

УДК 658.562.012.7:676.085.2:66.021.3
DOI: 10.17238/issn0536-1036.2018.3.149

ОПТИМИЗАЦИЯ ПРОМЫВКИ СУЛЬФАТНОГО МЫЛА КИСЛОЙ ВОДОЙ И ОЦЕНКА СООТВЕТСТВИЯ КАЧЕСТВА ПОЛУЧАЕМОГО ТАЛЛОВОГО МАСЛА ТРЕБОВАНИЯМ СТАНДАРТОВ

С.И. Третьяков, канд. техн. наук, проф.

А.А. Глуханов, канд. техн. наук

Северный (Арктический) федеральный университет им. М.В. Ломоносова,
наб. Северной Двины, д. 17, г. Архангельск, Россия, 163002;
e-mail: a.gluhanov@narfu.ru

Основная проблема промышленных способов получения таллового масла – значительные его потери с отходами производства. Причиной является присутствие в сырье лигнина, вызывающего эмульгирование масла в кислой воде с образованием стойкой эмульсии. Известные способы ее разрушения либо малоэффективны, либо связаны со значительными затратами энергии. Уменьшить количество эмульсии можно удалением лигнина из сульфатного мыла, как правило, промывкой в щелочной среде. Целью настоящей работы являлось изучение промывки сульфатного мыла в кислой среде с оптимизацией режима по минимуму содержания лигнина в мыле, а также оценка соответствия показателей качества таллового масла из промытого мыла требованиям российских стандартов. Показано, что при правильном выборе режима промывки оседание лигнина принципиально не препятствует его отделению от мыла. Путем построения четырехфакторного дробного эксперимента подобраны оптимальные значения факторов, влияющих на отделение лигнина при промывке. Проведен анализ качественных показателей получаемого после промывки таллового масла, реализована оценка уровня качества относительно требований технических условий на сырое талловое масло. Установлено, что промывка кислой водой, оказывает положительное действие на качество масла.

Ключевые слова: сульфатное мыло, лигнин, промывка, оптимальный режим, талловое масло, показатели качества, технические условия.

Введение

Одной из основных проблем, возникающих при производстве таллового масла, являются значительные потери готового продукта с отходами производства, составляющие до 200 кг/т, или до 15 % от содержания компонентов таллового масла (суммы смоляных и жирных кислот и неомыляемых веществ – СЖН) в исходном сырье – сульфатном мыле [5]. Главная причина потерь – образование при разложении сульфатного мыла стойкой эмульсии талловое масло–вода–лигнин (так называемой лигнин-талловой эмульсии). В работе [7] показано, что эмульсия относится к типу «масло в воде», а лигнин, в равной степени гидро- и олеофильный, располагается на межфазной поверхности, экранируя поверхность капель масла и препятствуя их коагуляции. Лигнин-

Для цитирования: Третьяков С.И., Глуханов А.А. Оптимизация промывки сульфатного мыла кислой водой и оценка соответствия качества получаемого таллового масла требованиям стандартов // Лесн. журн. 2018. № 3. С. 149–160. (Изв. высш. учеб. заведений). DOI: 10.17238/issn0536-1036.2018.3.149

талловая эмульсия, благодаря специфическим свойствам лигнина как высокомолекулярного стабилизатора, чрезвычайно стойкая.

Проблему можно решить за счет разрушения образующейся эмульсии одним из общепринятых способов или предварительной подготовки сульфатного мыла. Для разрушения лигнин-талловой эмульсии на предприятиях чаще всего используют центробежное разделение в центрифугах [2]. Нами ранее доказана эффективность термической деструкции лигниновой фазы [4] и акустической обработки реакционной смеси, образующейся при разложении сульфатного мыла, наложением ультразвуковых колебаний [3]. Однако вышеперечисленные варианты требуют значительных затрат энергии, к тому же центрифугирование связано с аппаратурными затруднениями.

Подготовка сульфатного мыла предполагает удаление из него лигнина, являющегося причиной формирования лигнин-талловой эмульсии. Лигнин в сульфатном мыле присутствует всегда как растворенный компонент не отстоявшегося из мыла черного щелока [11]. Содержание лигнина в сульфатном мыле определяется главным образом породным составом древесины и концентрацией его в черном щелоке [15]. В сульфатном мыле от варки хвойных пород содержание лигнина составляет 2...4 %, от варки лиственных пород – 6...10 % [5]. Наиболее распространен способ подготовки сульфатного мыла за счет его промывки щелочными технологическими жидкостями: слабым белым щелоком или отстаивающейся после разложения мыла кислой водой, подщелоченной белым щелоком до pH 10 [13]. Предлагаются варианты промывки мыла другими щелочными агентами [12, 14]. Высокое значение pH среды необходимо для исключения осаждения лигнина, что наблюдается при pH ниже 8. Известен способ обработки сульфатного мыла неподготовленной кислой водой при pH 3, который предполагает снижение расхода серной кислоты на разложение [2]. В этом случае вместе с отработанной промывной жидкостью удаляется и часть лигнина, выпадающего в осадок при подкислении мыла. Сведения о том, насколько промывка мыла кислыми агентами эффективна в части удаления лигнина, практически отсутствуют.

