Н. Ф. КОМШИЛОВ, Н. К. РОГАЧЕВСКАЯ, М. А. АНБАЙНИС

К ТЕХНИЧЕСКИМ УСЛОВИЯМ НА СЫРОЕ СУЛЬФАТНОЕ МЫЛО И ТАЛЛОВОЕ МАСЛО

Большое число анализов сульфатного мыла и таллового масла, проведенных центральной лабораторией Сегежского сульфат-целлюлозного комбината, а также лабораторией лесохимии Карельского филиала АН СССР, позволяет сделать вывод о том, что методики временных технических условий (ВТУ) от 13/IV 1950 г. на сырое сульфатное мыло и ВТУ от 27/V 1950 г. на талловое масло предусматривают неоправданно продолжительное время для анализа. Если вести анализ согласно принятым ВТУ, то для определения суммы смоляных и жирных кислот, а также нейтральных веществ требуется около семи часов. Таким образом, анализ всегда задерживается дольше, чем это требуется для быстрого оформления документов при отгрузке товаров.

Время выполнения анализа можно значительно сократить. По ВТУ навеска мыла в 10 г обрабатывается 2 мл 20%-ной серной кислоты при нагревании на водяной бане в течение 2 час. 30 мин. Такое продолжительное нагревание ничем не оправдано, так как разложение щелочных и щелочноземельных мыл в водных разбавленных растворах протекает очень быстро даже без нагревания.

Необходимо также изменить вес навески. Большую навеску придется долго выдерживать в сушильном шкафу, так как довольно толстый слой масла прочно удерживает в себе капельки воды и навеска долго сохнет.

Анализ сульфатного мыла рекомендуется проводить следующим образом: навеска мыла 2—3 г, взятая в стакане емкостью 150—200 мл с точностью до 0,01 г, растворяется при нагревании и помешивании в 50 мл воды; образовавшийся раствор охлаждается струей водопроводной воды до комнатной температуры и переносится в делительную воронку; из колбы обмываются остатки мыла водой и промывной раствор присоединяется к основному; в делительную воронку с раствором мыла добавляется 5 мл 20%-ной серной кислоты до сильно кислой реакции; туда же добавляется серный эфир, и смесь сильно встряхивается; после двух, максимум, трех экстракций из водного слоя, содержащего инкрусты, все органические вещества переходят в эфирный раствор; последний промывается водой для удаления следов неорганических солей и серной кислоты.

Если в эфирный раствор попадут взвешенные частички инкрустов, то их можно отделить фильтрованием через фильтр Шотта. После удаления

эфира и сушки навеска взвешивается. В заключение производится расчет суммы смоляных и жирных кислот и нейтральных веществ.

Анализ таллового масла нужно вести так: навеска масла 1—2 г растворяется в 100 мл серного эфира и промывается 1 мл 20%-ной серной кислоты, растворенной в 50 мл воды. Эта операция проводится для разложения следов солей органических кислот и удаления инкрустов. Далее водный слой промывается эфиром, а объединенные эфирные вытяжки — водой. После удаления эфира и сушки навеска взвешивается. Таким образом, потребуется для анализа сульфатного мыла 2 часа, а таллового масла — меньше двух часов.

Сравнительные данные по анализу сульфатного мыла и таллового масла, с использованием ВТУ и предложенной методики, приведены в табл. 1.

Таблица 1

Наименование	Сумма смоляных и жирных кислот и нейтральных веществ (%)	
	по ВТУ	по ускоренной методике с отмывкой инкрустов и серной кислоты
Сульфатное мыло	51,7	55,2
	50,0	53,9
Талловое масло	97,6	97,6
	97,6	97,6

Табл. 1 показывает, что при анализе сульфатного мыла по ВТУ при больших навесках, с инкрустами (при их отмывке) неизбежно теряется часть смоляных и жирных кислот.

В настоящее время потребители сульфатного мыла и таллового масла, увеличивая требование к качеству, все же не предъявляют требований на более детальный анализ, но тем не менее при правильной постановке работ можно за смену произвести отдельный анализ на наличие в мыле смоляных и жирных кислот, нейтральных веществ, инкрустов, воды и активной щелочи в пересчете на едкий натр.

Более подробный анализ рекомендуется проводить следующим образом: навеску мыла 2—3 г, после разбавления дистиллированной водой до 100 мл, обрабатывать в стакане (емкостью 150—200 мл) 20 мл 20%-ной серной кислоты при нагревании и помешивании. После охлаждения в стакан добавить серный эфир и смыванием содержимое стакана перенести во взвешенный фильтр Шотта. Под небольшим вакуумом происходит фильтрация раствора и промывка эфиром инкрустов. Инкрусты на фильтре Шотта взвесить.

После 2—3 экстракций эфиром все органические вещества из водного слоя переходят в эфирный раствор. После удаления эфира на дне взвешенной конической колбы остается талловое масло.

