

УДК 668.473

DOI: 10.17238/issn0536-1036.2019.5.194

ПРОМЫВКА СМЕШАННОГО СУЛЬФАТНОГО МЫЛА НЕЙТРАЛИЗОВАННОЙ КИСЛОЙ ВОДОЙ

*Е.В. Старжинская¹, инж.-технолог; ResearcherID: [E-2862-2019](#),
ORCID: [0000-0002-4989-264X](#)*

А.М. Кряжев², д-р техн. наук, гл. технолог; ORCID: [0000-0002-3287-6387](#)

*С.И. Третьяков³, канд. техн. наук, проф.; ResearcherID: [S-2192-2019](#),
ORCID: [0000-0003-1783-5349](#)*

А.А. Глуханов³, канд. техн. наук, доц.

¹ООО «Техсервис», ул. Советов, д. 4, оф. 300, г. Новодвинск, Россия, 164900;
e-mail: Lesochimik-lena@mail.ru

²ООО «Адвис Плюс», наб. Обводного канала, д. 150, корп. 363, оф. 232, Санкт-Петербург, Россия, 191011; e-mail: kryazhev@advplus.com

³Северный (Арктический) федеральный университет им. М.В. Ломоносова, наб. Северной Двины, д. 17, г. Архангельск, Россия, 163002; e-mail: s.tretyakov@narfu.ru

Сульфатное мыло – ценный побочный продукт производства целлюлозы сульфатным способом, является смесью омыленных смоляных и жирных кислот и неомыляемых веществ (стеринов, жирных спиртов, алифатических углеводов и др.). При отстаивании щелока, образующегося при промывке целлюлозы, мицеллы сульфатного мыла укрупняются и в процессе всплытия могут увлекать за собой некоторое количество черного щелока, содержащего растворенный лигнин, а также примеси соединений кальция. Основной способ удаления черного щелока – доотстаивание сульфатного мыла после его сбора перед переработкой. Рационально и экономически выгодно использовать для промывки раствор солей от разложения мыла или кислую воду, нейтрализованную до pH 8...14. Показана необходимость промывки сульфатного мыла при варке целлюлозы из смешанных пород древесины. В качестве промывного раствора применяли образующуюся при разложении мыла нейтрализованную кислую воду в количестве 10, 20 и 30 % от объема сульфатного мыла. Промывку осуществляли при температуре 20...80 °С. В ходе эксперимента определены оптимальные условия для промывки смешанного сульфатного мыла: температура – 20...40 °С, расход промывного раствора – 10...20 %. Установлено, что при оптимальных условиях промывки смешанного сульфатного мыла нейтрализованной кислотой увеличивается выход сырого таллового масла и его кислотное число, уменьшается содержание щелочи и лигнина, предотвращается снижение доли смоляных кислот в талловом масле.

Для цитирования: Старжинская Е.В., Кряжев А.М., Третьяков С.И., Глуханов А.А. Промывка смешанного сульфатного мыла нейтрализованной кислотой водой // Лесн. журн. 2019. № 5. С. 194–202. (Изв. высш. учеб. заведений). DOI: 10.17238/issn0536-1036.2019.5.194

Ключевые слова: смешанное сульфатное мыло, талловое масло, черный щелок, лигнин, промывка.

Введение

Сульфатное мыло (СМ) – ценный побочный продукт производства целлюлозы сульфатным способом, представляющий собой омыленные экстрактивные вещества древесины. При отстаивании черного щелока СМ всплывает на поверхность, его собирают и направляют на переработку в целях получе-

ния таллового масла (ТМ), которое используют как самостоятельный продукт либо ректификацией разделяют на жирные кислоты, канифоль, дистиллированное ТМ, легкое ТМ, талловый пек. Существуют технологии получения из СМ биологически активных веществ [2–4].

При отстаивании щелоков мицеллы сульфатного мыла укрупняются и в процессе всплытия увлекают за собой некоторое количество черного щелока, содержащего растворенный лигнин, а также примеси соединений кальция [8, 12, 16]. По этой причине на установке получения ТМ могут возникать затруднения при разделении реакционной смеси. Это связано с тем, что лигнин при обработке СМ серной кислотой из-за понижения рН среды выпадает в осадок, сорбируя на своей поверхности ТМ [9]. Потери ТМ с лигнином достигают 20...45 %. Кроме этого, увеличивается расход серной кислоты на нейтрализацию черного щелока, повышается выход дурно пахнущих газов, учащаются остановки на чистку оборудования [14, 15, 17–24].

