



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(11) 971095

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 13.06.80 (21) 2936504/23-04

(23) Приоритет - (32) 15.06.79

(31) 12643 A/79 (33) Италия

Опубликовано 30.10.82. Бюллетень № 40

Дата опубликования описания 30.10.82

(51) М. Кл.³

С 07 С 139/14//
С 11 D 3/34

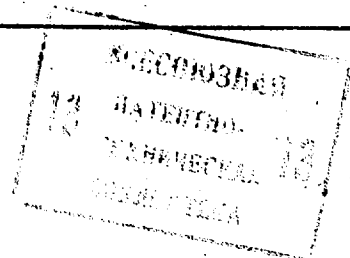
(53) УДК 547.279.
.07(088.8)

(72) Автор
изобретения

Иностранец
Джиованни Моретти
(Италия)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Баллестра Кимика С. п. А"
(Италия)



(54) СПОСОБ НЕЙТРАЛИЗАЦИИ
СУЛЬФИРОВАННЫХ СОЕДИНЕНИЙ

1

Изобретение относится к усовершенствованному способу нейтрализации сульфированных соединений, которые находят применение в производстве синтетических моющих средств.

Известен способ нейтрализации сульфированных соединений, заключающийся в том, что продукт сульфирования в одну стадию нейтрализуют щелочью [1].

Недостаток указанного способа - протекание побочных реакций в условиях процесса нейтрализации, вследствие чего целевой продукт содержит значительное количество примесей исходного спирта, сульфата натрия и кислоты.

Наиболее близким к предлагаемому является способ нейтрализации сульфированных соединений, заключающийся в том, что сульфированное соединение в первом аппарате обрабатывают нейтрализующим агентом, избыток которого нейтрализуют во втором аппарате подачей в него реакционной смеси, содержащей сульфированное соединение. Подача сульфированного соединения регу-

2

лируется по величине pH на выходе из второго аппарата, а подача нейтрализующего агента в первый аппарат - по расходу реакционной смеси во втором аппарате [2].

Недостатком известного способа является то, что технологическая схема процесса не всегда гарантирует проведение его в слабощелочной среде, что необходимо для получения продукта высокого качества. Так, если во втором реакторе оказывается избыток сульфированного соединения, который превысит емкость регулирующего клапана, то этот клапан перекрывают без дополнительного ввода нейтрализующего агента.

Цель изобретения - повышение качества целевого продукта.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу нейтрализации сульфированных соединений, заключающемуся в том, что загружают уменьшающиеся количества сульфированного соединения параллельно в несколько последовательно расположенных реакторов,

практически все количество нейтрализующего агента, необходимого и достаточного для нейтрализации, загружается в первый реактор, реакционную смесь, выходящую из каждого реактора, загружают в следующий реактор, после измерения pH потока, выходящего из по крайней мере последнего реактора, добавляют нейтрализующий агент в этот реактор в зависимости от измеренной величины pH, при этом часть потока, выводимого из по крайней мере первого реактора рециркулируют непрерывно в реактор в количестве, в 5-30 раз превышающем количество исходного вещества, вводимого в реактор, с осуществлением теплообмена в ходе рециркуляции.

Используют два реактора, причем в первый реактор загружают 95-85% сульфированного соединения, а во второй реактор вводят 5-15% этого соединения. Предпочтительно часть потока, выводимого из первого реактора, непрерывно рециркулируют обратно в первый реактор в количестве, в 10-20 раз превышающем количество сульфированного соединения, подаваемого в первый реактор. Производят измерение pH реакционной смеси, выводимой из второго реактора, и нейтрализующий агент подают во второй реактор в количестве, обусловленном измеренным значением pH.

Способ двухстадийной нейтрализации сульфокислоты заключается в использовании спиртового раствора сульфата окиси этилена, содержащего 3 моль окиси этилена, для получения продукта, имеющего 70 вес. % конечного вещества.

Пример. 419 кг/ч сульфокислоты поступают со стадии сульфирования через канал. Этот поток разделяется между двумя каналами, на первый из которых подают 85-95% всего потока сульфокислоты в первый реактор. Вся требуемая гидроокись натрия, которая в этом случае составляет около 40 кг/ч, растворенных в 171 кг/ч воды, поступает в реактор через канал. Таким образом, 85-95% реакции нейтрализации происходит в реакторе.

Насос отводит нейтрализуемую смесь с днища первого реактора и возвращает его через каналы. Производительность насоса обычно в 10-20 раз выше суммарного расхода через каналы. Теплообменник поддерживает температуру смеси на первой стадии реакции от 40 до 45°C. На выходе теплообменника канал разветвляется на два канала, первый из кото-

рых возвращает большую часть жидкости из канала в реактор (например 5670-6090 кг/ч), тогда как последний подает только небольшую часть во второй реактор (например, 567-601 кг/ч). Расход через канал на выходе теплообменника должен быть равен в среднем сумме расходов через каналы, которые питают реактор.