Цель настоящей работы – изучение промывки сульфатного мыла кислой водой от разложения, оптимизация режима промывки по минимуму остаточного содержания лигнина в мыле, а также оценка соответствия показателей качества таллового масла требованиям российских документов в области стандартизации [9, 10].

Объекты и методы исследования

Для эксперимента использовали усредненную пробу сульфатного мыла, отобранного на установке разложения сульфатного мыла Архангельского ЦБК. По качественным показателям проба соответствовала марке Л по ТУ 13-0281078-28-118–88 [8]: сумма СЖН – 42,2 %; массовая доля влаги – 45,4 %; общая щелочность – 8,2 %. Содержание лигнина в пробе мыла – 5,9 %. Для оценки качества готового продукта сульфатное мыло подвергали разложению 30 %-й H_2SO_4 по периодическому способу с последующим разделением реакционной смеси гравитационным отстаиванием. Талловое масло, полученное без промывки мыла, соответствовало марке СТМ II сорта по ТУ 13-0281078-119–89 [9].

Сульфатное мыло промывали при температуре 80 °С модельными пробами кислой воды, отстоявшейся из реакционной смеси. Характеристики кис-

лой воды (плотность, кг/м^3 ; кислотность, % H_2SO_4) регулировали добавлением расчетных количеств Na_2SO_4 и H_2SO_4 . Соотношение объемов кислой воды и сульфатного мыла при промывке – 1:1. Отстаивание после промывки проводили при температуре 40, 60 и 80 °С. Первая наиболее эффективна для всплывания солей СЖН, третья – для отстаивания продуктов разложения мыла. После отстаивания получали следующие фазы: мыльную (сульфатное мыло; при высоких значениях кислотности кислой воды – с примесью таллового масла); водную (полупрозрачный раствор темного цвета с рН 4–9 в зависимости от кислотности кислой воды); лигниновую (коричневый осадок в виде мелких хлопьев, распределенный в объеме водной фазы).

Результаты исследования и их обсуждение

На первом этапе сульфатное мыло промывали кислой водой различной плотности (исходная кислотность – 2,9 % H_2SO_4). Результаты эксперимента представлены на рис. 1.

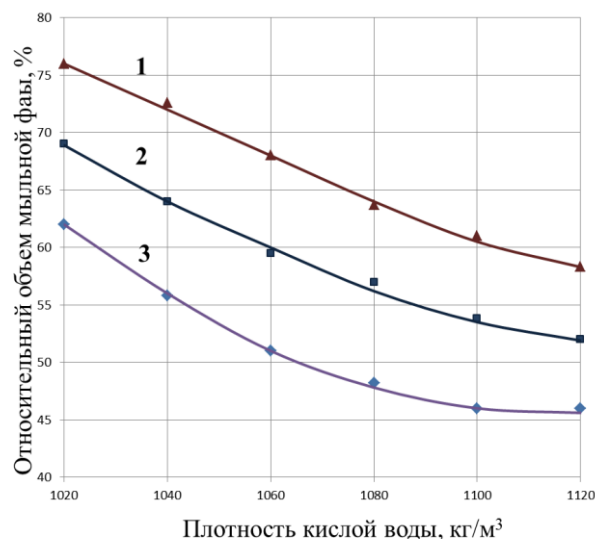


Рис. 1. Зависимость объема мыльной фазы от плотности промывающей кислой воды при разной температуре отстаивания, °С: 1 – 80; 2 – 60; 3 – 40

При плотности промывной жидкости ниже 1040 кг/м^3 расслоение мыльной, водной и лигниновой фаз при отстаивании происходило медленно и не полностью из-за невысокой разности в плотностях фаз и повышенной растворимости солей СЖН в нейтральной среде (рН водной фазы была близка к 7). С ростом плотности кислой воды мыльная фаза формировалась лучше, при плотности выше 1100 кг/м^3 ее объем достигал минимального значения. Причем при температуре отстаивания 40 °С это значение было меньше, чем объем исходного мыла, что свидетельствует о наилучшей эффективности разделения фаз в данных условиях. Температурная зависимость степени расслоения фаз характерна для солей СЖН: с повышением температуры отстаивания смешиваемость водной и мыльной фаз увеличивалась, т. е. с кислотой промывной

жидкости при данной кислотности взаимодействовала только минеральная часть черного щелока, а разложения солей СЖН не происходило.