Основной способ удаления черного щелока из СМ – доотстаивание мыла от щелока после его сбора перед переработкой. Однако данный способ решает проблему частично: даже при длительном отстаивании количество остающегося в мыле щелока достаточно велико [8, 23, 24]. Известно, что эффективно удалить компоненты щелока позволяет промывка [1, 5, 10, 11, 13]. Наиболее рациональным и экономически выгодным является использование для промывки раствора солей, образующегося при разложении сульфатного мыла, – кислой воды, нейтрализованной до рН 8...14 [7, 13, 22]. В литературных источниках имеются данные об оптимальных значениях параметров промывки (мыла от варки хвойных пород [2, 4, 7, 10, 21]: состав промывного раствора (ПР) – концентрация Na_2SO_4 не менее 18 % масс., что соответствует плотности 1120 кг/м^3 ; содержание солей лигнина не более 1 % масс.; содержание взвешенных – 200 г/г; соотношение мыла и ПР – 1 : 0,25, рекомендовано для максимального выхода масла; соотношение для отделения кальция – 1 : 0,8; температура смешивания – 75...90 °С; температура разделения – 35...50 °С; продолжительность разделения системы на фазы в статических условиях – 8...40 ч. Продолжительность отстаивания рекомендовано сокращать путем усовершенствования технологий смешивания и разделения [18, 19, 23].

Ранее нами был проведен эксперимент по промывке СМ из лиственных пород древесины при пониженном гидромодуле без охлаждения реакционной смеси [6]. Промывка оказалась эффективной: содержание лигнина и воды в мыле снизилось, смоляных, жирных кислот и нейтральных веществ (СЖН) увеличилось. В настоящее время большую актуальность приобретает переработка смешанного СМ вследствие изменения лесосырьевой базы. Это требует дополнительного подбора условий. Важными факторами являются расход промывного раствора и температура отстаивания.

Известно, что чем больше лигнина в СМ, тем меньше выход ТМ и хуже его качество [8, 19, 21]. Вместе с таким показателем, как выход ТМ, необходимо знать его качественные характеристики: сумму СЖН, содержание смоляных кислот (СК), кислотное число (КЧ).

Цель данного исследования – определение оптимальных условий для промывки смешанного СМ и установление зависимости между выбранными условиями промывки и показателями полученного ТМ.

Объекты и методы исследования

Для испытаний использовали сырое СМ от варки хвойной древесины с примесью лиственных пород. Образец мыла отбирали из бака хранения нейтрализованной кислой воды (НКВ) в цехе разложения СМ перед подачей на установку разложения до разбавления водой. В качестве ПР использовали кислую воду, нейтрализованную крепким белым щелоком до рН 9...10, в количестве 10, 20 и 30 % от объема СМ. Образцы мыла и НКВ помещали в термостат при температуре 20, 40, 60 и 80 °С. После достижения требуемой температуры НКВ приливали к СМ и интенсивно перемешивали в течение 1 мин, измеряли объем отстоявшейся жидкости (НКВ и черный щелок) каждые 30 мин до прекращения изменения объема фаз.

Исходное СМ анализировали по следующим показателям: содержание массовой доли воды, лигнина, СЖН и общей щелочности. В НКВ определяли рН, плотность, содержание лигнина и взвешенных частиц. Для сравнения отстоявшееся мыло анализировали по тем же показателям, что и исходное.

Далее мыло обрабатывали серной кислотой и получали ТМ, которое отстаивали в сушильном шкафу при температуре 95 °С в течение 5 ч, определяли его выход от теоретического (за теоретический выход принимали сумму СЖН СМ). Далее в сыром ТМ, полученном из исходного и промытого мыла, определяли содержание СЖН, СК, КЧ по методикам, указанным в ТУ 13-0281078-19-89.

