

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 762533 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 762533

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
C11D

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **03.09.1976**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **03.09.1976**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **05.03.1977**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

04.09.1975 GB 7536461

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Unilever N.V., Burgemeester s' Jacobplein 1, Rotterdam, ALANKOMAAT, (NL)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Duff, Alan John, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 • Segers, Jacobus Cornelis, Netherlands, ALANKOMAAT, (NL)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Leitzinger Oy, High Tech Center, Tammasaarenkatu 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä saippualluosten neutraloimiseksi

Förfarande för att neutralisera tvållösningar

Unilever N.V.
Burgemeester s'Jacobplein 1
Rotterdam
Hollanti

Menetelmä saippualiuosten neutraloimiseksi. - Förfarande för att neutralisera tvållösningar.

Esillä olevan keksinnön kohteena on saippualiuosten neutralointimenetelmä ja ennen kaikkea triglyseridiöljyjen alkaliraffinoinnista saatujen saippualiuosten neutralointi niissä olevan rasvamateriaalin talteenottamiseksi.

Suoritettaessa rasvaglyseridiöljyjen alkaliraffinointia käsitellään öljyä alkalinen vesiliuoksella joko jaksottaisena tai jatkuvana prosessina tarkoituksena poistaa öljyssä olevat vapaat rasvahapot ja muut haitalliset epäpuhtaudet. Tämän käsittelyn tuloksena syntyy raffinoitu öljyfaasi ja vesifaasi, josta tavallisesti käytetään nimitystä "saippuapohja" (soapstock), joka sisältää rasvahapposaippuaa, hieman öljyä ja epäpuhtauksia. Saippuapohja erotetaan tavallisesti raffinoidusta öljyfaasista joko saostamalla tai linkoamalla. Rasvamateriaalin kokonaismäärä (TFM) vesifaasissa vaihtelee riippuen raaka-aineena käytetyn tyyppistä ja tämän öljyn alkaliraffinointiprosessin tyyppistä, ja se voi olla niinkin suuri kuin 40 % tai niinkin pieni kuin 0,2 %.

Saippuapohja voidaan sen jälkeen tehdä happameksi, esim. sellaisilla hapoilla kuin rikkihappo tai kloorivetyhappo, ja reaktioseos voidaan tämän jälkeen tehdä happameksi öljyksi, joka sisältää olennaisesti

vapaita rasvahappoja, jaetaan vesifaasiksi, josta käytetään tavallisesti nimitystä "hapan vesi" (acid water), joka sisältää ylimäärin happoa ja sen suoloja sekä jonkin verran epäpuhtauksia. Tästä happokäsittelystä käytetään tavallisesti nimitystä "saippuapohjan lohkaaisu" (soap-stock-splitting).

Tähän asti on tällainen saippuapohjan lohkaaisu suoritettu yleensä jaksottaisena prosessina. Kun tarkoituksena on aikaansaada hapon ja saippuapohjan välinen täydellinen reaktio, sekoitetaan reaktioseosta tavallisesti höyryn avulla. Tästä jaksottain tapahtuvasta saippuapohjan lohkaismenetelmästä voi olla seurauksena happamien öljyjen huono laatu ja suuri hapon kulutus, mikä johtuu suhteellisen huonolla teholla vaikuttavista sekoitusolosuhteista. Höyryn suora käyttö sekoitukseen johtaa myös sellaisten höyrymäisten tuotteiden poistumiseen seoksesta, jotka ovat pahanhajuisia ja jotka aiheuttavat korroosiovaikeuksia.

Edellä mainittujen haittojen poistamiseksi jaksottaisesta prosessista on ehdotettu jatkuvan prosessin käyttöä saippuapohjan lohkaismenetelmästä. Vaikkakin tällaiset jatkuvat menetelmät ovat yleensä edullisia verrattuna aikaisemmin tunnettuihin jaksottaisiin prosesseihin, liittyy niihin sellainen suuri haitta, että niissä tarvitaan suuri ylimäärä happoa verrattuna stökiometriseen määrään saippuapohjassa olevan kaiken saippuamateriaalin täydellisen lohkaisureaktion varmistamiseksi ja happamien saippuoiden muodostumisen estämiseksi. Happamien saippuoiden muodostuminen merkitsee käytännössä sitä, että talteensaatujen vapaiden rasvahappojen määrä pienenee, minkä lisäksi syntyy vaikeuksia erotettaessa toisistaan hapanta öljyä ja happovettä. Tämän johdosta käytetään tavallisesti ainakin 30 - 100 % suuruisia hapon ylimääriä. Koska sillä happamella vedellä, joka on erotettu happameksi tehdystä saippuapohjasta, ei ole mitään taloudellista arvoa, on se poistettava jäteaineena, mutta vasta sen jälkeen, kun sen pH-arvo on säädetty käyttämällä suuria määriä alkalia, jotta tämä jäte ei olisi ympäristölle haitallista. Kuitenkin aiheuttavat myös happoveden suuret suolapitoisuudet ympäristön suojeluun liittyviä pulmia, minkä johdosta tällaisten runsaasti suolaa sisältävien jätteiden johtaminen vesistöihin ja/tai viemärijärjestelmiin ei ole hyväksyttävissä, josta taas on se seuraus, että happamen veden käsittely tulee hyvin kalliiksi.

