



УКРАЇНА

(19) UA (11) 77602 (13) C2
(51) МПК
C01D 7/14 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ СЕСКВІКАРБОНАТУ НАТРІЮ

1

2

(21) а200507629

(22) 01.08.2005

(24) 15.12.2006

(46) 15.12.2006, Бюл. № 12, 2006 р.

(72) Молчанов Володимир Іванович, Аннопольський Володимир Фрідріхович, Васерман Леонід Зимонович, Малакей Зоя Анатоліївна, Зінківська Лариса Вікторівна, Тулупов Ігор Сергійович, Коваль Ольга Миколаївна, Гуленок Юрій Борисович, Рудюк Микола Васильович

(73) ДЕРЖАВНИЙ НАУКОВО-ДОСЛІДНИЙ ТА ПРОЕКТНИЙ ІНСТИТУТ ОСНОВНОЇ ХІМІЇ, УКРАЇНСЬКИЙ ФІНАНСОВО-ПРОМИСЛОВИЙ КОНЦЕРН

(56) SU 443840, 25.09.1974

SU 582202, 30.11.1977

US 1748739, 25.02.1930

US 2626852, 27.01.1953

(57) 1. Спосіб одержання сесквікарбонату натрію шляхом змішування карбонату натрію, бікарбонату натрію і води, який відрізняється тим, що процес змішування здійснюють у суспензії, котру після змішування розділяють на осад цільового продукту та рідку фазу, яку використовують для приготування суспензії.

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що у процесі розділення суспензії осад цільового продукту промивають.

3. Спосіб за пп. 1-2, який відрізняється тим, що як промивну рідину використовують карбонатно-бікарбонатний розчин, одержуваний шляхом розчинення у воді частини осаду цільового продукту.

Винахід відноситься до способів одержання сесквікарбонату натрію і може знайти застосування у хімічній промисловості, зокрема, для одержання вихідної сировини для миючих і косметичних засобів, кормових добавок для тварин та для інших цілей.

Сесквікарбонат натрію - хімічну сполуку, що описується формулою $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, звичайно одержують переробкою природного мінералу трони або синтезують з карбонату натрію (соди кальцінованої), бікарбонату натрію та води.

Відомий спосіб одержання сесквікарбонату натрію шляхом змішування карбонату натрію, бікарбонату натрію і води, яку беруть із надлишком не більше 10% відносно теоретично необхідної кількості [див., наприклад, авторське свідоцтво СРСР № 443840, МПК: C01D 7/14, оп. 25.09.74].

Відомий також спосіб одержання сесквікарбонату натрію шляхом змішування карбонату натрію з вологим бікарбонатом натрію, у якості якого використовується напівпродукт виробництва кальцинованої соди [див., наприклад, авторське свідоцтво СРСР № 582202, МПК: C 01 D 7/14, оп. 30.11.77].

За технічною сутністю та результатом, що досягається, відомі способи найбільш близькі до

даного винаходу.

Недоліком відомих способів є низький вміст основної речовини у цільовому продукті.

У основу винаходу поставлене завдання одержання продукту з підвищеним вмістом основної речовини.

Поставлене завдання вирішується у способі одержання сесквікарбонату натрію шляхом змішування карбонату натрію, бікарбонату натрію і води; при цьому процес змішування здійснюють у суспензії, котру після змішування розділяють на осад цільового продукту та рідку фазу, яку використовують для приготування суспензії.

Відмітні ознаки способу, що заявляється:

- процес змішування здійснюють у суспензії;
- після змішування суспензію розділяють на осад цільового продукту та рідку фазу;
- відділену від осаду рідку фазу використовують для одержання суспензії.

Додаткова відмінність полягає у тому, що в процесі розділення суспензії осад цільового продукту промивають водою або карбонатно-бікарбонатним розчином, одержаним розчиненням у воді частини осаду цільового продукту.

З наведеного рівня техніки виходить, що зазначені відмінності є новими.