Результаты исследования и их обсуждение

При низких температурах (20...40 °С) продолжительность отстаивания оказалась минимальна (рис. 1, а и б): за первые 30 мин отстаивается от 85 до 100 % жидкости. При температуре 60 °С (рис. 1, в) от 90 до 100 % жидкости выделяется уже не менее чем за 1 ч и при большем расходе промывного раствора (1,0 : 0,2 и 1,0 : 0,3), тогда как при низком расходе (1,0 : 0,1) за 1 ч отстаивается только 70 % жидкости. При более высокой (80 °С) температуре (рис. 1, г) за 1 ч отстаивается только 35...80 % жидкости, причем в дальнейшем отстаивание практически прекращается. Во всех случаях жидкость лучше отделяется при расходе ПР 30 % от объема мыла.

Отметим, что при температуре 20 °С изменение расхода ПР не оказывает существенного влияния на скорость отстаивания (см. рис. 1, а). При температуре 40, 60 и 80 °С увеличение расхода ПР повышает выход отстоявшейся жидкости в каждой исследованной точке, однако при 80 °С не достигается 100 %-го отбора жидкости (за 100 % принято количество добавленного ПР) даже при максимальном расходе ПР (30 %), т. е. часть НКВ остается в мыле.

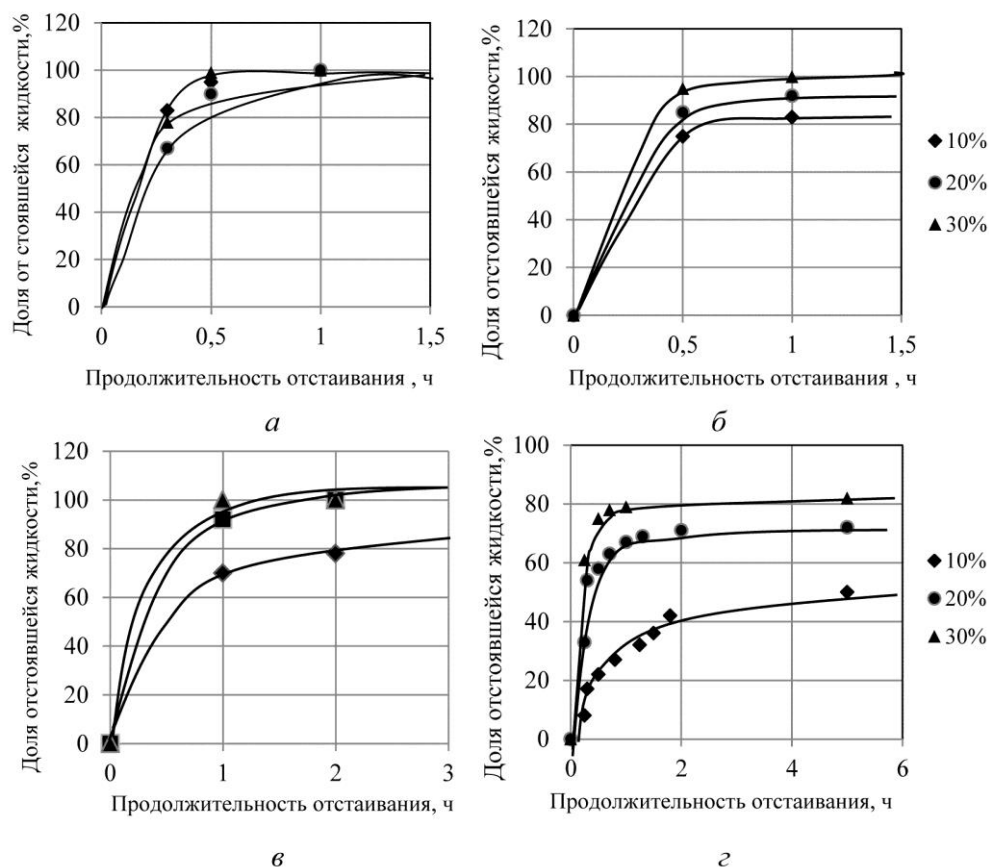


Рис. 1. Продолжительность отстаивания жидкости из смеси ПР с СМ после промывки при различных расходах ПР (10, 20, 30 % от объема СМ, взятого для промывки) и температуре, °С: а – 20; б – 40; в – 60; г – 80

Fig. 1. Sedimentation time of liquid obtained from a mixture of washing solution (WS) and sulfate soap (SS) after washing at various consumptions of WS (10, 20, 30 % of SS volume taken for washing) and temperature, °C: a – 20; б – 40; в – 60; г – 80

Это объясняется тем, что при высокой температуре вязкость мыла снижается, оно легко смешивается с щелочным ПР, а при понижении температуры и, как следствие, вязкости СМ отстаивание осуществить гораздо легче. Также при температуре ниже 38 °С соли мыла практически не переходят в ПР, т. е. потери СМ минимальны [3, 7, 10].