Esillä olevan keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista se,

että happoa lisätään virtaavaan saippualiuokseen vähän ennen tämän liuoksen saapumista reaktiovyöhykkeeseen tai juuri tällä hetkellä, jolloin seosta pidetään pyörteisessä eli turbulენტtisessä virtauksessa, ja että hapon ja saippualiuoksen suhteellisia määriä säädetään mittamalla turbulენტtisen reaktioseoksen pH-arvo, jolloin kokonaishukka-ajan suhde reaktioseoksen reaktiovyöhykkeestä viipymisaikaan on pienempi kuin luku 1.

Esillä olevan keksinnön mukaisella menetelmällä aikaansaadaan se erityinen etu, että saippualiuosten happopitoisuustason automaattinen mittaaminen tulee mahdolliseksi, minkä johdosta käytettävän hapon ylimäärää voidaan olennaisesti vähentää verrattuna aikaisemmin tunnetuihin menetelmiin. Esillä olevan keksinnön mukaista menetelmää toteutettaessa saavutetaan tavallisesti stabiili pH-arvon säätö käyttämällä ainoastaan 10 - 20 % suuruisia hapon ylimääriä.

Toinen esillä olevan keksinnön mukaan aikaansaatava etu on se, että sitä toteutettaessa syntyy ainoastaan erittäin pieniä määriä happamia saippuoita, saippuat muuttuvat täydellisesti rasvahapoiksi ja saippuapohjassa oleva orgaaninen materiaali saadaan siitä täysin poistetuksi, minkä lisäksi myös sivureaktiot saadaan estetyiksi.

Esillä olevan keksinnön mukaiseen menetelmään liittyvä lisäetu on se, että sitä toteutettaessa prosessista poistuvien aineiden laatuaste tulee paremmaksi ja myös näiden aineiden määrä tulee huomattavasti pienemmäksi kuin tähän asti.

Muut keksinnöllä aikaansaatavat edut käyvät selville seuraavasta, yksityiskohtaisesta selostuksesta.

Menetelmä voidaan toteuttaa lämpötiloissa, joissa saippualiuoksen ja reaktioseoksen viskositeetit ovat riittävän pienet seosten helpon pumppaamisen tekemiseksi putkijohtoja myöten mahdolliseksi, minkä lisäksi reaktiovyöhykkeessä voidaan ylläpitää turbulენტtisia virtausolosuhteita. Tietyistä triglyseridiöljyistä alkaliraffinoinnilla saatavien vesipitoisten saippuapohjien viskositeetti on pienissä lämpötiloissa usein liian suuri, minkä johdosta on näissä prosesseissa ollut pakko käyttää korotettuja lämpötiloja noin 50 - 100°C ja edullisimmin noin 70 - 90°C.

Kaikkia saippuapohjia voidaan käsitellä riippumatta sen alkaliraffinointikäsitteilyn laadusta, jolla se on saatu, ja myös kulloinkin raffinoituneen öljyn laadusta. Saippuapohjassa kaikkiaan olevan rasvamateriaalin pitoisuus on noin 1 - 25 %.

Joko vesiliuoksina tai ei-vesiliuoksina olevat saippualiuokset, jotka ovat saadut muista prosesseista kuin alkaliraffinoinnista, ovat myös käsiteltävissä esillä olevan keksinnön mukaisesti.

Vaikkakin edullisimmin käytetään rikkihappoa, voidaan käyttää myös muitakin happoja, kuten kloorivetyhappoa.

Turbulenttiset olosuhteet on säilytettävä koko reaktiovyöhykkeessä.

Kokonaishukka-ajan suhde keskimääräiseen käsittelyaikaan on edullisimmin alle 1:5 ja vielä sopivimmin alle 1:10. Tämän suhteen raja-arvo riippuu saippuapohjan titraamalla mitattavista ominaisuuksista ja prosessiolosuhteiden pysymisestä niille säädetyissä arvoissa, ja se voi ihanteellisissa olosuhteissa lähestyä lukuarvoa 1.

On mahdollista suorittaa pH-arvon mittaaminen itse reaktiovyöhykkeessä, mutta pH-mittausanturin puhdistamisen helpottamiseksi ja sen oikean toiminnan tarkistamiseksi pH-mittaus suoritetaan sopivimmin reaktiovyöhykkeen ulosvirtauspäässä siinä kohdassa, jossa reaktioseos on juuri poistunut reaktiovyöhykkeestä.

On tärkeää, että pH-arvo mitataan reaktioseoksen ollessa turbulenttissa virtausolosuhteissa, jotta reaktioseoksen jakautuminen happameen öljyfaasiin ja happameen vesifaasiin saataisiin estetyksi. Tällainen erottuminen voisi aikaansaada virheellisiä pH-mittaustuloksia ja täten tehdä prosessin säädön mahdottomaksi. Tarvittava turbulenttisuus voidaan aikaansaada tällä alalla tunnetuilla tavoilla, esimerkiksi käyttämällä sopivasti johdettuja virtaussiivekkeitä.

