



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2004123752/04, 02.08.2004

(24) Дата начала действия патента: 02.08.2004

(45) Опубликовано: 27.10.2005 Бюл. № 30

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: DE 3447029 A1, 26.06.1986.
DE 3833033 A1, 05.04.1990.
RU 2029001 C1, 20.02.1995.
RU 2152264 C1, 10.07.2000.
SU 566828 A1, 30.07.1977.
US 5166413 A, 24.11.1992.
US 3291821 A, 13.12.1966.
US 4225726 A, 30.09.1980.

Адрес для переписки:

614055, г.Пермь, ул. Промышленная, 98, ЗАО
"Сибур-Химпром", Лихачевой И.Н.

(72) Автор(ы):

Мерзляков С.В. (RU),
Школьник А.Е. (RU),
Шперкин М.И. (RU),
Хомяков А.В. (RU),
Елькин А.Л. (RU),
Зарипов М.С. (RU),
Бондаренко Г.И. (RU),
Титков С.Н. (RU),
Коноплев Е.В. (RU),
Кудинов А.В. (RU)

(73) Патентообладатель(ли):

Закрытое акционерное общество "Сибур-
Химпром" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ РЕАГЕНТА-ВСПЕНИВАТЕЛЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к
усовершенствованному способу получения
реагента-вспенивателя для флотации руд,
представляющего собой смесь из 2,2,4-
триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата
(синоним - 2,2,4-триметил-3-пентанол-1-
изобутират) и 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 с
содержанием последнего от 6 до 45 мас.%. Данную
смесь получают методом сложноэфирной
конденсации изомасляного альдегида в
присутствии водного раствора гидрата окиси
натрия в трубчатом реакторе при нагревании с
последующим разделением реакционной смеси на
углеводородную часть и водный раствор гидрата

окиси натрия, с промывкой водой углеводородной
части и выделением из нее методом ректификации
целевого продукта и непрореагировавшего
изомасляного альдегида, причем коэффициент
рециркуляции реакционной смеси находится в
пределах 0,6-10. Технический результат:
повышение скорости синтеза, уменьшение
энергоемкости процесса, снижение на 20-30%
расхода изомасляного альдегида за проход на
тонну готового продукта, возможность получения
вспенивателя с широким диапазоном содержания в
нем диола, применение полученного продукта в
качестве вспенивателя увеличивает извлечение
флотируемого материала во флотационный
концентрат. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21), (22) Application: 2004123752/04, 02.08.2004

(24) Effective date for property rights: 02.08.2004

(45) Date of publication: 27.10.2005 Bull. 30

Mail address:

614055, g.Perm', ul. Promyshlennaja, 98, ZAO
"Sibur-Khimprom", Likhachevoj I.N.

(72) Inventor(s):

Merzljakov S.V. (RU),
Shkol'nik A.E. (RU),
Shperkin M.I. (RU),
Khomjakov A.V. (RU),
El'kin A.L. (RU),
Zaripov M.S. (RU),
Bondarenko G.I. (RU),
Titkov S.N. (RU),
Konoplev E.V. (RU),
Kudinov A.V. (RU)

(73) Proprietor(s):

Zakrytoe aktsionernoe obshchestvo "Sibur-
Khimprom" (RU)

(54) METHOD OF PRODUCTION OF A REACTANT-FOAMER

(57) Abstract:

FIELD: mining; chemical industry; methods of production of a reactant-foamer.