В таблице отражены показатели НКВ и СМ до и после промывки.

Характеристики СМ и НКВ до и после промывки

Показатель	СМ		Показатель	НКВ	
	исходное	промытое		до промывки	после промывки
Общая щелочность, %	9,3	7,5±0,4	рН	9	11
Лигнин, %	1,6	1,1±0,2	Плотность, кг/м ³	1136	1126
СЖН, % от а.с.в.	70	75±2,5	Лигнин, % от а.с.в.	3	18
Влага, %	35	30±3	Взвешенные вещества, г/т	160	210

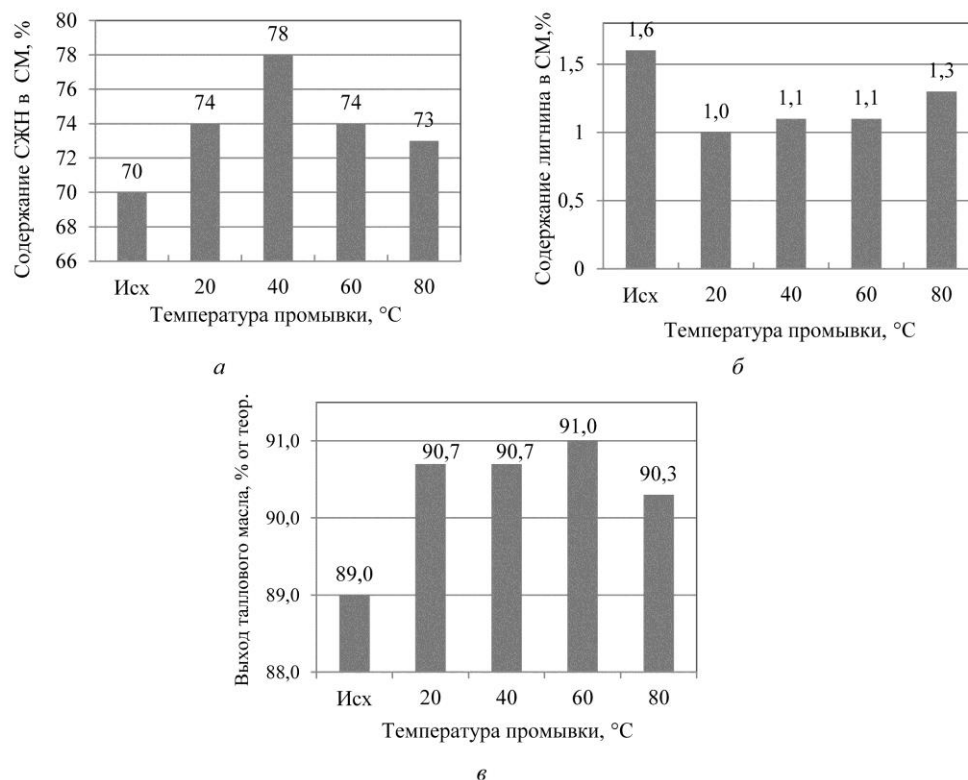


Рис. 2. Влияние температуры промывки на показатели качества СМ (а, б) и выход ТМ (в)

Fig. 2. The effect of washing temperature on the quality of sulfate soap (а, б) and tall oil yield (в)

Следует отметить, что НКВ после промывки по содержанию лигнина и рН приблизилась к черному щелоку, а в СМ содержание общей щелочи и лигнина снизилось. Следовательно, можно констатировать, что компоненты щелока были вытеснены в НКВ.

На рис. 2 видно, что по сравнению с исходным мылом сумма СЖН увеличилась на 3...8 %. Лучший результат по СЖН дает промывка при температуре 40 °С. Содержание лигнина уменьшается на 0,3...0,6 % абс. (приблизительно в 1,5 раза) по сравнению с исходным СМ. При температуре 20, 40 и 60 °С происходит примерно одинаковое снижение содержания лигнина.