Happo tulisi lisätä saippualiuokseen sopivimmin juuri ennenkuin saippualiuos tulee reaktiovyöhykkeeseen. Tämä merkitsee sitä, että laitteessa, jossa toteutetaan keksinnön mukainen menetelmä, olevan putken pituus haponlisäyskohdan ja sen kohdan, jossa tämä putki liittyy reaktiovyöhykkeeseen, tulee olla niin lyhyt kuin käytännössä on mahdollista, koska tämän putken liian suuri pituus ei ainoastaan lisää hukka-aikaa

vaan voi myös aiheuttaa sivureaktioita, kuten happamien saippuoiden muodostumista ja/tai sulfonoitumisreaktioita sekä syöpymistä, jos käytetään väkevää rikkihappoa. Kussakin neutralointilaitoksessa käytettävän putken täsmällisen suurimman sallitun pituuden voi alan ammattimies helposti määrittää soveltamalla esillä olevan keksinnön mukaisia periaatteita.

Esillä olevan keksinnön mukaisen menetelmän eräs edullinen suoritusmuoto on esitetty oheisissa piirustuksissa, joissa eri kuvioiden merkitykset ovat seuraavat:

Kuvio 1 esittää tämän suoritusmuodon toteuttamista havainnollistavaa prosessikaaviota.

Kuvio 2 esittää leikkausta kuviossa 1 esitetystä sekoitusastiasta.

Kuvio 3 esittää kuvion 2 mukaisesta sekoitusastiasta nitkin viivaa A-A otettua leikkausta.

Kuvio 4 esittää tyypillisiä titrauskäyriä saippuapohjista, joissa olevan rasvan kokonaismäärä (TFM) vaihtelee.

Kuviossa 1 on sekoitusastia esitetty viittausnumerolla 1. Saippuapohjaa syötetään sekoitusastiaan putkea 2 myöten pumpun 3 avulla. Koska prosessiin tulevan saippuapohjan tulovirtaama vaihtelee, syötetään sitä ensin puskurisäiliöön 4 sen seikan varmistamiseksi, että sekoitusastiaan tulevan materiaalin virtaama pysyisi enemmän tai vähemmän vakiosuuruusena prosessin helpon säädön varmistamiseksi. Tämä puskurisäiliö on edullisesti varustettu sopivilla sekoituselimillä saippuapohjan pitämiseksi halogeenisena ja se on lisäksi varustettu myös jollakin sopivalla kuumennuslaitteella, esimerkiksi höyrykierukoilla, saippuapohjan pitämiseksi vaadittavassa lämpötilassa.

Happoa syötetään varastosäiliöstä 5 putkea 6 myöten säätöventtiiliin 7 kautta saippuapohjan joukkoon. On tärkeää, että happoa lisätään saippuapohjaan juuri ennen sitä kohtaa, jossa virtaava saippuapohja saapuu reaktiovyöhykkeeseen, jotta tällä tavoin hapon kosketusaika saippuapohjan kanssa saataisiin mahdollisimman lyhyeksi, ennenkuin ne sekoittuvat perusteellisesti, jotta saippuapohjassa olevan orgaanisen materiaalin hiiltyminen saataisiin estetyksi ja jotta myös sivureaktioilta, kuten sulfonointireaktioilta, välttyttäisiin. Tämä seikka on

Myös tärkeä järjestelmän hukka-ajan pitämiseksi mahdollisimman pienenä.

Reaktioastia on edullisimmin ns. takasekoitustyyppiä, mikä tarkoittaa sitä, että saippuapohja ja happo, jotka tulevat reaktioastiaan, sekoituvat kauttaaltaan koko astiassa mahdollisimman lyhyessä ajassa. Takasekoitusasteen sopiva määrä voidaan aikaansaada esim. sopivilla sekoituselimillä, jotka ovat alalla sinänsä tunnettuja. Tällöin aikaansaadaan se etu, että pH-arvon vaihteluaika jää hyvin lyhyeksi ja että reaktion säädettävyys tulee paremmaksi. Hapon ja saippuapohjan perusteellisen sekoittumisen varmistamiseksi on reaktioastiassa ylläpidettävä turbulenttisia olosuhteita. On todettu, että kuvioissa 2 ja 3 esitettyä tyyppiä olevissa reaktoreissa on turbulenttisuusaste riittävän suuri, jos Reynold-luku on ainakin 8.000 mitattuna sekoittimen pään kohdalta.

Edellä mainittu Reynold-luku on tässä tapauksessa määritettävissä seuraavasta yhtälöstä:

$$Re = \frac{\rho \cdot n \cdot d^2}{\eta}$$

jossa: ρ = saippuapohjan tiheys (kg/m^3)
 n = sekoittimen nopeus (kierr./min.)
 d = sekoittimen halkaisija (m)
 η = saippuapohjan viskositeetti (Ns/m^2)

Kuten edellä on esitetty, tulee hukka-ajan ja keskimääräisen viipymisajan olla pienempi kuin lukuarvo 1. Keksimääräinen viipymisaika saadaan lasketuksi seuraavasta yhtälöstä:

$$t_r = \frac{\text{hapon lisäyskohdan ja pH-mittauskohdan välinen tilavuus}}{\text{reaktioseoksen virtausnopeus}}$$

Sisäinen hukka-aika määritetään tällöin sen ajanjakson pituutena, joka alkaa pH-arvon muuttumisesta sinä hetkenä, jolloin hapon lisääminen tapahtuu ja joka aiheutuu hapon virtauksessa, hapon väkevyydessä, saippuapohjan virtaamisessa ja/tai saippuapohjan väkevyydessä tapahtuvista muutoksista, ja päättyy silloin, kun tämä muutos mitataan pH-mittauselektrodilla.

