

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31222

Kl. 12 o, 11

Henkel & Cie., G. m. b. H., Düsseldorf

0020

Sposób wytwarzania w postępowaniu ciągłym czystych mydeł z węglowodorów alifatycznych o dużym ciężarze cząsteczkowym

Zgłoszono 15 stycznia 1937

Udzielono 3 grudnia 1942

Pierwszeństwo: 31 marca 1936 (Niemcy)

Przy utlenianiu węglowodorów alifatycznych o dużym ciężarze cząsteczkowym otrzymuje się mieszaninę składającą się z kwasów tłuszczowych, alkoholi, estrów, laktonów i węglowodorów nieutlenionych. Przeróbka tej mieszaniny w celu wytwarzania czystych mydeł sprawia znaczne trudności.

Stwierdzono obecnie, że można łatwo wytwarzać z dobrą wydajnością szczególnie cenne produkty utleniania, np. kwasy karbonowe o dużym ciężarze cząsteczkowym, gdy węglowodory o dużym ciężarze cząsteczkowym przy ciągłym doprowadzaniu świeżego materiału traktuje się środkami utleniającymi, zmydla bez przerwy część materiału utlenionego za pomocą środków

zasadowych, oddziela bez przerwy substancje niezmydlające się od zmydlonych przez odwirowywanie i ponownie doprowadza substancje niezmydlające się do utleniania. W ten sposób można utrzymać w komorze reakcyjnej pewien określony (także niski) stopień utlenienia.

Sposób według wynalazku może być zastosowany do utleniania i zmydiania różnych węglowodorów alifatycznych o większym ciężarze cząsteczkowym i ich naturalnych lub sztucznych mieszanin. Jako materiały wyjściowe stosuje się naturalne albo sztuczne parafiny stałe lub ciekłe, np. parafiny miękkie, parafiny twarde, następnie mieszaniny węglowodorów pochodzących z różnych syntez benzynowych.

Utlenianie wyższych węglowodorów alifatycznych może się odbywać według sposobów znanych. Utlenianie można przeprowadzać za pomocą np. tlenu, gazów zawierających tlen lub związków wydzielających tlen, np. ozonu, tlenków azotu albo czynników podobnych, przy czym postępowanie to można przeprowadzać w obecności katalizatorów, jak metali ciężkich lub ich soli, np. manganu, kobaltu, miedzi, żelaza, chromu, ołowiu lub wanadu lub także soli glinowych, albo bez tych katalizatorów, oraz w obecności potasowców, wapniowców lub ich soli albo bez nich. Wspomniane metale mogą być użyte także w postaci mydeł nasyconych lub nienasyconych kwasów tłuszczowych, kwasów naftenowych lub żywicznych, rozpuszczających się koloidalnie w mieszaninie węglowodorów.

Utlenianie przeprowadza się np. w zbiorniku cylindrycznym. W pewnych przypadkach powoduje przepuszczany gaz dostateczny ruch materiału traktowanego. Oczywiście można również zastosować dodatkowe mieszadło, np. koło łopatkowe.

Dobór temperatury zależy od materiału wyjściowego i środka utleniającego; temperatura traktowania znajduje się zwykle w granicach 90—200°C. Reakcja przebiega egzotermicznie. W pewnych przypadkach musi ona być z tego powodu przeprowadzana przy chłodzeniu, np. za pomocą węzownicy chłodniczej. Do rozpoczęcia reakcji stosuje się ogrzewanie, np. za pomocą węzownicy parowej albo grzejnika elektrycznego. W celu umożliwienia wygodnego działania ciągłego można zastosować samoczynny regulator temperatury.

W komorze reakcyjnej następuje dokładne zmieszanie ciekłego materiału reakcyjnego z gazami utleniającymi. Dopływają one do komory reakcyjnej rurami zaopatrzonymi w dużą liczbę małych otworów albo przez płyty porowate. Oczywiście można także odwrotnie rozpylać materiał reakcyjny w komorze wypełnionej gazami.

W pewnych przypadkach, można również doprowadzać gaz pod ciśnieniem, a komorę reakcyjną — wykonać w postaci auto-klawu.

Katalizatorów dodaje się oddzielnie lub razem z podlegającymi przeróbce, ewentualnie podgrzаныmi węglowodorami nieutlenionymi. Ponieważ utlenianie, gdy będzie już wytworzona pewna ilość materiału utlenionego, postępuje z odpowiednią szybkością także bez dodatku katalizatorów, nie potrzeba ich przy ciągłym postępowaniu doprowadzać dodatkowo. Katalizatorów nie potrzeba w ogóle stosować, jeśli na początku reakcji doprowadzi się do komory do utleniania materiał już częściowo utleniony albo reakcję przeprowadza się w ciągu odpowiednio długiego okresu czasu.