Виконані дослідження показали, що головна

(19) UA (11) 77602 (13) C2

причина низької якості сесквікарбонату натрію, одержуваного відомим способом, полягає у тому, що у процесі змішування карбонату натрію, бікарбонату натрію й води, узятій з надлишком близько 10 % відносно теоретично необхідної кількості (незалежно від того, подається вода на змішування безпосередньо або у складі розчину карбонату натрію), на практиці неможливо одержати цільовий продукт із вмістом основної речовини більше 80 %, оскільки у початковий період змішування крім власне сесквікарбонату натрію у значній кількості встигають утворитися й інші кристалогідрати – $\text{Na}_2\text{C}_2\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$. Одержаний конгломерат кристалогідратів разом із залишковими бікарбонатом і карбонатом натрію, що не прореагували, являє собою неоднорідну тверду масу. Взаємодія нецільових кристалогідратів з бікарбонатом натрію з утворенням сесквікарбонату натрію при подальшому її перемішуванні відбувається дуже повільно, тобто ступінь перетворення вихідних компонентів у сесквікарбонат натрію в умовах реалізації відомого способу після досягнення певного не дуже високого рівня майже не залежить від часу та інтенсивності змішування. Для досягнення поставленої мети недостатній навіть надлишок води 100 % до теоретично необхідної кількості, тому що практично уся вона в початковий період змішування переходить до складу нецільових кристалогідратів карбонату натрію.

При реалізації способу одержання сесквікарбонату натрію, що заявляється, шляхом змішування карбонату натрію, бікарбонату натрію й води, в якому процес змішування здійснюють у суспензії, після чого її розділяють на осад цільового продукту й рідку фазу, яку використовують для приготування суспензії, вміст основної речовини в одержуваному продукті значно вищий. Позитивний ефект, що досягається, обумовлений головним чином тим, що у складі суспензії тверда фаза розподілена у надлишку рідкої, внаслідок чого вона має значно вищу питому площу поверхні ніж за відсутності рідини або якщо остання не утворює єдину фазу, як це має місце у суміші компонентів з відносно невеликим надлишком води. Більша площа контакту твердої й рідкої фаз, а також постійне відновлення останньої на межі їх контакту внаслідок перемішування є основною причиною того, що проміжні хімічні сполуки, які утворюються на початку, а саме -кристалогідрати карбонату натрію різного складу у подальшому з достатньо високою швидкістю взаємодіють з бікарбонатом натрію, збільшуючи вихід цільового продукту - сесквікарбонату натрію.

Одержання суспензії за способом, що заявляється, досягається головним чином внаслідок рециркуляції рідкої фази, з якою на змішування подається вода та частина карбонату натрію й бікарбонату натрію. Рециркуляція рідкої фази одночасно дозволяє уникнути появи рідких відходів виробництва і значно скорочує витрати сировинних компонентів - соди кальцинованої та бікарбонату натрію, що йдуть на утворення сесквікарбонату натрію і подаються на змішування у твердому вигляді. Їх можна подавати як окремо,

так і у суміші. Для компенсації витрат води на утворення сесквікарбонату натрію та підтримки балансу матеріальних потоків додатково використовують свіжу воду. Її можна або додавати до циркулюючої рідкої фази або подавати на змішування окремим потоком.

Цільовий продукт - сесквікарбонат натрію, що утворюється під час перемішування суспензії і знаходиться у твердій фазі, легко відокремлюється від основної маси рідини з використанням відомих прийомів - фільтрації або центрифугування. В залежності від вимог конкретних споживачів відокремлений осад сесквікарбонату натрію може надалі використовуватися у вологому або підсушеному вигляді.

Відділений осад цільового продукту містить частину маточного розчину, у якому молярне відношення карбонату й бікарбонату натрію може значно відрізнятися від їхнього молярного відношення у сесквікарбонаті натрію (1:1). Для одержання продукту підвищеної чистоти доцільно осад промивати в процесі розділення суспензії, що є додатковою відмінністю винаходу. У якості промивної рідини можна використовувати воду або карбонатно-бікарбонатний розчин, у якому молярне відношення $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{NaHCO}_3$ більш близьке до сесквікарбонату натрію, ніж молярне відношення цих же компонентів у маточному розчині. Промивний карбонатно-бікарбонатний розчин найбільш доцільно одержувати розчиненням у воді частини осаду цільового продукту, оскільки молярне відношення $\text{Na}_2\text{CO}_3:\text{NaHCO}_3$ у ньому майже не відрізняється від теоретичного значення (1:1). Такий промивний розчин практично не порушує структуру осаду під час його промивання. Вода, що вводиться з промивним розчином у технологічний процес, далі витрачається на утворення сесквікарбонату натрію.

Спосіб одержання сесквікарбонату натрію здійснюється наступним чином.