Tämä sisäinen hukka-aika koostuu kuvion 1 mukaisessa systeemissä reaktioastian hukka-ajasta, johon on lisätty se hukka-aika, joka syntyy hapon lisäyskohdan ja reaktioastian sekä reaktioastian ja pH-mittauskohdan välisissä putkissa.

Esimerkiksi turbiinisekoittimella varustetussa astiassa syntyvä hukka-aika voidaan laskea seuraavasta yhtälöstä:

$$t_d = \frac{\text{reaktioastian tilavuus}}{\phi v}$$

jossa: t_d = hukkaaika (sek.), ja
 ϕv = sekoittimen pumppausteho (m^3/s).

Tämä pumppausteho voidaan puolestaan laskea seuraavasta yhtälöstä:

$$\phi v = K \cdot n \cdot d^3.$$

jossa: d = sekoittimen halkaisija (m)
 n = sekoittimen nopeus (kierr./s.)
 K = vakio riippuen sekoittimen tyypistä.

Putkistossa syntyvä hukka-aika on sama kuin se aika, joka käsittää saippuapohjan virtaamisen hapon lisäyskohdasta reaktioastiaan lisätty-nä sillä ajalla, jonka reaktioastiasta poistuva reaktioseos tarvitsee kulkiessaan pH-mittauskohtaan riippumatta siitä, oliko jompi kumpi tai molemmat näistä kohdista reaktioastian ulkopuolella. Nämä ylimääräiset aikahäviöt on sopivimmin koetettava muodostaa niin lyhyiksi kuin mahdollista suunnittelemalla vastaavat yhdysputket niin lyhyiksi kuin mahdollista. Lisäämällä sisäinen hukka-aika säätöjärjestelmän hukka-aikaan saadaan kokonaishukka-aika.

Teoreettisista syistä mitataan pH-arvo edullisimmin reaktioastiassa, mutta koska pH-mittauskenno vaatii säännöllisesti toistuvaa puhdistusta ja säätöä, pH-mittauskenno sijoitetaan sopivimmin reaktioastian ulosvirtausputkeen. On pidettävä huolta siitä, että reaktioseos pH-mittauskennoissa on tubulenttisissa virtausolosuhteissa, esim. suunnittelemalla putken muotoilu sopivaksi ja/tai järjestämällä tähän kohtaan sopivia virtaussiivekkeitä, millä vältetään happamen öljyn ja happamen veden erottuminen toisistaan, joka erottuminen saattaisi johtaa virheellisiin pH-mittauksiloksiin, mistä puolestaan olisi seu-

rauksena suurta haittaa prosessin säädölle. Nämä toimenpiteet turbulenssin aikaansaamiseksi ja ylläpitämiseksi ovat tällä alalla ennestään tunnettuja.

pH-mittauskenno 8 on sinänsä tunnettua tällä alalla käytettyä rakennetta. Tämän kennon antama signaali siirtyy laitteeseen 9 (piirustuksissa PHIT eli "pH-arvon siirtolaite") ja siitä edelleen esim. tavalliseen kolmiosaiseen prosessin säätölaitteeseen 10 (piirustuksissa PHRC eli "pH-mittauksella toimiva säätölaite"), joka on säädetty ylläpitämään tiettyä pH-arvoa ja jota käytetään hapon virtaaman säätämiseksi alalla sinänsä tunnetun säätölaitteen 11 ja venttiilin 7 välityksellä.

Reaktioseos syötetään tavallista rakennetta olevaan dekantointiasastiaan 12 happamen öljyn ja happamen veden erottamiseksi toisistaan. Erotus voidaan suorittaa myös linkoamalla.

Esillä olevan keksinnön tarkoituksena on aikaansaada myös laite keksinnön mukaisen menetelmän toteuttamiseksi, jolle on tunnusomaista se, että siinä on sekoitusastia 1, joka on varustettu sekoituselimillä, putkijohto 2, joka liittyy tähän sekoitusastiaan saippualliuoksen syöttämistä varten, putki 6, joka liittyy sekoitusastiaan hapon syöttämiseksi edellä mainittuun astiaan tai putkeen 2 sellaisessa kohdassa, joka on lähellä sekoitusastiaa, säätöventtiili 7, joka on sijoitettu joko putkeen 2 tai putkeen 6, pH-mittauskenno 8, joka on sekoitusastiassa tai sen ulosvirtausputkessa, elimet 9 signaalin lähettämiseksi pH-mittauskennosta säätölaitteeseen 10, joka säätelee venttiilin 7 kautta tapahtuvaa virtaamaa edellä mainitun signaalin arvon perusteella, jolloin sekoitusastian koko, venttiilin 7 sijoituskohta, pH-mittauskennon 8 sijoituskohta ja sekoituselinten sekoitus-teho ovat sellaiset, että kokonaishukka-ajan suhde keskimääräiseen viipymisaikaan on pienempi kuin lukuarvo 1.

Kuviot 2 ja 3 esittävät leikkauksia standardirakenteisesta reaktioastiasta, jota voidaan käyttää keksinnön mukaista menetelmää toteuttaessa. Reaktioastiassa on edullisesti siivekkeet reaktiokomponenttien bisiinsa sekoittumisen edistämiseksi ja takaisinsekoittumisen riittävän määrän varmistamiseksi.