Przez zmianę szybkości dopływu i odpływu materiału i wielkości komory reakcyjnej, przez zmianę temperatury i sposobu wprowadzania w ruch materiału, można określać stopień utleniania. Sprawdza się go np. przez określanie liczby zmydlania pobieranych próbek.

Z komory do utleniania doprowadza się bez przerwy materiał utleniony do urządzenia do zmydlania. Do zmydlania używa się sody żrącej lub potażu żrącego względnie ługu sodowego lub potasowego. W celu przyspieszenia reakcji przeprowadza się ją najlepiej w podwyższonej temperaturze i ewentualnie pod ciśnieniem. Materiał utleniony przeprowadza się kolejno przez kilka urządzeń zmydlających albo rozdziela go i doprowadza do kilku oddzielnych urządzeń. Składniki lotne, powstające przy zmydłaniu, skrapla się lub absorbuje w zwykły sposób; w pewnych przypadkach doprowadza się je z powrotem do komory reakcyjnej.

Zmydloną masę reakcyjną doprowadza się po ewentualnym poprzednim rozcieńczeniu wodą i przefiltrowaniu lub innym wstępnym traktowaniu do wirówki. Można w tym celu użyć różnych wirówek, złasz-

cza silnie działających z dużą liczbą obrotów na minutę. Produkty utleniania doprowadza się do wirówek najlepiej w stanie jeszcze ciepłym. Wirówki powodują rozdzielanie się warstw produktów ciekłych względnie oddzielanie się materiałów stałych. W niektórych przypadkach przeprowadza się materiał reakcyjny przez kilka wirówek w celu osiągnięcia skuteczniejszego rozdzielania produktów ciekłych i materiałów stałych. Oddzielone substancje niezmydlające się odprowadza się bez przerwy z powrotem do komory reakcyjnej.

Mydło oddzielone od głównej ilości substancji niezmydlających się, zawierające nieznaczne ilości tych substancji, oczyszcza się w różny sposób, np. wyługowuje się materiał niezmydlający się za pomocą rozpuszczalników. Mydło może być po odparowaniu rozpuszczalnika i suszeniu uwalniane za pomocą acetonu lub estru octowego od reszty substancji niezmydlających się. Można też zastosować do tego celu z korzyścią sposób postępowania według patentu nr 30307. Wszystkie te zabiegi można również przeprowadzać w sposób ciągły. Składniki niezmydlające się, oddzielone w ten sposób od substancji zmydlonej, doprowadza się również z powrotem do komory reakcyjnej.

Pomijając to, że utlenianie parafin i przeróbka produktów utleniania ich sposobem ciągłym daje duże korzyści, można według wynalazku przy przeprowadzeniu tego sposobu ustalić z góry pewien stopień utleniania i przeprowadzać utlenianie ekonomiczne. Osiąga się dzięki temu dobrą wydajność procesu otrzymywania mydeł.

Na rysunku przedstawiono urządzenie do przeprowadzania sposobu według wynalazku niniejszego. Do zbiornika *A* doprowadza się węglowodory i ogrzewa je powyżej temperatury topnienia za pomocą wężownicy parowej *B*. Za pomocą rury *C* ogrzewanej parą ogrzewa się węglowodo-

ry do temperatury reakcji i doprowadza do komory do utleniania *D*. Do tej komory wdmuchuje się drobno rozdzielone powietrze przewodem *E*. Za pomocą koła łopatkowego *F*, umieszczonego w cylindrze *G* powoduje się przepływ w kierunku uwidocznionym strzałkami. Zbiornik *D* może być ogrzewany za pomocą wężownicy parowej *H* i chłodzony za pomocą chłodnicy wodnej *I*. Odptywające składniki lotne oddziela się w skraplaczu *K*. Ze zbiornika *D* materiał przerabiały przepływa kolejno przez trzy zbiorniki *L*, w których przeprowadza się zmydlenie, zaopatrzone w mieszalniki i ogrzewane wężownicami parowymi *M*. Ze zbiornika *N* dopływa stale ług potasowy do materiału traktowanego w pierwszym zbiorniku *L*. Z ostatniego zbiornika *L* materiał przepływa do wirówki *O*. Niezmydlony materiał doprowadza się przewodem *P* z powrotem do komory do utleniania *D*. Materiał zmydlony przepływa do parownika *Q*, w którym wyparowuje się go w cienkich warstwach, a stąd płynie do komory do ługowania *R*. W komorze tej otrzymuje się w sposób ciągły mydło, a wyługowane substancje niezmydlające się przepływają po usumięciu rozpuszczalnika przewodem *S* z powrotem do komory reakcyjnej *D*.

