



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

**OPIS PATENTOWY
PATENTU TYMCZASOWEGO**

112 506

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr

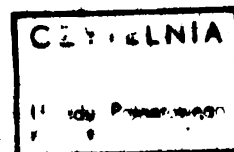
Int. Cl.² C11B 3/02
C11C 1/06
C11C 3/00

Zgłoszono 19.07.78 (P. 208517)

Pierwszeństwo

Zgłoszenie ogłoszono 04.06.79

Opis patentowy opublikowano 31.03.1982



Twórcy wynalazku: Jan Iwiński, Janina Cygańska, Tadeusz Czarnota,
Waldemar Kaszarek, Danuta Defée

Uprawniony z patentu tymczasowego: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób izomeryzacji przestrzennej olejów roślinnych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób prowadzenia sposobu izomeryzacji przestrzennej olejów roślinnych w celu poprawy ich właściwości przed zastosowaniem w produkcji farb i lakierów. Oleje izomeryzowane posiadają lepsze właściwości technologiczne przy syntezie żywic, których jakość jest podwyższona dzięki skróceniu czasu schnięcia i zwiększenia odporności uzyskiwanej powłoki.

Proces izomeryzacji przestrzennej kwasów tłuszczowych zawartych w oleju roślinnym (np. sojowym) w postaci trójglicerydów polega na zmianie konfiguracji podstawników przy węglach z podwójnymi wiązaniami z formy „cis” na formę „trans”, np. w przypadku kwasów mononienasyconych kwas olejowy (forma „cis”) przechodzi w kwas elaidynowy (forma „trans”). Dotychczas proces prowadzi się w fazie ciekłej, w obecności katalizatora w formie zawiesiny, w temperaturze od 150 do 280°C, pod ciśnieniem normalnym.

Najprostszy sposób prowadzenia tego procesu polega na ogrzewaniu i mieszaniu mechanicznym oleju z zawiesiną katalizatora w reaktorze z płaszczem grzejnym i mieszadłem odpowiedniego typu. Temperaturę mieszaniny utrzymuje się na zadanym poziomie poprzez cyrkulację medium grzejnego w płaszczu reaktora. Mieszadło np. turbinowe, utrzymuje katalizator w stanie zawiesiny, ułatwia kontakt fazy ciekłej z rozproszoną fazą stałą katalizatora oraz intensyfikuje wymianę ciepła.

W celu zwiększenia konwersji w metodzie ciągłej można stosować kaskadę reaktorów czyli kilka połączonych szeregowo aparatów, przez które kolejno przepływa

2

olej z zawiesiną katalizatora. Mieszanie w układzie można również prowadzić realizując za pomocą pompy cyrkulacyjnej obieg zewnętrzny oleju. W takim przypadku pompa obiegowa musi mieć wysoką wydajność oraz pracować w trudnych warunkach podwyższonej do ok. 270°C temperatury.

Główną wadą tych sposobów prowadzenia powyższego procesu jest jego mała szybkość w tych warunkach, a w konsekwencji długie czasy przebywania w reaktorze lub podwyższone temperatury pracy. Powoduje to małą wydajność aparaturową (z jednostki pojemności w jednostce czasu), a przy próbie intensyfikacji przez podwyższenie temperatury prowadzi do produktu o wysokim współczynniku lepkości i ciemniejszej barwie, co jest nie do przyjęcia w technologii lakierów.

Stwierdzono nieoczekiwanie, że można zintensyfikować proces skracając czas reakcji, jeżeli ogrzany olej z zawieszonym w nim katalizatorem przepuści się współprądowo ze sprężonym gazem obojętnym lub przegrzaną parą wodną przez element wyporowy lub szereg elementów wyporowych, wbudowanych do wnętrza reaktora i zanurzonych częściowo lub całkowicie w oleju. Element wyporowy składa się ze strumienicy i połączonej z nią (szczelnie lub luźno) cylindrycznej nadstawki. Proces prowadzi się w sposób ciągły w temperaturze 150—280°C pod ciśnieniem normalnym lub podwyższonym w reaktorze zbudowanym w kształcie pionowej kolumny, w której wnętrzu jest wbudowany jeden lub więcej elementów wyporowych.

Olej z zawiesziną katalizatora zasany do strumienicy sprężonym gazem lub przegrzaną parą wodną jako czynnikiem napędowym, wznosi się do góry cylindrycznym przedłużeniem strumienicy, gdzie następuje intensywne mieszanie ładunku prowadzące do rozerwania ciągłości fazy ciekłej i wytworzenie układu trójfazowego. Dzięki temu następuje intensywna wymiana energii, gwałtowne odnawianie powierzchni, bardzo skuteczne kontaktowanie oleju z cząstkami stałego katalizatora.