Затем исследовали влияние кислотности промывной жидкости на отстаивание фаз после промывки. Плотность при этом поддерживали на уровне 1100 кг/м^3 (рис. 2). В выбранном диапазоне зависимость степени расслоения фаз от кислотности кислой воды оказалась более сильной, чем от плотности: при кислотности менее 2 % расслоение фаз происходило в незначительной степени. С ростом кислотности разделение фаз улучшалось, причем при кислотности 3,6 % на кривой отстаивания при температуре 40°C заметен минимум, соответствующий лучшему разделению фаз. Ухудшение разделения фаз при дальнейшем увеличении кислотности в данном случае свидетельствует о том, что кислота начинает расходоваться на разложение солей СЖН, доля свободных кислот таллового масла возрастает, а решающим фактором, определяющим объем мыльной фазы, становится температура отстаивания (в отличие от солей свободные кислоты лучше отстаиваются при высокой температуре). Этот вывод подтверждается и кривыми расслоения фаз: при кислотности кислой воды более 4,5 % лучшее расслоение наблюдается при температуре отстаивания 80°C .

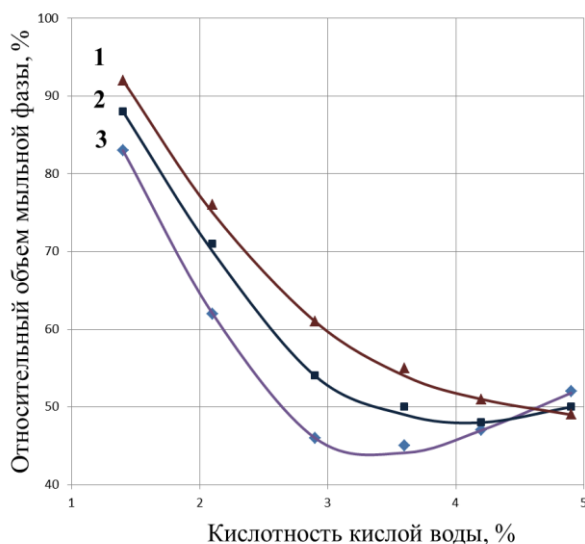


Рис. 2. Зависимость объема мыльной фазы от кислотности промывающей кислой воды при разной температуре отстаивания, °С: 1 – 80; 2 – 60; 3 – 40

Лигниновая фаза в заметном количестве формировалась только при кислотности более 2 %. При кислотности 2...4 % частицы лигнина распределялись в объеме водной фазы, при кислотности более 4 % лигниновая фаза концентрировалась между водной и мыльной фазами, причем граница раздела между лигниновой и мыльной фазами с повышением кислотности размывалась. Переход выделяющегося при подкислении в нерастворенном состоянии лигнина из мыльной в водную фазу можно объяснить следующим образом. С повышением кислотности кислой воды за счет реакций разложения солей

СЖН в мыльной фазе растет содержание компонентов таллового масла, образующих в присутствии воды и нерастворенного лигнина лигнин-талловую эмульсию, в которой лигнин располагается на поверхности раздела фаз. Присутствующие в мыльной фазе соли СЖН, как и лигнин, являются стабилизаторами эмульсий, причем более сильными. Соли СЖН, очевидно, вытесняют с поверхности раздела фаз лигнин, который свободно переходит в водную фазу.

На следующем этапе изучали влияние кислотности кислой воды на эффективность отделения лигнина от мыла. Поскольку при промывке мыла количество и концентрация всех компонентов, формирующих фазы, претерпевают изменения, для оценки эффективности промывки использованы относительные показатели. В качестве характеристики степени очистки мыла от лигнина принято соотношение содержания лигнина и СЖН в мыльной фазе (в исходной пробе сульфатного мыла это соотношение составляло 14 %). Зависимость данной характеристики от кислотности кислой воды представлена на рис. 3.

