

УДК 665.766.5

С.В.ПОКРОВСКАЯ, канд.хим.наук,  
И.Н.БЕДНОВА, Л.Ф.БУЛГАКОВА, канд.техн.наук (МПИ)

## К ВОПРОСУ О СОВЕРШЕНСТВОВАНИИ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФОНАТНЫХ ПРИСАДОК

В последние годы ведутся систематические поиски в направлении повышения щелочности сульфонатных присадок и улучшения их детергентно-диспергирующего действия [1–3]. Наиболее перспективным является введение в систему стабильных коллоидных дисперсий карбонатов металлов. В патентной литературе [4, 5] предлагается включение в процесс получения сульфоната

кальция стадии его стабилизации, предполагающей выдержку смеси после нейтрализации при температуре 170–200 °С и давлении от 0,7 до 1,8 МПа, времени от 18 мин до нескольких часов. В литературе [6] показано, что превращение нейтрального сульфоната в щелочной путем нагревания реакционной смеси в присутствии избытка  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  и воды оказывает положительное влияние на протекание карбонизации при получении присадки.

В настоящей работе предпринята попытка оптимизировать стадию стабилизации с целью установления количественной зависимости щелочного числа сульфонатных присадок (СП) от оперативных условий стабилизации методом Бокса-Уилсона [7]. В качестве параметра оптимизации "У" выбрано щелочное число СП; факторами оптимизации служат продолжительность реакции  $X_1$  (ч) и температура  $X_2$  (°С). Основной уровень, интервалы варьирования и границы

Таблица 1

Натуральные значения факторов

Показатели		Факторы	
		$X_1$	$X_2$
Основной уровень	0	1	162
Интервал варьирования		0,5	2
Верхний уровень	+1	1,5	164
Нижний "	-1	0,5	160

Таблица 2

Матрица планирования и результаты опытов

Номер опыта	Порядок реализации опытов	$X_0$	$X_1$	$X_2$	У
1	4	+	+	+	317,0
2	2	+	-	+	312,5
3	1	+	+	-	302,4
4	3	+	-	-	284,8

Таблица 3

Расчет крутого восхождения

Показатели	$X_1$	$X_2$	У <sub>э</sub>
Основной уровень	1	162	308,67
Коэффициент $b_i$	5,525	10,575	-
Интервал варьирования $\epsilon_i$	0,5	2	-
$b_i \times \epsilon_i$	2,76	21,15	-
Шаг $\Delta_i$	0,25	2	-
Реализованные опыты:			
№ 8	1,25	164	314,5
№ 9	1,5	168	320,8
№ 10	1,75	168	327,4
№ 11	2,0	170	319,5

Сравнительная характеристика сульфонатных присадок

Показатели	Единица измерения	Значения показателей		
		ТУ 38101685-72	С-150	синтезированная присадка
Общая щелочность	мг КОН/г	140	167,8	327,4
Содержание сульфоната кальция	% мас.	Не ниже 28	34	38
Содержание механических примесей	"	Не более 0,1	0,1	0,1
Содержание воды	"	" 0,3	0,12	0,15
Вязкость кинематическая	Ст	" 80	40	60
Температура вспышки в открытом тигле	°С	Не ниже 190	192	190
Степень чистоты	мг/100 г	Не более 4000	4000	4000
Зольность сульфоната	% мас.	" 27	18	12

области исследования приведены в табл. 1, матрица планирования и результаты эксперимента – в табл. 2.

Эксперимент осуществляли по следующей методике. В четырехгорлую колбу, снабженную механической мешалкой, загружали реакционную смесь, взятую с установки производства СП ПО "Новополоцкнефтеоргсинтез" после обменного разложения в реакторе 201/1,2; 5 % Ca(OH)<sub>2</sub>; 4 % воды от массы нейтрального сульфоната и выдерживали, перемешивая, при обычном давлении в условиях, предусмотренных экспериментом. В той же колбе затем проводили процесс карбонизации в условиях, аналогичных производственным. Сразу же после окончания процесса карбонизации, во избежание разрушения коллоидной системы, отгоняли азеотроп метанола с водой; очистку присадки от механических примесей осуществляли на центрифуге.

Для нахождения дисперсии воспроизводимости  $S_B^2$  было проведено три параллельных опыта на основном уровне:  $S_B^2 = 2,95$ .

Результаты опытов матрицы планирования были использованы для вычисления коэффициентов регрессии:  $v_0 = 304,175$ ;  $v_1 = 5,525$ ;  $v_2 = 10,575$ . После проверки их значимости по критерию Стьюдента при  $\alpha = 0,05$ ,  $f = 4$  получена математическая модель процесса:

$$Y = 304,175 + 5,525X_1 + 10,575X_2. \quad (1)$$

С помощью  $F$ -критерия проверена адекватность модели. Дисперсионное отношение  $S_R^2/S_B^2 = 14,5$  и меньше  $F_{кр}$  ( $\alpha = 0,05$ ;  $f_1 = 1$ ,  $f_2 = 2$ ) = 18,5. Следовательно, модель (1) адекватна процессу.

Оптимальные условия стабилизации находили методом крутого восхождения [7] (табл. 3).

Таким образом, оптимальными условиями стабилизации следует считать: продолжительность 1,75 ч; температуру 168 °С при расходе извести-пушенки 5 % от массы сульфоната и атмосферном давлении.

В табл. 4 приведена сравнительная характеристика синтезированной и заводской сульфонатных присадок.

Из таблицы следует, что введение в процесс производства сульфонатных присадок стадии стабилизации приводит к значительному увеличению щелочного числа, повышению активного вещества в присадке.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. А.с. 2429831 (Франция). – Изобретения в СССР и за рубежом, 1980, № 7, с. 25.
2. Пат. США № 4148740, 1979. 3. Пат. США № 4137184, 1979. 4. Пат. Великобритании № 1033410. 5. Пат. США № 3152991, 1964. 6. Р.В. Фиалковский, О.Л. Главати, Н.А. Мельник. Влияние стадии термической стабилизации на процесс получения высокощелочных сульфонатов. – В сб.: Нефтепереработка и нефтехимия. М., 1977, вып. 15, с. 23. 7. Л.П. Рузинов, Р.И. Слободчикова. Планирование эксперимента в химии и химической технологии. – М., 1980. – 280 с.