



СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1351925 A1

(51) 4 C 07 C 154/02, B 03 D 1/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(21) 4083376/31-04

(22) 30.06.86

(46) 15.11.87. Бюл. № 42

(71) Уральский лесотехнический институт им. Ленинского комсомола и Среднеуральский медеплавильный завод

(72) Б.Н.Дрикер, Г.И.Мальцев, Л.С.Кашин, Ю.С.Тумашов, В.Л.Калинин, Ю.К.Ачаев и Г.М.Обизюк

(53) 547.549.07 (088.8)

(56) Органические флотореагенты: Сб. научно-иссл. работ ГИПХ.- Л., 1936, в.30, с.47-52.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БУТИЛКСАНТОГЕНАТА КАЛИЯ

(57) Изобретение касается серусодержащих веществ, в частности получения бутилксантогената калия (БК), применяемого при обогащении руд цветных металлов. Для повышения выхода БК в реакции бутанола с КОН с ксантогенированием, кристаллизацией и отделением маточного раствора последний используют в количестве 27-54 мас.% (от массы бутанола, полученного после ксантогенирования) на первой стадии. Способ обеспечивает повышение выхода БК с 73 до 84% при утилизации маточного раствора и снижении расхода исходных веществ. 2 табл.

(19) SU (11) 1351925 A1

Изобретение относится к усовершенствованному способу получения бутилксантогената калия, который находит применение при обогащении руд цветных металлов.

Целью изобретения является повышение выхода целевого продукта и эффективности процесса, что достигается проведением первой стадии взаимодействия спирта и щелочи в присутствии маточного раствора, полученного после второй стадии ксантогенирования в количестве 27-54 мас.% от массы спирта.

Пример. Получение бутилалкоголята калия $C_4H_9OH + KOH = C_4H_9OK + H_2O$.

Едкое кали в количестве 192 кг добавляли в алкоголятор при работающей мешалке, куда предварительно заливали 228 кг (284 дм³) бутилового спирта и 61 кг (27%) маточного раствора, получающегося при обезвоживании ксантогената. Состав маточного раствора следующий, мас.%: $C_4H_9OCS_2K$ 15,0; K_2SO_3 0,32; K_2S 10,1; $K_2S_2O_3$ 2,2; K_2CO_3 6,8; C_4H_9OH 11,0; H_2O 54,58; плотность 1,22 г/см³. В алкоголяторе реакционная масса тщательно перемешивалась в течение 30 мин до получения алкоголята калия в количестве 340-350 кг (455-505 дм³).

Синтез бутилксантогената калия $C_4H_9OK + CS_2 + H_2O = C_4H_9OCS_2K + H_2O$.

Алкоолят после охлаждения до 60°C загружали в реактор, куда подавали сероуглерод в количестве 280 кг (230 дм³), смесь перемешивали 30 мин, затем проводили отгонку летучих веществ при температуре 40°C и вакууме 0,5 атм в течение 35 мин.

По окончании отгонки летучих веществ реакционную смесь, содержащую 493-544 кг $C_4H_9OCS_2K$, охлаждали до 250°C и транспортировали сжатым воздухом в бак-питатель отделения центрифуг. Процесс обезвоживания ксантогената на центрифугах типа АГ-1800 осуществляли в течение 40 мин, при этом кристаллический бутилксантогенат в количестве 441-492 кг отделялся от маточного раствора.

Полученный бутилксантогенат направляли на склад готовой продукции, а маточный раствор - отход производства - собирали в баке-сборнике, и по мере накопления перекачивали на

стадию получения бутилалкоголята калия.

Выход бутилксантогената калия кристаллического составил 76,2-84,8% от теоретически возможного.

В примерах 2 - 7 получение бутилксантогената калия осуществляли аналогично примеру 1, причем маточный раствор - отход производства бутилксантогената - заливали в алкоголятор в следующих количествах: в примере 2 49 кг (40 дм³ или 21%); в примере 3 73 кг (60 дм³); в примере 4 85,5 кг (70 дм³); в примере 5 97,5 кг (80 дм³), в примере 6 122 кг (100 дм³); в примере 7 146 кг (120 дм³ или 65%).