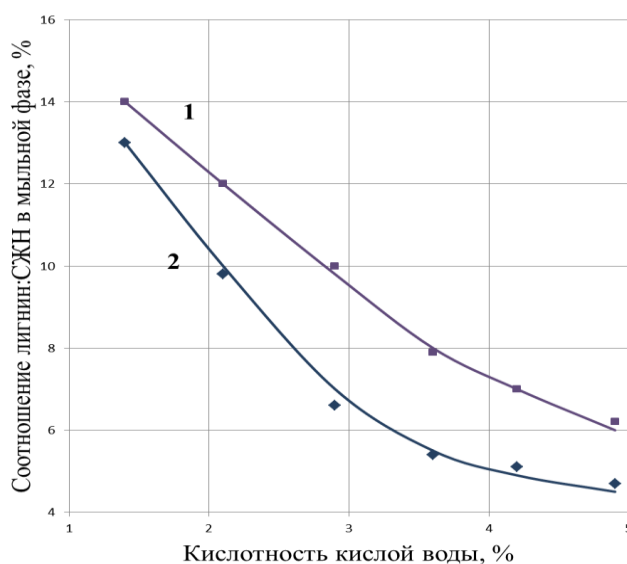


Рис. 3. Зависимость соотношения массового содержания в мыльной фазе лигнина и СЖН от кислотности промывающей кислой воды при разной температуре отстаивания, °С: 1 – 80; 2 – 40

Как видно из рис. 3, соотношение лигнин : СЖН снижается (т. е. количество лигнина, отделяющегося от мыла, увеличивается) во всем интервале кислотности. Процесс отделения лигнина лучше протекает при температуре 40 °С за счет более эффективного разделения фаз. По полученным значениям соотношения лигнин : СЖН можно сделать вывод, что при повышении кислотности промывной жидкости до 5 % в промытом мыле содержание лигнина снижается почти в 3 раза по сравнению с исходным. Следовательно, можно ожидать пропорционального снижения потерь таллового масла при разложении мыла.

При промывке сульфатного мыла кислой водой следует ожидать уноса части компонентов СЖН с отходами промывки. Соли СЖН могут частично

растворяться в водной фазе, хотя этот процесс ограничивается высокими значениями плотности промывной жидкости и низким значением pH. Отделяемый в нерастворенном виде лигнин из-за наличия развитой поверхности может увлекать за собой из мыльной фазы свободные кислоты и нейтральные компоненты СЖН. Для оценки степени протекания этих процессов была введена характеристика распределения содержания СЖН между мыльной фазой и отходами промывки (суммарно водной и лигниновой фазами) и изучено влияние на нее кислотности кислой воды. Результаты представлены на рис. 4.

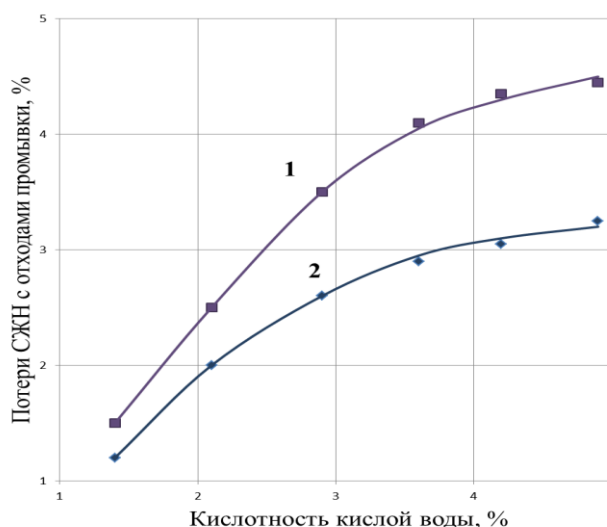


Рис. 4. Зависимость относительной массы потерь СЖН сульфатного мыла от кислотности промывающей кислой воды при разной температуре отстаивания, °С: 1 – 80; 2 – 40

Характер полученной зависимости в значительной степени согласуется с динамикой отделения лигнина из мыльной фазы (см. рис. 3). Потери СЖН с отходами промывки возрастают во всем изученном диапазоне кислотности промывки, нарастание потерь снижается с ростом кислотности. Лучшие результаты (меньшие потери СЖН) достигаются при температуре отстаивания 40 °С в основном по причине большей степени разделения фаз. Таким образом, можно заключить, что потери СЖН при промывке обусловлены практически только их уносом с лигниновой фазой, перехода СЖН и их солей в водный раствор почти не происходит. Следует отметить, что наблюдающиеся при кислотностях 3...4 % и температуре отстаивания 40 °С (предполагаемых как близкие к оптимальным при промывке) потери СЖН в количестве около 3 % от их содержания в сульфатном мыле гораздо ниже, чем потери СЖН при разложении непромытого мыла, составляющие около 15 %.