Вторую часть сульфокислоты, подлежащей нейтрализации (5-15% всего потока), подают во второй реактор, откуда полностью нейтрализованный продукт выходит через канал. Размеры двух реакторов выбирают такими, чтобы время для прохождения через первый реактор было в пределах 10-20 мин, тогда как время прохождения через второй - в пределах 1-6 мин.

Малое время прохождения через второй реактор нейтрализации обеспечивает эффективную коррекцию pH смеси, выходящей из второго реактора. Для этого насос обеспечивает отбор небольшого количества готового продукта из выходного канала, чтобы подать его в измеритель pH, а затем, возвращаясь в систему через открытый канал, - в канал возврата на повторную переработку. Сигнал управления, зависящий от измеренной величины pH, подается в распределитель коррекции NaOH, который питается от источника гидроокиси натрия через канал и может подавать через другой канал необходимые небольшие количества гидроокиси натрия во второй реактор для проведения указанной коррекции. Распределитель коррекции NaOH может также подавать корректирующие количества гидроокиси натрия через канал в первый реактор через канал подачи для повторной обработки, хотя эта операция обычно необходима только при запуске установки.

А. Нейтрализация лаурилового спирта, сульфированного в установке газобразным синтетическим лауриловым спиртом $C_{12}-C_{15}$, средний мол.в. 207. Кислоту вначале нейтрализуют в лабораторных условиях (процесс А) с помощью растворителя (этиловый спирт) в оптимальных условиях (регулирование).

В выше описанной установке получают 350 кг/ч продукта, разбавленного водой до конечной концентрации 32% активного вещества.

Данные анализа этих продуктов приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Продукты	Содержание, %	
	Нейтрализация в лаборатории	С установки
Активное вещество	30,40%	32,60%
Несульфированные соединения	0,72%	0,75%
Na_2SO_4	0,33%	0,34%
Вода-спирт	Остальное	Остальное

В. Нейтрализация лаурилового спирта, содержащего три молекулы окиси этилена, сульфированного газообразным синтетическим лауриловым спиртом $\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{O}$, содержащим 3 молекулы окиси этилена, средний молекулярный вес 339.

Кислоту вначале нейтрализуют в лаборатории с помощью растворителя (этиловый спирт). В вышеописанной установке получают около 450 кг/ч активного вещества, разбавленного в воде до конечной концентрации 70% (способ С).

Т а б л и ц а 2

Продукты	Содержание, %, в процессах		
	А	В	С
Активное вещество	27,5%	66,2%	73,3%
Несульфированные соединения	0,45 % (1,64%)	4,60% (6,95%)	1,33%(1,82%)
Na_2SO_4	0,26%(1,02%)	2,10%(3,17%)	0,82%(1,12%)
Вода-спирт	Остальное	Вода остальное	Вода остальное

Величины несульфированного (или разложившегося) спирта и величина Na_2SO_4 , вычисленные относительно 100% активного вещества, показаны в скобках.

Формула изобретения

1. Способ нейтрализации сульфированных соединений путем загрузки уменьшающихся количеств сульфированного соединения параллельно в несколько последовательно расположенных реакторов, загрузки в первый реактор практически всего количества нейтрализующего агента, необходимого и достаточного для

нейтрализации сульфированного соединения, и загрузки реакционной смеси, выходящей из каждого реактора, в следующий реактор, расположенный за ним в ряду реакторов, отличающийся тем, что, с целью повышения качества целевого продукта, производят измерение pH потока, выходящего из по крайней мере последнего реактора, и добавочное количество нейтрализующего агента загружают в упомянутый реактор в зависимости и в соответствии с измеренным значением pH, при этом часть потока, выводимого из по крайней мере первого реактора, рециркулируют непрерывно в реактор в количестве, в 5-30 раз превышающем количество исходного

вещества, вводимого в реактор, и теплообмен осуществляют в ходе рециркуляции.

2. Способ по п. 1, отличающийся в том, что используют два реактора, причем в первый реактор загружают 95-85% сульфированного соединения, а во второй реактор вводят 5-15% этого соединения. Часть потока, выводимого из первого реактора, непрерывно рециркулируют обратно в первый реактор в количестве, в 10-20 раз превышающем количество сульфированного соединения, подаваемого в первый ре-

актор. Производят измерение pH реакционной смеси, выводимой из второго реактора, и нейтрализующий агент подают во второй реактор в количестве, обусловленном измеренным значением pH.

Источники информации,
принятые во внимание при экспертизе

1. Волков В. А., Сучков В. В. Сульфированные неионогенные ПАВ. М., 1976.

2. Авторское свидетельство СССР № 552327, кл. С 07 С 143/38, 1977 (прототип).

Составитель Т. Левашова

Редактор С. Крупенина

Техред С. Мигунова

Корректор Г. Огар

Заказ 8445/80

Тираж 445

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

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

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