Удельный расход бутилового спирта, сероуглерода, маточного раствора для получения 1 т кристаллического бутилксантогената калия, а также выход целевого продукта представлены в табл.1.

Как видно из результатов, представленных в табл.1, при использовании в описываемом способе маточного раствора - отхода производства бутилксантогената калия - на стадии взаимодействия бутилового спирта и едкого кали снижается удельный расход исходных реагентов для получения 1 т целевого продукта за счет уменьшения скорости протекания побочных реакций образования тиокарбонатов, сульфидов, карбонатов щелочных металлов, которые имеют место при взаимодействии свободной щелочи с бутилксантогенатом калия. Заметно увеличивается выход целевого продукта до 83,4-84,8% от теоретически возможного. Кроме того, предотвращается загрязнение воздушного бассейна за счет утилизации части маточного раствора.

Многократное использование маточного раствора показало, что последний значительно изменяет свой состав, который стремится к определенному равновесию по содержанию продуктов побочных реакций разложения бутилксантогената калия (табл.2).

Как следует из данных табл.2, к 8-10-му циклу состав маточного раствора стабилизируется. При этом значительно сокращается содержание продуктов побочных реакций разложения целевого продукта - тиокарбонатов, сульфидов и карбонатов. Применение предлагаемого способа позволит до-

полнительно за счет увеличения выхода целевого продукта получить около 200 т бутилового ксантогената в год.

Таким образом, предлагаемый способ обеспечивает повышение выхода целевого продукта до 84% и эффективность процесса за счет утилизации части маточного раствора и снижения расхода исходных реагентов.

Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

Способ получения бутилксантогената калия взаимодействием бутилового

спирта с гидроокисью калия с последующей обработкой бутилалкоголята калия сероуглеродом, кристаллизацией и отделением маточного раствора, о т л и ч а ю щ и й с я тем, что, с целью повышения выхода целевого продукта и эффективности процесса, стадию взаимодействия бутилового спирта с гидроокисью калия проводят в присутствии маточного раствора в количестве 27-54 мас.% от массы бутилового спирта.

Т а б л и ц а 1

Удельный расход сырья при получении бутилксантогената калия

Способ получения	Бутиловый спирт, кг/т	Едкое кали, кг/т	Сероуглерод, кг/т	Маточный раствор, кг(дм ³)%	Выход целевого продукта, %
Известный	537	453	637	0	73,1
Предлагаемый					
Пример 1	515	434	611	61(50)27	76,2
Пример 2	537	453	637	49(40)21,5	73,0
Пример 3	493	415	584	73(60)32,5	79,7
Пример 4	463	390	549	85,5(70)38	84,8
Пример 5	471	397	558	97,5(80)43	83,4
Пример 6	484	408	574	122(100)54	81,1
Пример 7	537	453	637	146(120)65	72,9

Изменение количественного состава маточного раствора
в зависимости от числа циклов процесса получения
бутилксантогената калия

Способ получения	$C_4H_9OC_2K$, %	C_4H_9OH , %	K_2S , %	K_2SO_3 , %	K_2CO_3 , %	$K_2S_2O_3$, %	Выход це- левого продукта, %
Известный	15,0	11,0	10,1	0,32	6,8	2,2	73,1
Предлагаемый							
Цикл 1	14,7	8,1	8,3	0,28	4,9	1,8	84,4
2	14,9	6,8	7,6	0,24	3,8	1,7	84,6
3	14,7	5,1	7,1	0,21	2,9	1,5	84,4
4	14,9	3,2	6,9	0,18	2,5	1,3	84,9
5	15,0	2,1	6,8	0,16	1,9	1,0	84,7
6	14,9	1,1	6,6	0,15	1,2	0,8	84,4
7	14,7	0,7	6,6	0,13	1,0	0,6	84,5
8	14,8	0,5	6,5	0,12	0,9	0,4	84,6
9	14,7	0,5	6,5	0,11	0,8	0,3	84,4
10	14,7	0,5	6,4	0,11	0,8	0,3	84,4

Редактор Э.Слиган

Составитель Т.Власова
Техред Л.Сердюкова

Корректор М.Максимишинец

Заказ 5537/20

Тираж 372

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

Производственно-полиграфическое предприятие, г.Ужгород, ул.Проектная, 4