Поскольку оценка влияния отдельных факторов на процесс промывки не позволяет однозначно определить их оптимальные значения, на следующем этапе реализована оптимизация режима. Для этого построена математическая модель процесса промывки в виде регрессионной зависимости путем постановки четырехфакторного дробного эксперимента [1]. Выходным параметром выбрано отношение содержания лигнина в отходах промывки к его

содержанию в мыльной фазе (распределение лигнина между фазами), как наиболее важная характеристика процесса. На нее влияют плотность и кислотность кислой воды, температура отстаивания и содержание лигнина в исходном сульфатном мыле. Значения факторов приведены в табл. 1.

Таблица 1
Диапазоны изменения значений влияющих факторов

Фактор	Значение фактора			Интервал варьирования фактора Δx_i
	1	0	+1	
x_1 – температура, °С	40	60	80	20
x_2 – содержание лигнина в сульфатном мыле, %*	2,3	4,1	5,9	1,8
x_3 – кислотность кислой воды, %	2,3	3,6	4,9	1,3
x_4 – плотность кислой воды, г/см ³	1,040	1,080	1,120	0,040

*Необходимое содержание лигнина достигалось предварительной промывкой исходного сульфатного мыла раствором Na₂SO₄ плотностью 1,18, подщелоченным до pH 10.

В качестве генератора плана выбрано выражение $x_4 = x_1x_2x_3$, определяющий контраст $1 = x_1x_2x_3x_4$. Получена расчетная матрица, представленная в табл. 2.

Таблица 2

Расчетная матрица четырехфакторного дробного эксперимента

x_1	x_2	x_3	x_4	x_1x_4	x_3x_4	y_1	y_2	y_{cp}	S_n^2
–	–	–	–	+	+	0,22	0,20	0,210	0,010
+	–	–	+	+	–	0,69	0,73	0,710	0,020
–	+	–	+	–	–	0,34	0,37	0,355	0,015
+	+	–	–	–	+	1,28	1,23	1,255	0,025
–	–	+	+	–	+	1,76	1,82	1,790	0,030
+	–	+	–	–	–	0,63	0,58	0,605	0,025
–	+	+	–	+	–	0,17	0,15	0,160	0,010
+	+	+	+	+	+	0,84	0,91	0,875	0,035

Оценка воспроизводимости результатов проведена по критерию Кохрена:

$$G = \frac{S_{\max}^2}{S_e} = \frac{1,8}{28,8} = 0,23 < 0,68 = G_{\text{рас}},$$

т. е. опытные данные хорошо воспроизводятся.

Рассчитав по формулам линейные коэффициенты

$$b_0 = \frac{\sum_{n=1}^N \bar{y}_n}{N}; b_i = \frac{\sum_{n=1}^N x_{in} \bar{y}_n}{N}; b_{ij} = \frac{\sum_{n=1}^N x_{in} x_{jn} \bar{y}_n}{N},$$

получим уравнение регрессии:

$$y = 0,74 - 4,58x_1 + 0,16x_2 + 11,09x_3 - 0,24x_4 + 3,21x_1x_4 - 0,66x_3x_4.$$

Доверительный интервал, рассчитанный по критерию Фишера с учетом дисперсий коэффициентов, составил 1,1, т. е. третий, пятый и седьмой члены уравнения оказались незначимы.

Критерий Фишера равен 0,72, что меньше табличного значения ($F_{\text{табл}} = 3,84$). Следовательно, полученное уравнение регрессии адекватно эксперименту.

Проверка значимости квадратичных эффектов показала, что ими можно пренебречь. Окончательно уравнение приняло следующий вид:

$$y = 0,74 - 4,58x_1 + 11,09x_3 + 3,21x_1x_4.$$

Наиболее сильно в выбранных пределах изменения переменных на распределение лигнина между фазами влияет кислотность кислой воды, увеличивающая относительное содержание лигнина в отходах промывки. Повышение температуры оказывает существенное отрицательное влияние на выходной параметр. От содержания лигнина в сульфатном мыле не зависит распределение его между водной и мыльной фазами, т. е. установленное выше трехкратное снижение содержания лигнина в мыле после промывки соблюдается для любого исходного значения.

Из полученного уравнения и вышерассмотренных зависимостей следует, что для наилучшего отделения лигнина из мыла необходимо для промывки использовать кислую воду, имеющую кислотность 3...4 % серной кислоты плотностью не менее 1100 кг/м³, а отстаивание проводить при температуре около 40 °С.

