

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **06.02.2004**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14.09.2005**
(Věstník č. 9/2005)

(21) Číslo dokumentu:

2004-204

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. :
C 07 C 67/03

(71) Přihlašovatel:

Souček Jiří ing., Praha, CZ

(72) Původce:

Souček Jiří ing., Praha, CZ
Filip Vladimír, Praha, CZ

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob zpracování zbytků z destilace esterů
organických kyselin**

(57) Anotace:

Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin vyznačující se tím, že zbytky z destilace se podrobí katalytické esterifikaci alifatickým alkoholem s následnou izolací vzniklých esterů zahrnující jejich destilaci s tím, že se s výhodou použije alkohol stejného typu jako při výrobě esterů organických kyselin. Je výhodné provést esterifikaci směsí destilačních zbytků a triacylglycerolů, které byly použity pro výrobu organických esterů.

Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin, které se zpravidla vyrábějí interesterifikací triacylglycerolů nebo esterifikací organických kyselin alkoholy.

Dosavadní stav techniky

Při průmyslové výrobě kvalitních esterů organických kyselin interesterifikací triacylglycerolů, hlavně přírodních rostlinných olejů a živočišných tuků nebo přímou esterifikací organických kyselin bývá jako poslední zušlechťovací operace zařazena destilace nebo rektifikace, při kterých odpadají destilační zbytky.

Prakticky používané esterifikační způsoby se uskutečňují buď bez katalyzátorů při vysoké teplotě a tlaku, nebo v přítomnosti alkalických nebo kyselých katalyzátorů při normálním tlaku.

Jako katalyzátory se používají alkoxidy, hydroxidy, karbonáty a oxidy alkalických kovů nebo alkalických zemin, nebo minerální kyseliny, organické sulfokyseliny aj.

Jako výchozí triacylglyceroly se nejčastěji používá řepkový, sojový, slunečnicový a palmový olej, dále živočišný lůj, sádlo nebo kafilátní a jiné odpadní tuky. Výchozí organické kyseliny mohou být přírodního nebo syntetického původu.

V závislost na použitých surovinách a katalyzátorech jakož i výrobní technologii vzniká různé množství destilačních zbytků s rozdílným složením.

Destilační zbytky obsahují hlavně neoddestilované estery mastných kyselin, nezreagované triacylglyceroly, monoacylglyceroly, diacylglyceroly, nezmýdelnitelný podíl, zbytky katalyzátorů, anorganické a organické soli a další příměsi.

Destilační zbytky se zpravidla likvidují jako průmyslový odpad, nebo se využívají jako energetické palivo.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu je provedení katalytické esterifikace acylglycerolů obsažených v destilačních zbytcích nižšími alkoholy a následná izolace vzniklých esterů mastných kyselin s využitím vakuové destilace. Získané sekundární destilační zbytky jsou zvláště vhodné pro izolaci obsažených v nich minoritních látek jako na příklad fytosterolů..

Je výhodné provést katalytickou esterifikaci destilačních zbytků takovým nižším alkoholem, který byl použit pro přípravu prvotních esterů mastných kyselin.

Je výhodné provést katalytickou esterifikaci destilačních zbytků ve směsi s triacylglyceroly, zvláště shodného typu, které byly použity pro přípravu esterů mastných kyselin, čímž se zjednoduší proces izolace esterů mastných kyselin.

Je výhodné provést katalytickou esterifikaci destilačních zbytků v přítomnosti glycerolu, vneseného na začátku esterifikace na příklad ve formě glycerinové fáze.

Tento vynález zvyšuje ekonomiku výroby esterů mastných kyselin v důsledku zvýšeného výtěžku, tj. získání doplňkového množství esterů, snižuje množství odpadních destilačních zbytků, čímž se snižují požadavky na jejich likvidaci a současně umožňuje jejich výhodné využití pro izolaci z nich minoritních látek (látky nezmýdelnitelného podílu), jako jsou fytosteroly, tokoferoly, cholesterol aj. vzhledem ke zvýšení jejich koncentrace. Vynález dále umožňuje zjednodušit technologii výroby esterů organických kyselin, která se zpravidla provádí dvoustupňově na jednostupňový proces čímž se dosáhne snížení výrobních nákladů.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Do tříhrdlé skleněné baňky opatřené magnetickým míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem bylo vneseno 500 g zbytků z destilace metylesterů kyselin řepkového oleje (RME) s číslem zmýdelnění 150 mg KOH/g, obsahující 68% hmotn. acylglycerolů, 18 % hmotn. RME a 14 % hmotn. nezmýdelnitelného podílu. Dále bylo přidáno 4 g hydroxidu draselného rozpuštěného v bezvodém metanolu, jehož množství odpovídalo dvojnásobnému molovému přebytku vztaženo na obsažené acylové skupiny v esterech. Reakční směs byla míchána při teplotě 25 °C po dobu 2 hodin. Atmosferickou a vakuovou destilací reakční směsi bylo vedle metanolové a glycerinové frakce získáno 270 g RME. V sekundárním zbytku po destilaci vzrostl obsah nezmýdelnitelného podílu na 29 % hmotn.