Kuviossa 4 on esitetty titrauskäyriä, jotka ovat saadut tutkittaessa soijaöljystä saatuja tyypillisiä saippuapohjia. Niistä käy selville,

että tyypillinen saippuapohja, jonka rasvamateriaalin kokonaismäärä (TFM) on 4,8 %, on sellaista, että sen titrauskäyrässä on hyvin jyrkkä kohta pH-arvojen noin 7 ja noin 2,5 välissä, mikä merkitsee sitä, että pienikin hapon virtaamassa tapahtuva muutos aiheuttaa tällä alueella pH-arvon suuria ja nopeita muutoksia. Juuri tällä alueella, (esim. pH 3,5) suoritetaan lohkaisureaktio edullisesti ja säädetyllä tavalla. Pyrittäessä säätämään reaktio tapahtuvaksi pH-arvossa 3,5 aikaansaa jo pienikin hapon tulovirtaaman pientyminen (tai saippuan tulovirtaaman lisääntyminen jne.) yleensä pH-arvon nopean kasvamisen. Tämän pH-herkkyyden takia on tähän asti prosessin valvoja pientänyt pH-pitoarvon lukuun 3, jotta mittaukset olisivat stabiilimmat. Kuitenkin tästä on se seuraus, että hapon virtaamaa täytyy suuressa määrin lisätä, jopa 100 % tai vieläkin enemmän.

Näihin aikaisemmin tunnettuihin menetelmiin verrattuna on esillä olevan keksinnön mukaisella menetelmällä saavutettavissa se erityinen etu, että mittaukset ja pH-arvon säätö saadaan stabiileiksi, minkä lisäksi happoa tarvitsee käyttää vain pieni ylimäärä, tavallisesti vähemmän kuin 15 % ja useimmiten vähemmän kuin 10 % tai vieläkin vähemmän, mistä on seurauksena huomattavia säästöjä saippuan lohkaistu-prosessissa.

Esimerkki

Kuviossa 1 esitetyssä prosessikaaviossa ja kuvioissa 2 ja 3 esitetyissä reaktioastiassa, jonka halkaisijan ja korkeuden suhde on 1:1 ja joka on varustettu turbiinityyppisellä sekoittimella, jonka siipien halkaisija on 1/3 astian halkaisijasta ja joka on sijoitettu astian korkeuden 1/3 verran astian pohjan yläpuolelle, suoritettiin saippuan-lohkaisureaktiota koskevia kokeita. Saippuapohjan lämpötila oli 90°C. Reaktioseoksen annettiin jakautua dekantterisäiliössä 1 tunnin aikana. Ylempi kerros (hapan öljy) sisälsi rasvahappoja ja triglyseridiöljyjä ja alempi kerros (hapan vesi) sisälsi siihen liuenneita rasva-aineita, glyserolia ja rikkihapon ylimäärän, minkä johdosta sen teho-arvo oli noin 3. Muut näissä kokeissa käytetyt olosuhteet olivat seuraavat:

- Reaktioastian tilavuus: 560 ml
- Mittauskennon tilavuus: 210 ml
- Nämä molemmat olivat liitetyt toisiinsa taipuisalla putkella, jonka pituutta vaihdeltiin tarkoituksena vaihdella kokonaishukka-aikaa.

- Saippuapohjan virtaama oli 10 - 140 l/h
- Vaihtelemalla kahden viimeksi mainitun kohdan lukuarvoja oli mahdollista valita sellainen kokonaishukka-ajan ja viipymisajan suhde, joka vaihteli rajoissa $1/7$ - $1/20$.
- Myös sekoittimen nopeutta vaihdeltiin
- Rikkihapon pitoisuus oli 78 painoprosenttia.

Kokeista saadut tulokset ovat esitetyt seuraavassa taulukossa.

TAULUKKO

Saippuapohjan ominaisuudet					Reaktio-olosuhteet			pH-säätöolosuhteet					Analyysitulokset			
Lähtö- aine	TFM (%)	FFA TFM: ssä (%)	NaOH (%)	Happo- arvo (-)	Visko- siteet- ti (cp)	Sekoit- timen nopeus (kierr./ min.)	Rey- nold- luku (-)	Lohkai- suläm- pötila (°C)	Vii- pymis- aika (t _r) (sek.)	Koko- nais- hukka- aika (t _d) (s)	Suh- de t _d / t _r	Loh- kai- sun pH	H ₂ SO ₄ yli- mää- rä (%)	pH- mit- taus	Saip- puu hap- pames- sa öljy- ssä (%)	TFM hap- pames- sa ve- dessä (ppm)
Pal- mu- öljy	7,8	81,3	0,04	-	1,3	390	8000	90	24	3,7	1/7	3,0	10	stabiili	0,01	-
"	7,8	81,3	0,04	-	1,3	390	8000	90	39	3,9	1/10	3,2	7	"	0,01	600
"	7,8	81,3	0,04	-	1,3	390	8000	90	80	4,0	1/20	3,0	10	"	0,01	-
"	7,8	81,3	0,04	-	1,7	510	8000	70	39	3,9	1/10	3,0	10	"	0,01	540
Soi- ja- öljy	4,8	68,1	-	1,3	0,94	300	8000	90	39	3,9	1/10	3,2	12	"	0,01	1100
"	4,8	68,1	-	1,3	1,02	300	8000	70	39	3,9	1/10	3,2	12	"	0,01	1010