Для оценки качества таллового масла, получаемого после промывки сульфатного мыла, и динамики его изменения при различных значениях кислотности кислой воды был использован дифференциальный метод. Он заключается в сравнении единичных показателей качества оцениваемого продукта (масло после термообработки) с соответствующими базовыми показателями (нормативы по техническим условиям), когда каждый показатель качества P_i сопоставляется с аналогичным базовым показателем качества $P_{i\text{баз}}$. Математически это сопоставление с учетом разделения показателей на позитивные (увеличение которых улучшает качество) и негативные (увеличение которых снижает качество) выражается следующей формулой:

$$k_i = \left(\frac{P_i}{P_{i\text{баз}}} \right)^{\text{sgn } \Delta P_i},$$

где k_i – i -й относительный показатель качества;

$\text{sgn } \Delta P_i$ – сигнум-функция от ΔP_i .

Сигнум-функция от ΔP_i для позитивных показателей (когда $+\Delta P_i > 0$) принимает значение +1, для негативных показателей (когда $+\Delta P_i < 0$) принимает значение –1.

Уровень качества продукта считается приемлемым, когда для всех относительных показателей соблюдается условие $k_i \geq 1$ [6].

Графическое представление результатов оценки качества масла на соответствие требованиям ТУ 13-0281078-119–89 дифференциальным методом отражено на рис. 5.

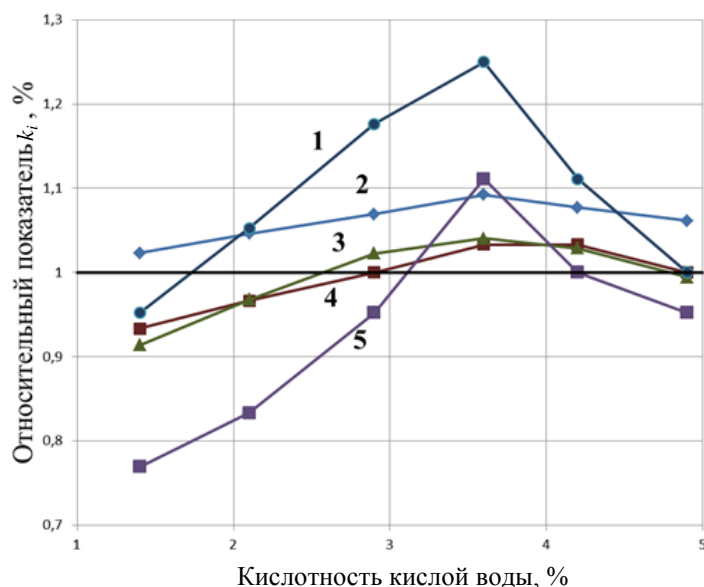


Рис. 5. Зависимость относительных показателей качества таллового масла от кислотности кислой воды: 1 – влажность; 2 – кислотное число; 3 – содержание неомыляемых веществ; 4 – содержание смоляных кислот; 5 – содержание лигнина

Получаемое талловое масло без предварительной промывки соответствовало марке СТМ II сорта по всем показателям, кроме кислотного числа. Однако все качественные показатели лишь в небольшой степени отклоняются от требований к маслу СТМ I сорта. Исходя из того, что промывка сульфатного мыла должна в той или иной степени улучшить качество масла, за базовый уровень при расчете относительных показателей принимали значения, соответствующие СТМ I сорта.

Результаты, представленные на рис. 5, позволяют сделать вывод, что в целом промывка мыла положительно влияет на качество получаемого масла. Снижается содержание примесей воды и лигнина благодаря отделению части последнего при промывке, а также и содержание неомыляемых веществ. Тем самым подтверждается предположение, что отделяющийся из мыла при промывке лигнин уносит на своей поверхности водонерастворимые компоненты таллового масла, к которым при кислотности промывки ниже 3,5 % относятся в основном нейтральные компоненты. Пропорционально снижению доли неомыляемых веществ растет содержание смоляных кислот и кислотное число.

В ходе оценки качества таллового масла по относительным показателям установлено, что талловое масло из мыла, промытого кислой водой кислотностью 3...4 %, по всем показателям качества соответствует марке СТМ I сорта, т. е. благодаря промывке удалось перевести масло в более высокую категорию качества. Однако дальнейшее увеличение кислотности промывной жидкости ухудшает показатели. Так, при кислотности промывки более 5 % качество масла соответствует начальному уровню (масло без промывки).

Кроме того, промывка сульфатного мыла кислой водой снижает потери таллового масла. Причем лучшие показатели достигаются в при кислотности промывки 3...4 %, установленном ранее в качестве оптимального для удаления лигнина из мыла.