До циркулюючої рідкої фази після відділення осаду сесквікарбонату натрію додають воду для підтримки балансу матеріальних потоків. До одержаного розчину додають карбонат натрію (сода кальцинована) та бікарбонат натрію у кількості, достатній для утворення цільового продукту з урахуванням часткового їх розчинення у доданій воді. Сформовану суспензію перемішують на протязі 20-60 хвилин, після чого її розділяють з допомогою фільтру або центрифуги, одержуючи осад цільового продукту і рідку фазу, яку спрямовують на початок процесу. В залежності від вимог споживачів осад використовують у вологому або у підсушеному виді.

Для одержання продукту підвищеної чистоти у процесі розділення суспензії осад промивають водою або карбонатно-бікарбонатним розчином, у якості чого використовують водний розчин частини цільового продукту (від 1 до 3 % відносно його загальної кількості).

Спосіб одержання сесквікарбонату натрію, що заявляється, пояснюється наступними прикладами.

Приклад 1. 800 г циркулюючої рідкої фази поміщають у хімічну склянку з перемішувачем пристроєм і додають до неї 180см³ води, 310 г

кальцинованої соди та 225 г бікарбонату натрію, одержуючи суспензію. Суспензію перемішують протягом 40 хвилин зі швидкістю обертання перемішуючого пристрою 80 обертів за хвилину, після чого розділяють на лабораторній центрифугі. Одержують вологий осад цільового продукту (715г) й рідку фазу - маточний розчин (800г), який направляється на одержання суспензії в початок процесу. Склад вологого осаду сесквікарбонату натрію (мас. частка, %): $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 83,4, Na_2CO_3 - 4,3, NaHCO_3 - 0,4, H_2O - 11,9. Після сушіння вологого осаду при 60 °С на протязі двох годин одержують 640 г продукту з масовою часткою сесквікарбонату натрію 94,4 %, Na_2CO_3 4,8 %, H_2O 0,8 %.

Приклад 2. Аналогічно прикладу 1 одержують суспензію карбонату і бікарбонату натрію. Після перемішування протягом 50 хвилин зі швидкістю обертання перемішуючого пристрою 80 обертів за хвилину її розділяють на лабораторній центрифугі. Осад промивають водою з розрахунку 15 см³ води на 100г вологого осаду. Склад осаду після промивання (мас. частка, %):

$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 83,2, Na_2CO_3 - 1,7, NaHCO_3 - 0,1, H_2O - 15,0. Після сушіння в умовах прикладу 1 одержують готовий продукт із масовою часткою сесквікарбонату натрію 97,7 %, Na_2CO_3 2,0 %, H_2O 0,3 %.

Приклад 3. Аналогічно прикладу 1 одержують суспензію карбонату й бікарбонату натрію. Після перемішування протягом 30 хвилин зі швидкістю обертання перемішуючого пристрою 80 обертів за хвилину суспензію розділяють на лабораторній центрифугі. Осад промивають карбонатно-

бікарбонатним розчином, отриманим розчиненням у воді частини вологого осаду, з масовою часткою Na_2CO_3 7,6 % й NaHCO_3 - 6,0 % з розрахунку 15 г промивного розчину на 100 г вологого осаду. Молярне відношення Na_2CO_3 й NaHCO_3 у промивному розчині становить 1:1. Склад вологого осаду після промивання (мас. частка, %): $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{NaHCO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ - 83,5, Na_2CO_3 - 2,6, NaHCO_3 - 0,9, H_2O - 13,0. Після сушіння в умовах прикладу 1 одержують готовий продукт із масовою часткою сесквікарбоната натрію 98,7 %, Na_2CO_3 1,1 %, H_2O 0,2%.

За способом-прототипом 40 г кальцинованої соди розчиняють у 100 см³ води, одержуючи 140 г содового розчину. Розчин поміщають у лабораторний валковий змішувач, в який попередньо завантажені 210г бікарбонату натрію і 230 г кальцинованої соди. Перемішують реагенти протягом 40 хвилин зі швидкістю обертання валу змішувача 140 обертів за хвилину. У завантаженій суміші молярне відношення карбонату й бікарбонату натрію становить 1:1, а надлишок води відносно теоретично необхідної кількості - близько 10 %.

Після завершення перемішування суміш вивантажують із змішувача й сушать при 60 °С на протязі двох годин. Середній вміст сесквікарбонату натрію у висушеному продукті становить близько 60 %, інші сполуки -бікарбонат натрію, карбонат натрію та його кристалогідрати, що підтверджується рентгенографічним аналізом.

Наведені приклади підтверджують перевагу способу, що заявляється, а саме - більший вміст основної речовини у одержуваному продукті.