Patenttivaatimukset

✓ 1. Menetelmä saippualiuoksen neutraloimiseksi, jossa menetelmässä happoa lisätään virtaavaan saippualiuokseen vähän ennen kuin tämä liuos tulee reaktiovyöhykkeeseen tai juuri sillä hetkellä, jolloin ylläpidetään turbulenttisia virtausolosuhteita, t u n n e t t u siitä, että hapon ja saippualiuoksen suhteellisia määriä säädetään sen signaalin perusteella, joka saadaan mittaamalla turbulenttisen reaktioseoksen pH-arvo, jolloin kokonaishukka-ajan suhde siihen keskimääräiseen aikaan, jonka reaktioseos viipyy reaktiovyöhykkeessä, on pienempi kuin luku 1.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kokonaishukka-ajan suhde keskimääräiseen viipymis aikaan on pienempi kuin 0,2.

3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että kokonaishukka-ajan suhde keskimääräiseen viipymis aikaan on pienempi kuin 0,1.

4. Patenttivaatimusten 1 - 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että reaktioseoksen pH-arvo mitataan reaktiovyöhykkeen ulosvirtauskohdalla.

5. Patenttivaatimusten 1 - 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että neutraloidaan saippualiuos, jossa olevan rasvamateriaalin kokonaismäärä (TFM) on noin 1 - 25 %.

6. Yhden tai useamman patenttivaatimuksista 1 - 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vesipitoinen saippuapohja, joka on saatu triglyseridiöljyn alkaliraffinointiprosessista, neutraloidaan.

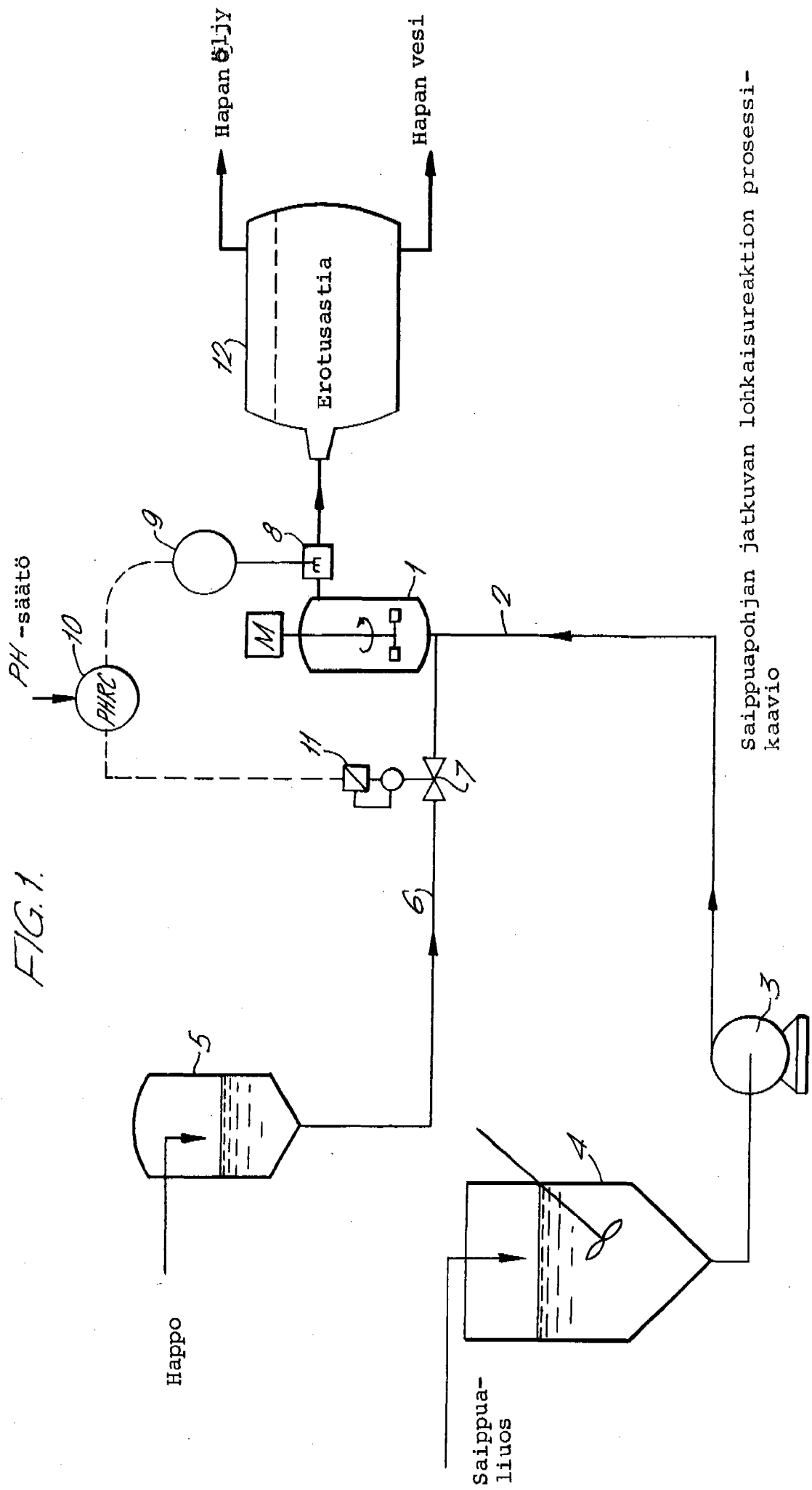
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että neutralointi suoritetaan lämpötiloissa noin 50 - 100°C.