Заключение

Промывка сульфатного мыла кислыми агентами, в частности кислой водой от разложения мыла серной кислотой, позволяет удалить часть лигнина (с исходных 6 % от массы мыла до 2 %), благодаря чему примерно в 2 раза снижаются потери таллового масла и улучшается его качество по содержанию неомыляемых веществ без ухудшения других нормированных показателей масла. Требуемые режимные параметры процесса промывки сульфатного мыла: кислотность кислой воды – 3...4 % H_2SO_4 , плотность кислой воды – не менее 1100 кг/м^3 , температура отстаивания после промывки – около 40°C .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Богданович Н.И. Расчеты в планировании эксперимента. Л.: ЛТА, 1978. 80 с.
2. Владимирова Т.М., Третьяков С.И., Жабин В.И., Коптелов А.Е. Получение и переработка талловых продуктов: моногр. Архангельск: АГТУ, 2008. 155 с.
3. Глуханов А.А., Третьяков С.И. Повышение выхода таллового масла в ультразвуковом поле // Новейшие исследования в современной науке: опыт, традиции, инновации: сб. тр. III междунар. науч.-практ. конф., Москва, 28–29 апр. 2015. М.: CreateSpace, 2015. С. 61–65.
4. Глуханов А.А., Третьяков С.И., Соколов О.М. Исследование процесса термообработки, повышающей выход и качество таллового масла // Охрана и рациональное использование лесных ресурсов: сб. науч. тр. Вып. IV. Архангельск, 1998. С. 85–90.
5. Головин А.И., Трофимов А.Н., Узлов Г.А., Жукова И.П., Киприанов А.И., Прохорчук Т.И., Ковалев В.Е. Лесохимические продукты сульфатцеллюлозного производства. М.: Лесн. пром-сть, 1988. 288 с.
6. Мишин В.М. Управление качеством. 2-е изд., перераб. и доп. М.: ЮНИТИ-ДАНА, 2005. 463 с.
7. Селянина Л.И., Селянина С.Б. Переработка низкокачественного сульфатного мыла: моногр. Архангельск: АГТУ, 2008. 208 с.
8. ТУ 13-0281078-28-118–88. Мыло сырое сульфатное. Технические условия. Горький, 1988. 6 с.
9. ТУ 13-0281078-119–89. Масло талловое сырое. Технические условия. Горький, 1989. 22 с.
10. ТУ 2453-022-00253497–2005. Масло талловое сырое. Технические условия. СПб., 2005. 25 с.
11. Aro Th., Fatehi P. Tall Oil Production from Black Liquor: Challenges and Opportunities // Separation and Purification Technology. 2017. Vol. 175. Pp. 469–480.
12. Bowles R.E., Foran C.D., Griffin J.H., Swann F.E. Method for Producing Crude Tall Oil by Soap Washing with Calcium Carbonate Removal: Patent US, 2012123087A1. 2012.
13. Foran C.D. Tall Oil Soap Recovery. Chemical Recovery in Alkaline Pulping Processes. Atlanta: TAPPI Press, 1992. Pp. 45–56.
14. Hofstedt A. Method and System for Washing of Crude Tall Oil Soap: Patent WO/2016/093765. 2016.
15. Panda H. Handbook on Tall Oil Rosin Production, Processing and Utilization. Delhi: Asia Pacific Business Press Inc., 2013. 480 p.

UDC 658.562.012.7:676.085.2:66.021.3
DOI: 10.17238/issn0536-1036.2018.3.149

Optimization of Sulphate Soap Washing with Acid Water and the Quality Conformance Assessment of Tall Oil with Regulatory Requirements

S.I. Tret'yakov, Candidate of Engineering Sciences, Professor

A.A. Glukhanov, Candidate of Engineering Sciences

Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Naberezhnaya Severnoy Dviny, 17, Arkhangelsk, 163002, Russian Federation; e-mail: a.gluhanov@narfu.ru

The key problem of industrial methods for obtaining tall oil is its significant losses with production waste. The reason is the presence of lignin in the raw material, which causes emulsification of the oil in acid water with formation of a stable emulsion. Known ways to destroy it are ineffective and involve significant energy costs. The amount of emulsion can be reduced by removing lignin from sulphate soap, usually by washing in an alkaline medium. The purpose of this work was to study the washing of sulphate soap in an acidic environment, optimizing the regime for minimum lignin content in soap, and assessing the compliance of the quality indicators of tall oil from washed soap to the requirements of Russian standards. Lignin subsidence does not prevent its separation from soap if the washing regime is selected correctly. By constructing a four-factorial fractional experiment, the optimal values of the factors influencing the separation of lignin during washing are obtained. The analysis of the quality parameters of tall oil obtained after washing has been carried out, the quality level has been estimated in relation to the specifications for crude tall oil. The acid water washing has a positive effect on the oil quality.

