°C. Po rozdzieleniu dwóch warstw, z górnej warstwy oleju, po przemyciu 600 kg wody, otrzymano 1080 kg syntetycznego oleju flotacyjnego. Warstwę wodną o składzie 185 kg kwasu octowego, 58 kg kwasu siarkowego i 170 kg wody zwrócono do procesu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania syntetycznego oleju flotacyjnego z terpentyny, **znamienny tym**, że na terpentynę, lub frakcję pinenową terpentyny wrzącą w temperaturze 40—52°C pod ciśnieniem 10 mm Hg działa się w ciągu poniżej trzech godzin w temperaturze 55—70°C mieszaniną organicznego kwasu (korzystnie mrówkowego lub octowego), kwasu mineralnego (korzystnie fosforowego lub siarkowego) i wody, zawierającą poszczególne składniki w stosunku wagowym (2,5—3) : (0,5—1) : (1,6—2,5), przy czym na 10 części wagowych terpentyny stosuje się 4,6—6,5 części wagowych wymienionej mieszaniny, a na 10 części wagowych pinenowej frakcji terpentyny stosuje się trzykrotnie więcej tej mieszaniny, po czym oddziela się górną warstwę, z której, po usunięciu resztek kwasów na drodze przemycania lub destylacji, otrzymuje się olej flotacyjny.