Промывка (независимо от температуры процесса) положительно влияет на выход ТМ (рис. 2, в), который возрастает на 2 % от исходного непромытого мыла. Данные по выходу ТМ согласуются с данными по содержанию лигнина в СМ: чем меньше лигнина в сульфатном мыле, тем больше выход из него ТМ. Следует отметить, что в диапазоне температур промывки 20...60 °С выход масла увеличивается в большей степени, чем в диапазоне 60...80 °С.

ТМ из исходного СМ имеет следующие показатели: КЧ – 141 мг КОН/г масла; содержание СК – 25 %; сумма СЖН – 93 %.

На рис. 3, *а* видно, что повышение температуры от 20 до 60 °С позволяет увеличить содержание СЖН на 1,5...2,0 %, а при росте температуры от 60 до 80 °С – на 3,5 % по сравнению с исходным содержанием СЖН.

Содержание СЖН в сыром ТМ в результате промывки увеличивается на 1,5...4,0 % (рис. 3, *б*). Рост содержания СЖН наблюдается при всех расходах ПР (от 10 до 30 %) и во всем диапазоне температур (от 20 до 80 °С).

КЧ возрастает на 1...4 мг КОН/г масла. Зависимость на рис. 3, *б* демонстрирует, что с увеличением расхода ПР наблюдается рост КЧ ТМ. Повышение температуры от 20 до 80 °С наоборот снижает КЧ (см. рис. 3, *а*). По нашему мнению, рост КЧ может происходить за счет сокращения содержания лигнина. Известно, что лигнин при разделении эмульсии «талловое масло–кислая вода» сорбирует на своей поверхности жирные и смоляные кислоты, т. е. при снижении содержания лигнина в сульфатном мыле может возрасти доля кислот в талловом масле [10].

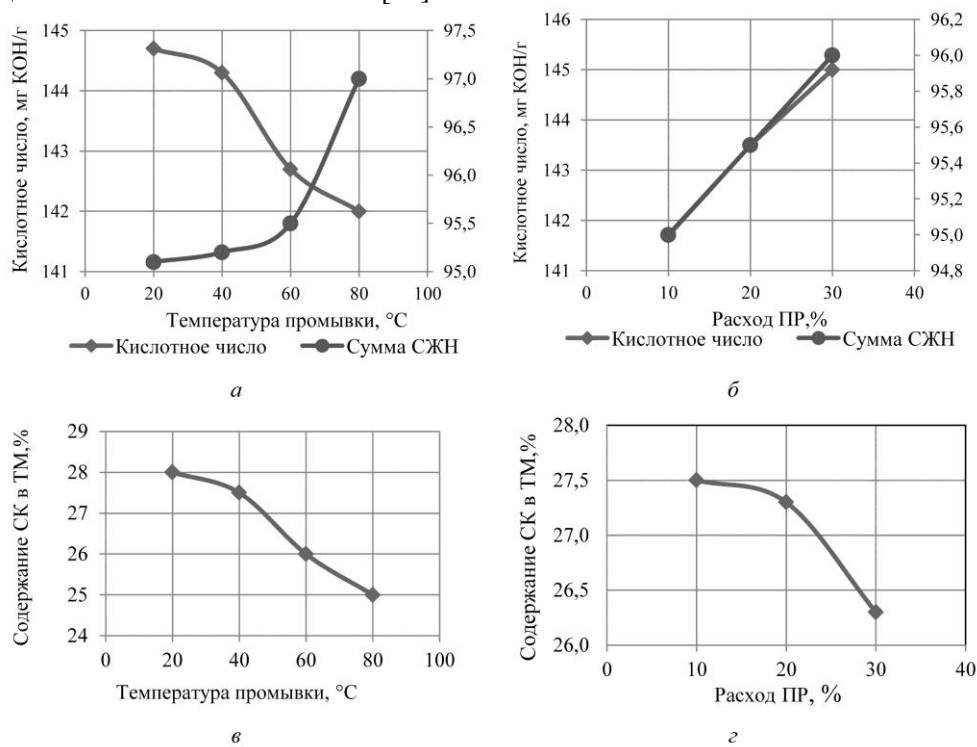


Рис. 3. Влияние параметров промывки СМ на характеристики ТМ (*а, б*) и содержание СК (*в, г*): *а, в* – температура промывки; *б, г* – расход ПР (цифры справа на вертикальной оси рис. 3, *а, б* – сумма СЖН)