SUBSTANCE: the invention is pertaining to the improved method of production of a reactant-foamer used for flotation of the ores and representing a mixture of 2.2.4-trimethylpentadiol - 1.3-monoisobutyrate (a synonym - 2.2.4-trimethyl-3-pentanol-1-isobutyrate) and 2.2.4-trimethylpentadiol -1.3 with the share of the latter from 6 up to 45 mass %. The given mixture is produced by a method of an esters condensation of an isobutyric aldehyde at presence of a water solution of sodium hydrate in the tubular reactor at heating with the subsequent fragmentation of the reaction mixture into a hydrocarbon part and a water solution of sodium hydrate, the water flushing a hydrocarbon part and extraction from it by a method of a rectification of a target product and the

unreacted isobutyric aldehyde. At that and the recyculation factor of the reaction mixture lays within the limits of 0.6-10. The technical result is an increased speed of the synthesis, decreased power input of the process, decreased (by 20-30 %) consumption of isobutyric aldehyde per a pass per one ton of the target product, a possibility of production of the reactant-foamer with a broad range of the share of diol in it, application of the produced product as the reactant-foamer increases extraction of the floatable material in a flotation concentrate.

EFFECT: the invention ensures an increased speed of the synthesis, a decreased power input and consumption of isobutyric aldehyde, production of the reactant-foamer with a different share of diol in it, increases extraction of the floatable material in the flotation concentrate.

1 tbl, 3 ex

Изобретение относится к технологии получения смеси гликолевых эфиров, например 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата (синоним - 2,2,4-триметил-3-пентанол-1-изобутират) и двухатомных спиртов 2,2,4-триметилпентадиол-1,3 в качестве реагента-вспенивателя.

5 Известно применение в качестве реагента-вспенивателя гликолевых эфиров, например - 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата (синоним - 2,2,4-триметил-3-пентанол-1-изобутират), выпускаемого по ТУ 38-05767858-05-94, показавшего более высокую эффективность по сравнению с такими известными вспенивателями, как Оксаль, сосновое масло и т.п. (патент RU 2152264 C1).

10 Известна технология получения 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата непрерывным способом сложноэфирной конденсации изомасляного альдегида в присутствии водного раствора гидрата окиси натрия в трубчатом реакторе при нагревании с последующим разделением реакционной смеси на углеводородную часть и водный раствор гидрата окиси натрия и выделением из углеводородной части методом
15 ректификации целевого продукта и непрореагировавшего изомасляного альдегида (патент DE 3447029 A1 - прототип). Выход продукта, получаемого по данной технологии, составляет 34,3-49,6 мас.% с содержанием диола 11,4-19,8 мас.%.

Другая известная технология получения 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата непрерывным способом сложноэфирной конденсации изомасляного альдегида в
20 присутствии водного раствора гидрата окиси натрия в трубчатом реакторе при нагревании с последующим разделением реакционной смеси на углеводородную часть и водный раствор гидрата окиси натрия и выделением из углеводородной части методом ректификации целевого продукта и непрореагировавшего изомасляного альдегида предусматривает возвращение части реакционной смеси из реактора на его вход (патент
25 DE 3833033 A1). Выход получаемого продукта составляет 16,0-30,6 мас.% с содержанием диола 0,1-1 мас.%.

Недостатком известной технологии получения данного реагента-вспенивателя является повышенная энергоемкость и значительные удельные расходы сырья. Кроме того, известная технология не позволяет получать готовый продукт с изменением содержания в
30 нем диолов в широком диапазоне концентраций, что сдерживает расширение области его применения.

Целью изобретения является разработка способа получения смеси 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата (синоним - 2,2,4-триметил-3-пентанол-1-изобутират) и 2,2,4-триметилпентадиола-1,3, обеспечивающего снижение энергоемкости и
35 удельного расхода сырья, а также позволяющего получать продукт с широким диапазоном содержания в нем диолов (от 6 до 45 мас.%). Это создает условия для уменьшения затрат на производство и применение смеси моногликолевых эфиров и диолов в качестве вспенивателя при флотационной переработки горнорудного сырья.

По известному и предлагаемому способам были проведены опыты по синтезу смеси моногликолевого эфира и диола на установке ЗАО «Сибур-Химпром». Сложноэфирную конденсацию изомасляного альдегида проводили в непрерывном трубчатом реакторе в присутствии водного раствора гидрата окиси натрия концентрации 20 мас.% при нагревании до температуры 80°C с последующим разделением реакционной смеси на
45 углеводородную часть и водный раствор гидрата окиси натрия, с промывкой водой углеводородной части и выделением из нее методом ректификации целевого продукта и непрореагировавшего изомасляного альдегида. Массовое соотношение изомасляный альдегид водный раствор щелочи составлял 10:1.

