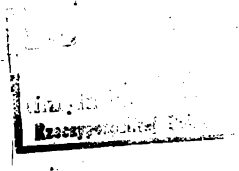


Warszawa, dnia 23 stycznia 1951 r.



CO 7c 69/24



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 33977

Kl. 12 o, 11

Severočeskê Tukové Závody (dříve Jiří Schicht), národní podnik
(Ujście nad Łabą, Czechosłowacja)

Sposób estryfikowania kwasów tłuszczowych jednowartościowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym

Zgłoszono 6 września 1946 r.

Udzielono 4 stycznia 1950 r.

Pierwszeństwo: 24 października 1942 r. (Niemcy)

Reakcja estryfikacji, zachodząca między kwasami tłuszczowymi i jednowartościowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym, jest odwracalna i przebiega do osiągnięcia stanu równowagi. Powstająca przy estryfikacji woda przedłuża czas trwania reakcji i zmniejsza wydajność otrzymanego estru. W celu przyspieszenia reakcji i zwiększenia jej wydajności stosuje się rozmaite katalizatory i środki odwadniające, z których najbardziej znany jest stężony kwas siarkowy lub solny. Stosowaniu kwasu siarkowego stoi na przeszkodzie jego działanie zwęglające, a po za tym możliwość powodowania reakcji ubocznych. Mniej energicznie działającymi katalizatorami są kwasy sulfonowe o działaniu rozszczepiającym tłuszcze. Związki te otrzymuje się przez sulfonowanie mieszanin związków aromatycznych i hydroaromatycznych lub przez sulfonowanie olejów mineralnych. Techniczne kwasy sulfonowe nie stanowią produktów chemicznie ściśle określonych. Są one przeważnie niecałko-

wicie rozpuszczalne w wodzie oraz w kwasach tłuszczowych i zawierają składniki nierozpuszczalne również w alkaliach. Po ukończonej estryfikacji nie można usunąć całkowicie tych zanieczyszczeń przez zwykłe wymywanie ani przez braktowanie alkaliami, ani za pomocą destylacji z parą wodną. Korzystnie estryfikację przeprowadza się w temperaturach podwyższonych. Stosuje się przy tym znaczną ilość kwasów sulfonowych w przybliżeniu równą ilości wagowej kwasu tłuszczowego. Przy wszystkich tych sposobach estryfikowania trzeba stosować możliwie wysokoprocentowy alkohol.

Według wynalazku można z dobrą wydajnością wytworzyć estry o dużej czystości wyższych kwasów tłuszczowych i jednowartościowych alkoholów o niskim ciężarze cząsteczkowym, stosując jako katalizator kwas β -kamforosulfonowy. Kwas β -kamforosulfonowy daje się dogodnie wytwarzać w stanie całkowicie czystym i jest łatwo rozpuszczalny w wodzie, dzięki czemu moż-

na go usunąć całkowicie z mieszaniny reakcyjnej za pomocą wymywania wodą. Jest on też rozpuszczalny w kwasach tłuszczowych.

Estryfikowanie można przeprowadzić w sposób zwykły przez gotowanie pod chłodnicą zwrotną mieszaniny kwasu tłuszczowego i alkoholu z małym dodatkiem kwasu β -kamforosulfonowego jako katalizatora. Z mieszaniny poreakcyjnej ester daje się wyodsonić przez oddestylowanie alkoholu i wymycie kwasu β -kamforosulfonowego wodą.

Praktycznie całkowite zestryfikowanie przy użyciu bardzo małej ilości kwasu β -kamforosulfonowego można osiągnąć, skoro przez ogrzany powyżej temperatury wrzenia alkoholu kwas tłuszczowy, w którym jest rozpuszczona odpowiednia ilość kwasu β -kamforosulfonowego, przepuszcza się powoli alkohol w stanie ciekłym lub w postaci pary. Przy tym sposobie przeprowadzania reakcji użyte ilości kwasu β -kamforosulfonowego mogą być bardzo małe i wynoszą przeciętnie 0,1 — 0,5% w stosunku do ilości kwasu tłuszczowego. Należy przy tym baczyć na dokładne przemieszanie kwasu tłuszczowego z alkoholem. Osiąga się to bądź przez mieszanie, bądź przez zastosowanie aparatury, zaopatrzonej w ciała wypełniające. Pracę można prowadzić w sposób ciągły w przeciwnym kierunku, doprowadzając alkohol z dołu, kwas tłuszczowy zaś z góry, do naczynia reakcyjnego, mającego kształt kolumny. Utworzony ester odciąga się z dolnej części naczynia reakcyjnego.

Alkohol nie przereagowany unosi przy oddestylowaniu utworzoną na skutek reakcji wodę. Przy tym sposobie pracy nie jest rzeczą konieczną stosowanie alkoholu wysokoprocentowego.

Przykład I. 100 kg kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego gotuje się w ciągu 5 godzin pod chłodnicą zwrotną z 60 kg 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego i 5 kg kwasu β -kamforosulfonowego. Po oddestylowaniu alkoholu i wymyciu wodą otrzymuje się produkt reakcji zawierający 92 — 93% estru etylowego kwasu z oleju buraczanego.

Przykład II. W większym naczyniu reakcyjnym ogrzewa się do temperatury 180°C, mieszając, 150 części kwasu z oleju buraczanego, zawierającego 0,75 części kwasu β -kamforosulfonowego i przez rurę wlewową sięgającą do dna naczynia o zwężonym otworze wyjściowym wlewa się stopniowo w ciągu 4 godzin 90 części 94,8% (wa-

gowo) alkoholu etylowego. Nadmiar alkoholu oddestylowuje się z wodą, utworzoną podczas reakcji. Po przemyciu wodą otrzymuje się produkt reakcji, składający się do 98% z estru etylowego kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego i zawierający tylko około 2% nie zestryfikowanego kwasu tłuszczowego.

Przykład III. W aparaturze opisanej w przykładzie II rozpuszcza się w 150 częściach wyższego kwasu tłuszczowego 0,75 części kwasu β -kamforosulfonowego i w temperaturze 130°C wprowadza stopniowo w ciągu 6 godzin 225 części 95% (wagowo) alkoholu etylowego. Po wymyciu kwasu β -kamforosulfonowego wodą otrzymuje się produkt reakcji, zawierający 98% estru etylowego kwasu tłuszczowego.

Przykład IV. Do podanej w przykładzie II ilości kwasu tłuszczowego wprowadza się w temperaturze 130°C 140 części 50% (wagowo) alkoholu etylowego. Po oddestylowaniu alkoholu i wody dodaje się jeszcze dalszych 55 części 94,8% alkoholu etylowego. Otrzymany produkt reakcji składa się w 98% z estru etylowego wyższego kwasu tłuszczowego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób estryfikowania wyższych kwasów tłuszczowych jednowartościowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym, znamienny tym, że jako przyspieszacz reakcji stosuje się kwas β -kamforosulfonowy.
2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tym, że estryfikowanie przeprowadza się w temperaturach leżących powyżej temperatury wrzenia użytego alkoholu i poniżej temperatury wrzenia wytwarzanego estru.
3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że estryfikowanie przeprowadza się za pomocą alkoholów rozcieńczonych.
4. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tym, że estryfikowanie przeprowadza się częściowo za pomocą alkoholów rozcieńczonych i częściowo za pomocą alkoholów wysokoprocentowych.

Severočeské Tržné Závody
(dříve Jiří Schicht),
národní podnik
Zastupce: inž. W. Zakrzewski
ředitel patentový