Fig. 3. The effect of SS washing parameters on tall oil characteristics (*a, б*) and resin acid content (*в, г*): *a, в* – washing temperature; *б, г* – WS consumption (the digits on the right of the vertical axis of fig. 3, *a, б* – the amount of rosin, fatty acids, and neutral substances)

Содержание СК (рис. 3, *в*) увеличивается при снижении как температуры промывки, так и расхода ПР. Рост температуры промывки СМ отрицательно сказывается на содержании СК в ТМ. При повышении температуры промывки свыше 60 °С происходит снижение доли ТМ, что можно объяснить увеличением доли лигнина в СМ. Кроме того, при получении ТМ лигнин на

своей поверхности сорбирует смоляные кислоты в большей степени, чем жирные кислоты. Следовательно, при снижении общего количества кислот, доля СК сокращается больше, чем жирных кислот [9].

Увеличение расхода ПР уменьшает содержание СК в ТМ (рис. 3, з). Это можно объяснить тем, что при высокой температуре и сильном разбавлении мыла соли СК, в отличие от жирных кислот, переходят в молекулярно-растворенное состояние; для стимулирования образования мицелл необходимо понижение температуры.

Заключение

На основании результатов эксперимента предложены оптимальные параметры промывки смешанного сульфатного мыла для снижения потерь сырого таллового масла и улучшения его показателей. Выход таллового масла, полученного из промытого при температуре 40 °С мыла, увеличивается на 2 % при расходе промывного раствора 10...20 % от объема сульфатного мыла. Лимитирующим показателем является массовая доля смоляных кислот, поэтому оптимальными параметрами промывки смешанного сульфатного мыла для обеспечения качества таллового масла являются температура 20...40 °С и расход промывного раствора 10...20 % от объема мыла.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. А. с. 502992 СССР, МПК D21C 11/00. Способ очистки сырого сульфатного мыла: № 2008646/28-12: заявл. 21.03.74; опубл. 15.02.76 / Н.Ф. Комшилов, Н.С. Полежаева. [Komshilov N.F., Polezhayeva N.S. *A Method of Crude Sulfate Soap Purification*. Authorship Certificate USSR, no. 502992, 1976].
2. Богомолов Б.Д., Сапотницкий С.А., Соколов О.М., Соколова А.А., Филлипов Б.С., Мариев А.А., Тиранов П.П., Третьяков С.И., Новожилов Е.В., Гельфанд Е.Д., Селянина Л.И., Борисов Г.И. Переработка сульфатного и сульфитного щелоков: учеб. для вузов. М.: Лесн. пром-сть, 1989. 360 с. [Bogomolov B.D., Sapotnitskiy S.A., Sokolov O.M., Sokolova A.A., Filippov B.S., Mariyev A.A., Tiranov P.P., Tret'yakov S.I., Novozhilov E.V., Gelfand E.D., Selyanina L.I., Borisov G.V. *Processing of Sulfate and Sulfite Liquors: Textbook for Universities*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1989. 360 p.].
3. Богомолов Б.Д., Соколова А.А. Побочные продукты сульфатно-целлюлозного производства (химия и технология). М.: Гослесбумиздат, 1962. 280 с. [Bogomolov B.D., Sokolova A.A. *By-products of Sulfate Pulp Production (Chemistry and Technology)*. Moscow, Goslesbumizdat Publ., 1962. 280 p.].
4. 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. [Golovin A.I., Trofimov A.N., Uzlov G.A., Zhukova I.P., Kiprianov A.I., Prokhorchuk T.I., Kovalev V.E. *Wood Chemical Products of Sulfate Pulp Production*. Moscow, Lesnaya promyshlennost' Publ., 1988. 288 p.].
5. Кузнецов С.Н. Исследование процесса пенной промывки сульфатного мыла // Лесохимия и подсочка: реф. информ. М.: ВНИПИЭИлеспром, 1988. № 7. С. 4. [Kuznetsov S.N. Phenomenology of Foam Washing of Sulfate Soap. *Referativnaya informatsiya «Lesokhimiya i podsochka»*, 1988, no. 7, p. 4].
6. Минина Е.В., Третьяков С.И., Селянина С.Б. Промывка сульфатного мыла кислой водой // Тез. докл. Кластер-конференций по органич. химии «ОргХим-2013», СПб. (п. Репино), 17–21 июня 2013 г. С. 415–416. [Minina E.V., Tret'yakov S.I., Selyanina S.B. Sulfate Soap Washing with Acid Water. *Abstracts of the Cluster Conference*

on *Organic Chemistry "OrgChem-2013"*, Repino Village, Saint Petersburg, July 17–21, 2013. Saint Petersburg, 2013, pp. 415–416].