Przykład W komorze reakcyjnej opisanego rodzaju ogrzewa się 3600 części wagowych syntetycznej mieszaniny parafinowej, stanowiącej w zwykłej temperaturze masę częściowo ciekłą, a częściowo stałą o punkcie wrzenia 270—360°C, z dodatkiem 0,1% palmitynianu manganu, do temperatury 105—115°C. Przez ciecz reakcyjną przepuszcza się powietrze, a mianowicie na każdy kilogram mieszaniny parafinowej 0,07 m³ powietrza na godzinę. Gdy po dłuższym okresie czasu mieszanina wykazuje już liczbę zmydlenia wynoszącą 60, rozpoczyna się postępowanie ciągłe. Wówczas usuwa się na godzinę 100 części wagowych materiału utlenionego. Ze zbior-

nika ogrzanego do 40°C dopływają stale węglowodory nieutlenione; są one w przewodach dopływowych ogrzewane do temperatury reakcyjnej, wynoszącej około 110°C. Dopływ węglowodorów tych jest regulowany za pomocą samoczynnego przyrządu mierniczego w taki sposób, że poziom w naczyniu reakcyjnym pozostaje zawsze niezmienny. Odprowadzany materiał utleniony odpływa do zbiornika, zaopatrzonego w silnie działające miesadła i ogrzewanego do temperatury 110°C. Do tego zbiornika dopływa stale ług potasowy, a mianowicie w takiej ilości, że na 100 części wagowych materiału utlenionego przypada 13,2 części wagowych 38°-owego (Bé) ługu potasowego. W celu ukończenia zmydlania przeprowadza się mieszaninę jeszcze przez dwa dalsze ogrzewane zbiorniki zaopatrzone w miesadła. Materiał zmydlony, jeszcze gorący, przeprowadza się następnie przez wirówkę obracającą się z dużą szybkością. Przy tym uzyskuje się ze 100 części wagowych materiału utlenionego 75 części wagowych substancji niezmydlonych i doprowadza je z powrotem do komory reakcyjnej.

Jednocześnie otrzymuje się roztwór mydła, zawierający na 100 części wagowych materiału odpływającego z komory reakcyjnej około 15 części wagowych substancji zmydlonych i 8 części wagowych substancji niezmydlonych. Produkt ten przeprowadza się przez parownik, wyparowujący w cienkich warstwach, i po wysuszeniu otrzymaną masę wyługowuje się za pomocą acetonu. W ten sposób otrzymuje się z jednej strony mydło, służące do różnych celów, a z drugiej strony resztę substancji niezmydlonych, doprowadzanych stale po oddzieleniu acetonu z powrotem do komory reakcyjnej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania w postępowaniu ciągłym czystych mydeł z węglowodorów alifatycznych o dużym ciężarze cząsteczkowym, znamieny tym, że wspomniane węglowodory traktuje się przy ciągłym doprowadzaniu świeżego materiału za pomocą środków utleniających, następnie zmydla bez przerwy część materiału utlenionego za pomocą środków zasadowych, oddziela bez przerwy przez odwirowywanie substancje niezmydlające się od zmydlonych i poddaje ponownie utlenianiu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że substancje niezmydlające się, zawarte jeszcze po odwirowaniu w składnikach zmydlonych, oddziela się ewentualnie po uprzednim poddaniu roztworu mydła zabiegowi odparowywania, przez ługowanie za pomocą rozpuszczalników od składników zmydlonych i doprowadza bez przerwy z powrotem do przestrzeni reakcyjnej.

3. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1 i 2, znamienne tym, że zawiera komorę reakcyjną (*D*), połączony z nią zespół zbiorników (*L*), w których przeprowadza się zmydlanie, oraz połączony z tym zespołem zespół wirówkowy (*O*), który w celu odprowadzania materiału niezmydlonego jest połączony z komorą do utleniania (*D*), przy czym zespół wirówkowy w celu ewentualnego oddzielania pozostałych substancji niezmydlających się od mydła jest połączony z komorą do wyługowywania, która również jest połączona z komorą do utleniania (*D*).

Henkel & Cie., G. m. b. H.
Zastępca: inż. F. Winnicki
rzecznik patentowy