Příklad 2

V aparatuře uvedené v příkladě 1 bylo esterifikováno bezvodým etanolem 500 g zbytků z destilace etylesterů kyselin sojového oleje (SEE) s číslem zmýdelnění 142 mg KOH/g, obsahující 60 % hmotn. acylglycerolů, 29 % hmotn. SEE a 11% hmotn. nezmýdelnitelného podílu. Jako katalyzátor byl použit hydroxid sodný v množství 3,5 g a reakce se uskutečnila při 60 °C po dobu 2 hodin. Reakční směs byla následně promyta 500 ml 2%-ní kyselinou sírovou a po gravitační separaci vodné vrstvy bylo destilací na filmové odparce při 200 Pa získáno 290 g SEE. Sekundární zbytek po destilaci obsahoval 28 % nezmýdelnitelného podílu.

Příklad 3

Postupem uvedeným v příkladě 1 bylo zpracováno 500 g zbytků z destilace metylesterů hovězího loje a získáno 210 g metylesterů. V sekundárním zbytku po destilaci se zvýšil obsah nezmýdelnitelného podílu z 6 % hmotn. na 10 % hmotn.

Příklad 4

Postupem uvedeným v příkladu 1 byla provedena esterifikace směsi 250 g řepkového oleje a 250 g zbytků z destilace RME. Reakční směs po esterifikaci se samovolně rozdělila na dvě fáze: vrchní esterová fáze a spodní glycerinová fáze. Z vrchní esterové fáze byl za normálního tlaku oddestilován metanol a za tlaku 260 Pa bylo získáno 387 g RME a 95 g sekundárního destilačního zbytku, který obsahoval 30 % hmotn. fytosterolů.

Příklad 5

V aparatuře uvedené v příkladě 1, kde byl zpětný chladič nahrazen přímým chladičem bylo esterifikováno 500 g zbytků z destilace metylesterů mastných kyselin, připravených přímou esterifikací mastných kyselin získaných při fyzikální rafinaci řepkového oleje, obsahující 46 % hmotn. acylglycerolů, 8 % hmotn. anorganických solí, 40 % hmotn. metylesterů mastných kyselin a 6 % hmotn. nezmýdelnitelného podílu v přítomnosti 4 g para-toluensulfonové kyseliny jako katalyzátoru. Do reakční směsi při teplotě 110 °C byl po dobu 3 hod. dávkován bezvodý metanol v celkovém množství 110 g. Poté bylo k reakční směsi přidáno 12 g uhličitanu sodného a následnou destilací při 266 Pa bylo získáno 260 g metylesterů mastných kyselin a 230 g sekundárních destilačních zbytků s obsahem 13 % hmotn. nezmýdelnitelného podílu.

Příklad 6

V aparatuře uvedené v příkladě 1 byla provedena esterifikace 200 g zbytků z destilace RME a 36 g bezvodého metanolu v přítomnosti 1,6 g hydroxidu sodného a 30 g glycerinové fáze získané při esterifikaci řepkového oleje metanolem, s obsahem 45 % hmotn. glycerolu. Esterifikace byla provedena při teplotě 60 °C po dobu 1,5 hodiny. Reakční směs se poté během 15 minut samovolně rozdělila na dvě fáze. Z vrchní esterové fáze byl oddestilován metanol a destilací za tlaku 260 Pa bylo získáno 127 g RME a 58 g sekundárního destilačního zbytku s obsahem 34 % hmotn. nezmýdelnitelného podílu.

Průmyslová využitelnost

Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin podle tohoto vynálezu může být využit při výrobě různých esterů organických kyselin vyrobených ze syntetických, rostlinných, živočišných surovin případně upravených hydrogenací, přesterifikací apod. Způsob může být využit při izolaci minoritních látek z destilačních zbytků jako jsou fytosteroly, tokoferoly aj. Vynález umožňuje zvýšit výtěžek cílových esterů mastných kyselin, snížit množství odpadajících destilačních zbytků a zvýšit koncentraci minoritních látek přítomných v destilačních zbytcích.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se provede jejich katalytická esterifikace alifatickým alkoholem a následná izolace vzniklých esterů zahrnující výhodně vakuovou destilaci.
2. Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin podle nároku 1, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se ke katalytické esterifikaci použije alifatický alkohol v množství 1,3 až 4 molárních dílů na jeden molární díl acylových skupin obsažených ve výchozích destilačních zbytcích, s výhodou stejného typu jaký byl použit pro výrobu esterů
3. Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin podle nároků 1 a 2, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že se provede katalytická esterifikace směsi zbytků z destilace organických kyselin a triacylglycerolů, ve které obsah zbytků z destilace je 5 až 90 % hmotn.
4. Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin podle nároku 3, **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že jako triacylglycerol se použije stejný typ, jaký byl použit při výrobě esterů organických kyselin.
5. Způsob zpracování zbytků z destilace esterů organických kyselin podle nároků 1 až 4 **v y z n a ě u j í c í s e t í m**, že katalytická esterifikace se provede v přítomnosti glycerolu v množství 2 až 20 % hmotn. vztaženo na výchozí triacylglycerol.