7. Патент 2528196 Российская Федерация, МПК с11В 13/00. Способ изготовления неочищенного таллового масла промыванием мыла с отделением карбоната кальция: № 2528196: опубл. 10.09.2014 / Р. Боулз, Д. Форэн, Д. Гриффин, Э. Суонн. опубл. 10.09.2014, Бюл. № 25. [Boulz R.I., Forehn D.S., Griffin D.Kh., Suonn E.H. Method of Manufacturing Crude Tall Oil by Soap Washing with Separation of Calcium Carbonate. Patent RF, no. 2528196, 2014].

8. Селянина Л.И., Селянина С.Б. Переработка низкокачественного сульфатного мыла: моногр. Архангельск: АГТУ, 2008. 208 с. [Selyanina L.I., Selyanina S.B. *Recycling of Low-Quality Sulfate Soap*: Monography. Arkhangelsk, ASTU Publ., 2008. 208 p.].

9. Селянина С.Б., Селиванова Н.В. Гидрофильно-олеофильные свойства сульфатного лигнина // Журн. прикладной химии. 2007. Т. 80, № 7. С. 170–175. [Selyanina S.B., Selivanova N.V. Hydrophilic-Oleophilic Properties of Sulfate Lignin. *Zhurnal prikladnoy khimii* [Russian Journal of Applied Chemistry], 2007, vol. 80, no. 7, pp. 170–175].

10. Селянина С.Б., Шварев П.О. Влияние промывки сульфатного мыла на процесс получения таллового масла // Лесн. журн. 1996. № 1-2. С. 157–161. [Selyanina S.B., Shvarev P.O. The Effect of Sulfate Soap Washing on Tall Oil Obtaining. *Lesnoy Zhurnal* [Forestry Journal], 1996, no. 1-2, pp. 157–161].

11. 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. [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](https://doi.org/10.17238/issn0536-1036.2018.3.149); URL: http://lesnoizhurnal.ru/upload/iblock/29e/149_160.pdf

12. Труфанова М.В., Селянина С.Б. Влияние минеральных компонентов на процесс утилизации отработанных варочных растворов сульфат-целлюлозного производства // Материалы Междунар. молодеж. экол. форума стран Баренц-региона, Архангельск, 2–5 июля 2001 г. Архангельск: АГТУ, 2001. С. 167–168. [Trufanova M.V., Selyanina S.B. The Influence of Mineral Components on the Disposal of Spent Cooking Solutions of Sulfate Pulp Production. *Proceedings of the International Youth Ecologist Forum of the Countries of the Barents Region, Arkhangelsk, July 2–5, 2001*. Arkhangelsk, ASTU Publ., 2001, pp. 167–168].

13. Эффективность промывки сульфатного мыла различными растворами // Лесохимия и подсоска: реф. информ.. М.: ВНИПИЭИлеспром, 1975. № 8. С. 5. [The Effectiveness of Sulfate Soap Washing with Various Solutions. *Referativnaya informatsiya «Lesokhimiya i podsochka»*, 1975, no. 8, p. 5].

14. *Chemical Pulping. Part 2, Recovery of Chemicals and Energy*. Ed. by P. Tikka. Finland, Paper Engineers' Association, 2008. 387 p.

15. Foran C.D. Tall Oil Soap Recovery. *TAPPI Kraft Recovery Short Course, Tampa, FL, USA, June 17–20, 2005*. Tampa, FL, Tappi, 2005, pp. 4.3-1–4.3-21.

16. Foran C.D. Tall Oil Soap Recovery. *Chemical Recovery in the Alkaline Pulping Processes*. Tappi, 2007, pp. 45–56.

17. Foran C.D., Swann F.E., Bowles R.E. *Process for Recovering Crude Tall Oil*. Patent US, no. 10041020, 2018.

18. Hofstedt A.G. *Method and System for Washing of Crude Tall Oil Soap*. Patent WO/2016/093765, 2016.

19. Hofstedt A.G. *Method and Arrangement for the Separation of Tall Oil Products from Black Liquor*. Patent US, no. 9719048, 2017.