Keywords: sulphate soap, lignin, washing, optimum performance, tall oil, quality index, specifications.

REFERENCES

1. Bogdanovich N.I. *Raschety v planirovanii eksperimenta* [Calculations in the Design of Experiments]. Leningrad, 1978. 80 p. (In Russ.)
2. Vladimirova T.M., Tret'yakov S.I., Zhabin V.I., Koptelov A.E. *Poluchenie i pererabotka tallovykh produktov* [Production and Processing of Tall Products]. Arkhangelsk, ASTU Publ., 2008. 155 p. (In Russ.)
3. Glukhanov A.A., Tret'yakov S.I. Povyshenie vykhoda tallovogo masla v ul'trazvukovom pole [Increase of the Yield of Tall Oil in Ultrasonic Field]. *Noveyshie issledovaniya v sovremennoy nauke: opyt, traditsii, innovatsii: sb. tr. III mezhdunar. nauch.-prakt. konf., Moskva, 28–29 apr. 2015* [The Latest Research in Modern Science: Experience, Traditions, Innovations: Coll. Papers 3d Intern. Sci. Practical Conf. Moscow, April 28–29, 2015]. Moscow, CreateSpace Publ., 2015, pp. 61–65. (In Russ.)
4. Glukhanov A.A., Tret'yakov S.I., Sokolov O.M. Issledovanie protsessov termooobrabotki, povyshayushchey vykhod i kachestvo tallovogo masla [Investigation of the Heat Treatment Process Increasing the Yield and Quality of Tall Oil]. *Okhrana i ratsional'noe ispol'zovanie lesnykh resursov: sb. nauch. tr. Vyp. IV* [Protection and Rational Use of Forest Resources: Collection of Research Papers. Iss. IV]. Arkhangelsk, 1998, pp. 85–91. (In Russ.)

For citation: Tret'yakov S.I., Glukhanov A.A. Optimization of Sulphate Soap Washing with Acid Water and the Quality Conformance Assessment of Tall Oil with Regulatory Requirements. *Lesnoy zhurnal* [Forestry journal], 2018, no. 3, pp. 149–160. DOI: 10.17238/issn0536-1036.2018.3.149

5. Golovin A.I., Trofimov A.N., Uzlov G.A., Zhukova I.P., Kiprianov A.I., Prokhorchuk T.I., Kovalev V.E. *Lesokhimicheskie produkty sulfatsellyuloznogo proizvodstva* [Wood Chemical Products of Sulfate-Cellulose Production]. Moscow, 1988. 288 p. (In Russ.)
6. Mishin V.M. *Upravlenie kachestvom* [Quality Management]. Moscow, 2005. 463 p. (In Russ.)
7. Selyanina L.I., Selyanina S.B. *Pererabotka nizkokachestvennogo sulfatnogo myla* [Processing of Low-Quality Sulphate Soap]. Arkhangelsk, ASTU Publ., 2008. 208 p. (In Russ.)
8. *TU 13-0281078-28-118–88. Mylo syroe sulfatnoe. Tekhnicheskie usloviya* [Technical Specifications 13-0281078-28-118–88. Crude Sulphate Soap. Specifications]. Gorky, 1989. 22 p.
9. *TU 13-0281078-119–89. Maslo tallovoe syroe. Tekhnicheskie usloviya* [Technical Specifications 13-0281078-119–89. Crude Tall Oil. Specifications]. Gorky, 1988. 6 p.
10. *TU 2453-022-00253497–2005. Maslo tallovoe syroe. Tekhnicheskie usloviya* [Technical Specifications 2453-022-00253497–2005. Crude Tall Oil. Specifications]. Saint Petersburg, 2005. 25 p.
11. Aro Th., Fatehi P. Tall Oil Production from Black Liquor: Challenges and Opportunities. *Separation and Purification Technology*, 2017, vol. 175, pp. 469–480.
12. Bowles R.E., Foran C.D., Griffin J.H., Swann F.E. *Method for Producing Crude Tall Oil by Soap Washing with Calcium Carbonate Removal*. Patent US, 2012123087A1, 2012.
13. Foran C.D. Tall Oil Soap Recovery. *Chemical Recovery in Alkaline Pulping Processes*. Atlanta, TAPPI Press, 1992, pp. 45–56.
14. Hofstedt A. *Method and System for Washing of Crude Tall Oil Soap*. Patent WO/2016/093765, 2016.
15. Panda H. *Handbook on Tall Oil Rosin Production, Processing and Utilization*. Delhi, Asia Pacific Business Press Inc., 2013. 480 p.

Received on January 22, 2018