Полученное сухое талловое масло (в количестве 1 г—0,5 г) для самоконтроля предлагается взвесить на технических весах с точностью до 0,01 г и далее растворить в 100 мл серного эфира. Эфирный раствор промыть три раза 25 мл 2%-ным раствором щелочи. Щелочные вытяжки

промыть 25 мл эфира. Эфирные растворы соединяются и, в свою очередь, промываются водой. Этими операциями талловое масло разделяется на две части: кислоты, которые в виде солей перешли в водный раствор, и нейтральные вещества, оставшиеся в эфирном растворе. Для того, чтобы узнать количество нейтральных веществ, эфир отгоняется, остаток сушится при 105°C и взвешивается.

Водный раствор солей подвергается дальнейшей обработке. Туда добавляется 5 мл 20%-ной серной кислоты (до сильно кислой реакции). Выделившиеся смоляные и жирные кислоты экстрагируются эфиром, эфир отгоняется, а остаток высушивается и взвешивается. Для того, чтобы отделить смоляные кислоты от жирных, производится этерификация их. Смесь растворяется в 5 мл сухого метилового спирта, а в раствор добавляется 5 мл этерификационной смеси, содержащей 1,3 г концентрированной серной кислоты в растворе сухого метилового спирта. Реакция проводится при температуре 65—70°C в течение 5 минут. По окончании этерификации смесь смоляных кислот и эфиров жирных кислот разбавляется 25 мл 10%-ным раствором поваренной соли и подвергается трехкратной экстракции 100 мл серного эфира. Эфирный раствор обрабатывается три раза 25 мл 2%-ного раствора щелочи. Щелочные вытяжки промываются 25 мл эфира. Эфирные растворы соединяются и, в свою очередь, промываются водой. В результате опять происходит разделение на две фракции.

Оставшиеся в растворе серного эфира эфиры жирных кислот освобождаются от растворителя, высушиваются и взвешиваются. Для определения количества жирных кислот навеска эфира умножается на коэффициент 0,95 ($\frac{\text{олеиновая кислота}}{\text{метиловый эфир олеин. кислоты}} = \frac{282,45}{296,47} = 0,95$).

Щелочной раствор солей смоляных кислот обрабатывается так же, как и все щелочные растворы, обработка которых описана выше, т. е. соли разрушаются подкислением серной кислотой, кислоты извлекаются серным эфиром, эфирный раствор промывается водой, серный эфир удаляется, навеска смоляных кислот высушивается и взвешивается.

Количество воды в мыле определяется в отдельной навеске по методу Дина и Старка. Количество едкого натра и натрия, связанного органикой, определяется титрованием.

При титровании навески мыла 0,1 Н серной кислотой, в присутствии индикатора фенолфталеина, обесцвечивание розовой окраски происходит при $\text{Ph} = 8$. В этих условиях оттитровывается весь едкий натр, $\frac{1}{2}$ сернистого натрия и $\frac{1}{2}$ соды. В данных условиях, учитывая незначительные количества соды, сернистого и едкого натра, всю смесь можно принимать за едкий натр.

При дальнейшем титровании, в присутствии индикатора метилоранжа, переход желтой окраски в розовую происходит при $\text{Ph} = 3$. В этих условиях оттитровываются остатки сернистого натрия и соды, а также весь натрий, связанный с различными органическими кислотами.

По результатам последнего титрования производится пересчет на натрий, связанный органикой. Не оттитровывается натрий, связанный муравьиной, уксусной и другими сильными кислотами (сульфат).

Приведенный нами анализ сегежского сульфатного мыла дан в табл. 2.

Для того, чтобы узнать истинное количество органических кислот, можно провести еще омыление нейтральных веществ спиртовой щелочью.

Таблица 2

Состав сульфатного мыла

Вещества	I опыт (%)	II опыт (%)	Среднее (%)
Вода	33,52	33,33	33,42
Смоляные кислоты	26,18	27,24	26,71
Жирные кислоты	22,88	23,17	23,03
Нейтральные вещества	6,81	6,91	6,96
Инкрусты	3,14	2,85	2,99
Едкий натр	2,04	1,81	1,93
Натрий в органических соединениях	4,75	4,11	4,43
Потери и сульфат	0,68	0,58	0,63
	100,00	100,00	100,00

Для обогатительных фабрик, потребляющих сульфатное мыло и талловое масло в качестве флотационных реагентов, следует разработать способ определения фенолов, которые могут находиться в сумме смоляных кислот. Кроме того, в дальнейшем, при анализе талловых масел, различных по составу, необходимо предусмотреть определенные количества веществ, нерастворимых в петролейном эфире (продуктов окисления кислородом воздуха). Такие соединения вызывают излишнее пенообразование при флотации минералов, и их присутствие выше установленных норм нежелательно.

Лаборатория лесохимии
Карельского филиала АН СССР
и центральная лаборатория

Сегежского целлюлозно-бумажного комбината

Поступила в редакцию
15/IV 1958