20. Johansson A. Purification of Sulphate Soap. *International Tall Oil Symposium, Imatra, Finland, June 7–9, 1983*. Turku, Åbo Akademis kopieringscentral, 1983, p. 99–109.

21. Kovasin K., Tikka P., Laxén T. Solving Soap and Turpentine Related Process Problems in Softwood Kraft Mills. *Pulp and Paper: Canada*, 2002, vol. 103, iss. 6, pp. 30–35.
22. Morris C.W., Watkins G.S. *Tall Oil Recovery*. Patent US, no. 3575952, 1971.
23. Nogueira J.M.F., Castanho M.A.R.B. Crude Tall-Oil Sodium Salts Micellization in Aqueous Solutions Studied by Static and Dynamic Light Scattering. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2001, vol. 191, iss. 3, pp. 263–268. DOI: [10.1016/S0927-7757\(01\)00692-6](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(01)00692-6)
24. Panda H. *Handbook on Tall Oil Rosin Production, Processing and Utilization*. New Delhi, Asia Pacific Business Press Inc., 2013. 480 p.

MIXED SULFATE SOAP WASHING WITH NEUTRALIZED SPENT ACID

*E.V. Starzhinskaya*¹, *Process Engineer; ResearcherID: [E-2862-2019](https://orcid.org/0000-0002-4989-264X)*,

ORCID: [0000-0002-4989-264X](https://orcid.org/0000-0002-4989-264X)

*A.M. Kryazhev*², *Doctor of Engineering, Chief Technologist;*

ORCID: [0000-0002-3287-6387](https://orcid.org/0000-0002-3287-6387)

*S.I. Tret'yakov*³, *Candidate of Engineering, Prof.; ResearcherID: [S-2192-2019](https://orcid.org/0000-0003-1783-5349)*,

ORCID: [0000-0003-1783-5349](https://orcid.org/0000-0003-1783-5349)

*A.A. Glukhanov*³, *Candidate of Engineering, Assoc. Prof.*

¹LLC “Tekhservis”, ul. Sovetov, 4, of. 300, Novodvinsk, 164900, Russian Federation; e-mail: Lesochimik-lena@mail.ru

²LLC “Advis Plus”, nab. Obvodnogo kanala, 150, korp. 363, of. 232, Saint Petersburg, 191011, Russian Federation; e-mail: kryazhev@advisplus.com

³Northern (Arctic) Federal University named after M.V. Lomonosov, Naberezhnaya Severnoy Dviny, 17, Arkhangelsk, 163002, Russian Federation; e-mail: s.tret'yakov@narfu.ru

Sulfate soap, being a valuable by-product of pulp production by the sulfate process, is a mixture of saponified resin and fatty acids and unsaponifiables (sterols, fatty alcohols, aliphatic hydrocarbons, etc.). Sulfate soap micelles enlarge and during surfacing may entrain a portion of black liquor containing dissolved lignin, as well as impurities of calcium compounds; when settling the liquor formed in pulp washing. The main method of removing black liquor is additional settling of sulfate soap prior its processing. It is reasonable and cost effective to use for washing a solution of salts formed in decomposition of soap or spent acid neutralized to pH = 8–14. The article shows the necessity of washing of sulfate soap obtained from different wood species in pulping. Neutralized spent acid received in soap decomposition was used as a washing solution in an amount of 10, 20, and 30 % of sulfate soap volume. Washing was carried out at a temperature of 20–80 °C. The optimal conditions for mixed sulfate soap washing were determined: temperature (20–40 °C), and flow rate of the washing solution (10–20 %). It was found that under optimal washing conditions of mixed sulfate soap with neutralized spent acid, the yield of crude tall oil and its acid number increase, the alkali and lignin content decrease, and the decrease of resin acids in tall oil is prevented.

For citation: Starzhinskaya E.V., Kryazhev A.M., Tret'yakov S.I., Glukhanov A.A. Mixed Sulfate Soap Washing with Neutralized Spent Acid. *Lesnoy Zhurnal* [Forestry Journal], 2019, no. 5, pp. 194–202. DOI: [10.17238/issn0536-1036.2019.5.194](https://doi.org/10.17238/issn0536-1036.2019.5.194)

Keywords: sulfate soap, tall oil, black liquor, lignin, soap washing.

Поступила 07.02.19 / Received on February 07, 2019