8. Patenttivaatimuksen 6 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että neutralointi suoritetaan lämpötiloissa noin 70 - 90°C.

Patentkrav

1. Förfarande för neutralisering av tvållösning, i vilket förfarande i den flytande tvållösningen tillsättes syra kort innan eller just då denna lösning ankommer till reaktionszonen, varvid turbulenta strömningsförhållanden upprätthålles, k ä n n e t e c k n a t därav, att syrans och tvålens relativa mängder regleras på grund av den signal, som erhålles genom mätning av den turbulenta reaktionskompositionens pH-värde, varvid den totala tidsförlustens förhållande till den medeltid, som reaktionskompositionen dröjer i reaktionszonen, är mindre än talet 1.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den totala tidsförlustens förhållande till medel-dröjningstiden är mindre än 0,2.
3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att den totala tidsförlustens förhållande till medel-dröjningstiden är mindre än 0,1.
4. Förfarande enligt patentkraven 1 - 3, k ä n n e t e c k n a t därav, att reaktionskompositionens pH-värde mäts vid reaktionszonens utströmningsställe.
5. Förfarande enligt patentkraven 1 - 4, k ä n n e t e c k n a t därav, att en tvållösning neutraliseras, vilken har en totalmängd av fettmaterial (TFM) av c:a 1 - 25 %.
6. Förfarande enligt ett eller flera av patentkraven 1 - 5, k ä n n e t e c k n a t därav, att den vattenhaltiga tvålbasen, som erhållits från alkaliraffineringsprocessen av triglyceridolja, neutraliseras.
7. Förfarande enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att neutraliseringen utförs i temperaturer mellan c:a 50 - 100°C.
8. Förfarande enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att neutraliseringen utförs i temperaturer mellan c:a 70 - 90°C.

FIG. 1.



Saippuapohjan jatkuvan lohkaisureaktion prosessi-
kaavio

FIG. 2.

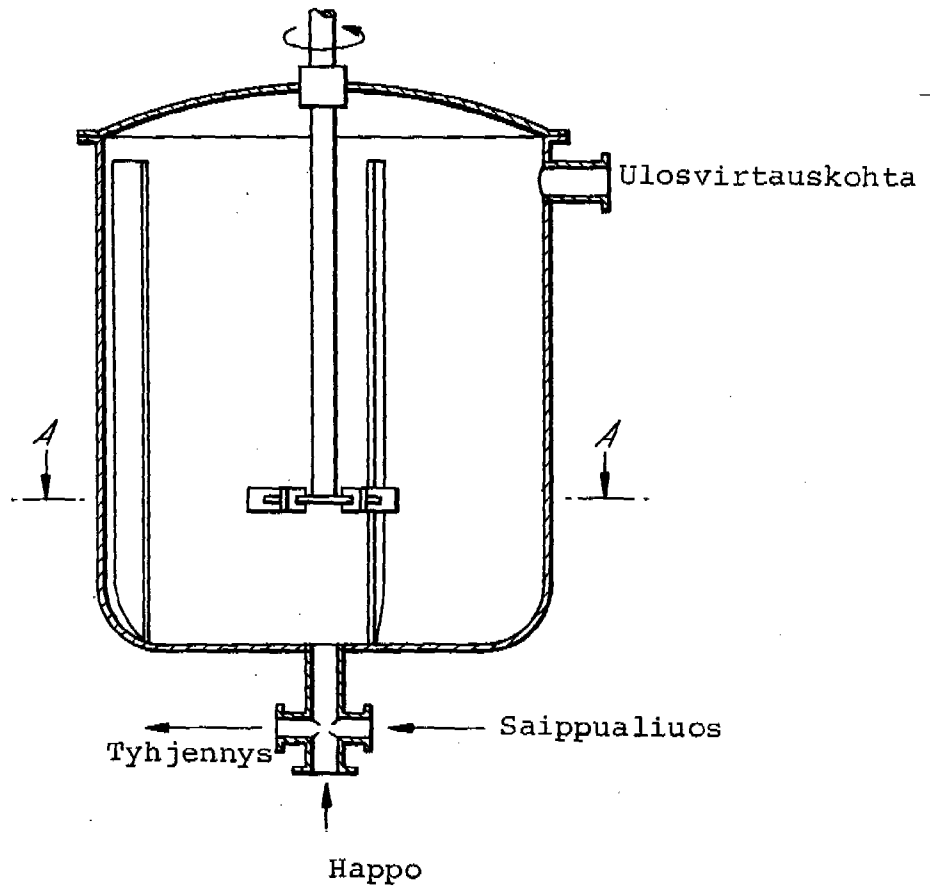


FIG. 3.