Olej surowy z zawiesziną katalizatora wprowadzany jest nad powierzchnię ładunku w reaktorze, a produkt odprowadza się z dolnej części warstwy reakcyjnej. Możliwe jest również wprowadzenie oleju surowego u dołu reaktora, a odprowadzanie produktu przelewem górnym. Ciepło do układu doprowadzane jest bądź poprzez ściankę reaktora od elektrycznych obwodów grzejnych umieszczonych na zewnątrz lub od grzałek wewnętrznych zanurzonych w ładunku. Jako gaz napędowy stosuje się azot lub argon, który krąży w obiegu zamkniętym, bądź przegrzaną parę wodną stosowaną w układzie otwartym.

Główną zaletą sposobu według wynalazku jest wyraźne skrócenie czasu reakcji (3 do 4-krotnie w porównaniu do dotychczas stosowanej metody z kaskadą mieszalników mechanicznych) oraz wyższa jakość produktu na skutek ograniczenia procesów ubocznych (polimeryzacji lub hydrolizy oleju).

Przykład I. Na przykładzie izomeryzacji oleju sojowego w aparaturze przedstawionej na rysunku wyjaśniona została istota wynalazku. Do reaktora 1 zbudowanego z dwóch centrycznie względem siebie ustawionych kolumn: wewnętrznej wyporowej o średnicy 80 mm, którą stanowi strumienica z przedłużeniem cylindrycznym oraz zewnętrznej kolumny opadowej o średnicy 200 mm, której dolna część tworzy komorę zasysania, wprowadza się uprzednio zizomeryzowany olej sojowy w ilości 50 kg tak, aby rura wyporowa została częściowo zanurzona i utrzymuje się temperaturę 280°C. Do reaktora nad powierzchnię ładunku, w sposób ciągły rozpoczyna się podawanie surowego oleju sojowego z szybkością 50 kg/godz. z 0,7%-owym dodatkiem zawiesziny katalizatora.

Jednocześnie, w dolnej części reaktora przez dyszę jest wprowadzany do strumienicy sprężony azot w ilości 3 Hm³/godz. ogrzany w wężownicy 6 do temperatury 270°C. Zasany do strumienicy strumieniem azotu olej z zawiesziną katalizatora wznosi się do góry kolumną

wyporową stanowiącą główną strefę reakcji. Po wyjściu z kolumny wyporowej gaz jest unoszony do góry a przereagowany olej opada z powrotem do komory zasysania. Średni czas przebywania oleju w reaktorze wynosi 1 godz. Gotowy produkt jest odprowadzany w sposób ciągły z dolnej części reaktora z szybkością podawania surowca. Produkt kieruje się po schłodzeniu w wężownicy do odbieralnika 7. Górna część reaktora 1 jest wewnątrz pusta i służy do grawitacyjnego oddzielania porwanych przez azot kropli oleju. Azot jako czynnik napędowy opuszcza reaktor w części górnej, zostaje schłodzony w chłodnicy 2 i po oczyszczeniu w łapaczu kropel i filtrze 3, podawany jest pompą obiegową 4 przez podgrzewacz 6 z powrotem do reaktora 1.

Tak otrzymany produkt posiadał barwę jasną, zawartość w nim izomerów „trans” wynosiła średnio 10,1% a lepkość oleju w 22°C wynosiła 73 cP.

Przykład II. W reaktorze jak w przykładzie I prowadzono analogicznie proces z tym, że jako czynnik napędowy stosowano parę wodną przegrzaną do temperatury 270°C. Pracowano w układzie otwartym. Para opuszczająca aparat wraz z niewielką ilością (do 5%) uniesionego oleju była skraplana w kondensatorze — chłodnicy 2, a kondensat odprowadzany do odbieralnika. W temperaturze procesu 280°C i przy szybkości zasilania 50 kg oleju na godz. uzyskano produkt surowy barwy jasnej, o zawartości izomerów trans 12,4% i współczynnika lepkości w 22°C—148 cP.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób izomeryzacji przestrzennej olejów roślinnych przez ogrzewanie oleju w temperaturze 150–280°C pod ciśnieniem normalnym lub zwiększonym w obecności stałego katalizatora wprowadzanego do układu w postaci zawiesziny, **znamięny tym**, że ogrzany olej z zawieszonym w nim katalizatorem przepuszcza się wielokrotnie współprądowo ze sprężonym gazem obojętnym lub wodną parą przegrzaną przez element wyporowy lub szereg elementów wyporowych wbudowanych do wnętrza reaktora i zanurzonych w oleju.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamięny tym**, że proces prowadzi się w sposób ciągły, przy czym odprowadzenie produktu odbywa się z przeciwnego końca reaktora w stosunku do doprowadzania surowca.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamięny tym**, że stosuje się obieg zamknięty gazu obojętnego.