Оценка технологических свойств продуктов, полученных по известной и заявляемой технологиям, в качестве вспенивателя осуществлялась путем проведения флотационных
50 опытов на пробах медно-никелевой руды Ждановского и калийной руды Верхнекамского месторождений.

Опыты на медно-никелевой руде, измельченной до крупности 74 микрона, проводились при расходе собирателя (ксантогенат + аэрофлот) 180 г/т руды и 100 г/т руды

соответственно и расходе полученных реагентов-вспенивателей - 40 г/т руды.

Опыты на калийной руде, измельченной до крупности 1 мм, проводились при расходе собирателя (амин C_{16} , C_{18}) 35 г/т руды и расходе полученных реагентов-вспенивателей - 10 г/т руды.

5 Пример 1. Известный способ.

Сложноэфирную конденсацию изомасляного альдегида проводили в непрерывном режиме в трубчатом реакторе без рециркуляции при продолжительности синтеза 50 минут. Полученные пробы моногликолевого эфира были проанализированы на содержание 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 и подвергнуты флотационным технологическим испытаниям.

10 Удельный расход изомасляного альдегида за проход составил от 2,6 т/т эфира.

Пример 2. Заявляемый способ.

Сложноэфирную конденсацию изомасляного альдегида проводили в непрерывном режиме в трубчатом реакторе при коэффициенте рециркуляции реакционной смеси 0,6 - 10 (продолжительность синтеза 5 - 100 минут). Полученные пробы смеси моногликолевого эфира и диола были проанализированы на содержание 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 и подвергнуты флотационным технологическим испытаниям. Удельный расход изомасляного альдегида за проход составил от 1,3 (при времени контакта 100 минут) до 4,5 т/т продукта (при времени контакта 5 минут).

Пример 3.

20 Сложноэфирную конденсацию изомасляного альдегида проводили в непрерывном режиме в трубчатом реакторе при коэффициенте рециркуляции реакционной смеси 11 (продолжительность синтеза 120 минут). Полученные пробы смеси моногликолевого эфира и диола были проанализированы на содержание 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 и подвергнуты флотационным технологическим испытаниям. Удельный расход изомасляного альдегида за проход составил 1,3 т/т.

Результаты опытов приведены в таблице.

Как видно из представленных результатов, проведение синтеза по заявляемому способу позволяет:

- значительно увеличить скорость синтеза, что в промышленных условиях приводит к уменьшению энергоемкости;
 - снизить на 20 - 30% расход изомасляного альдегида за проход на тонну готового продукта;
 - получить продукт с широким диапазоном содержания в нем диола (от 6 до 45 мас.%);
 - получить продукт с улучшенными технологическими свойствами в качестве
- 35 вспенивателя при флотации руд. Применение продукта, полученного по заявляемому способу, в качестве вспенивателя увеличивает извлечение флотируемого материала во флотационный концентрат.

Увеличение коэффициента рециркуляции реакционной смеси более 10 нецелесообразно, т.к. улучшения качества продукта и его технологических свойств в качестве вспенивателя не происходит, а приводит только к дополнительным затратам на производство.

Способ получения смеси 2,2,4-триметилпентадиол-1,3-моноизобутирата и 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 может быть применен на химических и нефтехимических предприятиях, например ЗАО «Сибур-Химпром», и позволяет повысить потребительские свойства готовой продукции и осуществить производство реагента-вспенивателя с улучшенными флотационными свойствами для горнорудной промышленности.

Таблица

Результаты опытов по получению смеси 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 моноизобутирата и 2,2,4-триметилпентадиола-1,3 по известному и заявляемому способам и испытанию ее в качестве вспенивателя при флотации медно-никелевых руд Ждановского и калийных руд Верхнекамского месторождений

50

10

15

20

25

30

35

40

45

50