

2

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

53873

Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 05.V.1965 (P 108 686)

Pierwszeństwo:

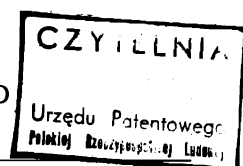
Opublikowano: 15. IX. 1967

Kl. 12 o, 11

MKP C 07 c

69/22

UKD



Współtwórcy wynalazku: Edyta Boboli i Józef Marzec

Właściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania bezbarwnego stearynianu n-butyłowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bezbarwnego stearynianu n-butyłowego, jako środka zmiękczonego do lakierów i wysokociśnieniowego polistyrenu. Znany sposób otrzymywania stearynianu n-butyłowego np. według opisu patentowego St. Zjedn. Am.nr. 1613366 polega na estryfikacji kwasu stearynowego alkoholem n-butyłowym w obecności stężonego kwasu siarkowego, w temperaturze wrzenia, w ciągu 6 godzin. Według innej znanej metody estryfikację prowadzi się w obecności mocnych kwasów mineralnych, jak kwas siarkowy lub kwas fosforowy, z azeotropowym odprowadzaniem wody, powstającej w reakcji, pod ciśnieniem normalnym lub zmniejszonym, często wobec znacznego nadmiaru alkoholu n-butyłowego w czasie około 8 godzin. Sposób ten jest bardzo kłopotliwy ze względu na zubożenie, obejmujące wielokrotne mycie otrzymanego estru początkowo wodą, następnie wodnymi roztworami wodorotlenku sodowego lub węglanów metali alkalicznych i ponownie wodą. Obydwa wyżej wymienione sposoby wytwarzania stearynianu n-butyłowego nie pozwalają na otrzymanie produktu odpowiadającego właściwościami fizykochemicznymi, a przede wszystkim barwą i liczbą kwasową stawianym wymaganiom.

Sposób według wynalazku polega na wytwarzaniu stearynianu n-butyłowego z handlowego kwasu stearynowego i 1-molowego nadmiaru technicznego alkoholu n-butyłowego z azeotropowym odpro-

2

wadzeniem wody, w obecności uprzednio przyrządzonego w temperaturze 50—60° katalizatora, otrzymanego ze stężonego kwasu siarkowego, użytego w ilości 1—3% wagowych w stosunku do kwasu stearynowego i około 1/3 części wagowych n-butanolu przeznaczonego do estryfikacji.

Reakcję estryfikacji prowadzi się w czasie około 1 godziny, pod ciśnieniem normalnym destylując azeotrop wodno-alkoholowy w temperaturze wrzenia masy reagującej 93—115° z równoczesnym zwracaniem butanolu do reakcji. Po odebraniu stechiometrycznej ilości wody masę reagującą chłodzi się do temperatury 80—90°, mieszając zobojętnia kwas siarkowy i ewentualne resztki nieprzereagowanego kwasu stearynowego wapnem suchogaszonym, zarobionym, niewielką ilością n-butanolu. Następnie z tego samego aparatu, nie przerywając ogrzewania, oddestylowuje się pod ciśnieniem normalnym n-butanol, a pod ciśnieniem zmniejszonym około 20 mm słupa Hg (korzystnie około 5 mm) w temperaturze 220°, w atmosferze powietrza stearynian n-butyłowy.

Dzięki zachowaniu wyżej opisanych warunków estryfikacji i zubożenia otrzymuje się stearynian n-butyłowy po 1-razowej destylacji z wydajnością wynoszącą ponad 90% wobec prawie ilościowej wydajności procesu estryfikacji, przy czym otrzymany produkt posiada barwę i liczbę kwasową, jak i pozostałe właściwości fizykochemiczne, odpowiadające stawianym mu wymaganiom. Stosowany

do reakcji jednomolowy nadmiar n-butanolu odzyskuje się przez oddestylowanie prawie ilościowo w stanie nadającym się do następnej estryfikacji bez dodatkowego oczyszczania. Cały proces otrzymywania stearynianu n-butyłowego prowadzi się w typowym estryfikatorze zaopatrzonym w urządzenie do azeotropowego odprowadzania wody z równoczesnym zawrotem alkoholu i niewielką kolumnę destylacyjną.

Przykład. W estryfikatorze przyrządza się katalizator ze 100 kg n-butanolu i 11,2 kg stężonego kwasu siarkowego, ogrzewanych przy mieszaniu w temperaturze 50—60° w ciągu 20—30 minut. Po otrzymaniu katalizatora, nie przerywając mieszania, wlewa się resztę 196,5 kg n-butanolu, ogrzewa do około 50—60° i wprowadza 568,6 kg handlowego kwasu stearynowego. Zawartość estryfikatora ogrzewa się następnie do wrzenia. W temperaturze 93—115° destyluje azeotrop wodno-alkoholowy. Po odebraniu stechiometrycznej ilości wody, co trwa około 1 godziny, reakcję estryfikacji uważa się za zakończoną. Bezpośrednio po jej zakończeniu zawartość reaktora chłodzi się do temperatury 80—90° i zobojętnia suchogaszonym wapnem, zarobionym uprzednio niewielką ilością n-butanolu.

Po azeotropowym odprowadzeniu wody, powstałej w reakcji zobojętniania, nie przerywając

mieszania i ogrzewania, oddestylowuje się n-butanol pod normalnym ciśnieniem, a następnie stearynian n-butyłowy pod ciśnieniem 20 mm słupa Hg, w temperaturze powyżej 220° z wydajnością około 90%.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania bezbarwnego stearynianu n-butyłowego przez estryfikację kwasu stearynowego butanolem z azeotropowym odprowadzaniem wody, w obecności katalizatora **znamienny tym**, że handlowy kwas stearynowy estryfikuje się jednomolowym nadmiarem n-butanolu, z azeotropowym odprowadzaniem wody, pod ciśnieniem normalnym, w ciągu około 1 godziny, w temperaturze 93—115°, w obecności katalizatora otrzymanego przez ogrzewanie w temperaturze 50—60°, w ciągu 20-30 minut mieszaniny 1—3% wagowych, korzystnie 2%, kwasu siarkowego w stosunku do kwasu stearynowego i około 1/3 części wagowych całkowitej ilości n-butanolu, otrzymany butanolowy roztwór stearynianu n-butyłowego zobojętnia się suchogaszonym wapnem, w temperaturze 80—90° i bezpośrednio z nad osadu oddestylowuje n-butanol pod normalnym ciśnieniem, a następnie stearynian n-butyłowy pod ciśnieniem około 20 mm słupa Hg, w atmosferze powietrza, w temperaturze powyżej 220°.