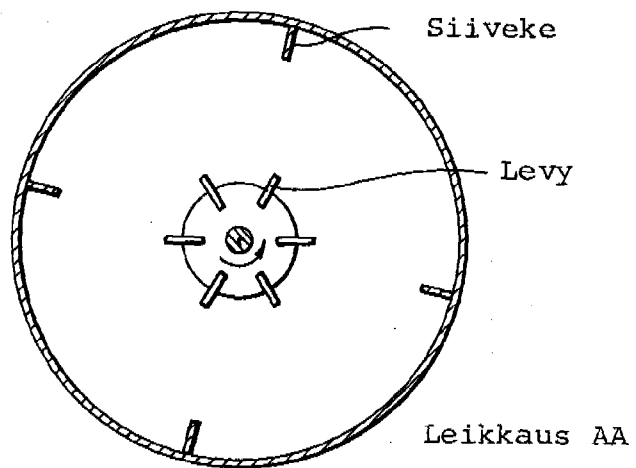
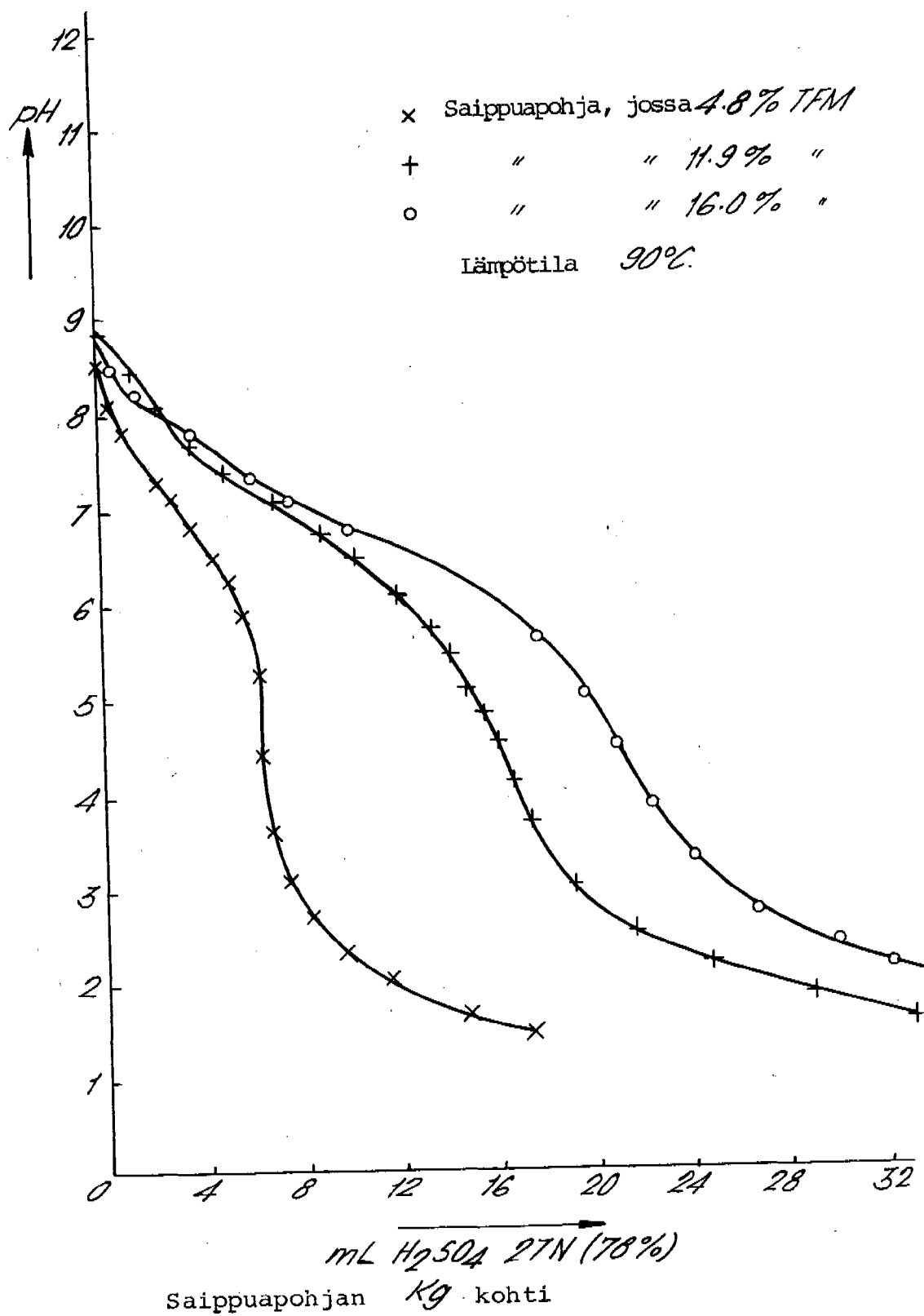


FIG. 4.



Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patentansökningar:

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja: - Ansökningspublikationer, utläggnings- och patentskrifter:

Suomi - Finland _____
 Iso-Britannia - Storbritannien 787 715 (C09 f)
 Norja - Norge _____
 Ranska - Frankrike _____
 Ruotsi - Sverige _____
 Saksa - BRD - Tyskland H 1467 542 (C11 C), 2361 644 (C11 C1/04)
 Sveitsi - Schweiz 321 112 (38a)
 Tanska - Danmark _____
 USA 3428 660 (C11 b 13/02), 2607 718 (208-178)
3216 925 (208-273), 3804 819 (C09 f 1/00)

Muita julkaisuja: - Andra publikationer: