



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.XI.1963 (P 102 936)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 20.VI.1966

Kl. 12 o, 9

MKP C 07 c

47/58

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: prof. mgr inż. Zdzisław Ziolkowski, mgr inż.
Józef Respondek, inż. Wojciech Perski, inż.
Roman Waczyński

Właściciel patentu: Kujawskie Zakłady Koncentratów Spożywczych,
Włocławek (Polska)

Sposób wytwarzania waniliny

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania waniliny z siarczynowego ługu pocelulozowego przewyższający sposób znany szybkością i skutecznością ekstrakcji, dzięki czemu sposób ten daje lepszą wydajność i nadaje się również do pracy ciągłej.

Wanilinę wytwarza się znanym sposobem przez ogrzewanie siarczynowego ługu pocelulozowego z wodorotlenkiem sodowym w wysokiej temperaturze. W tym celu ług odpadowy z produkcji celulozy ewentualnie po uwolnieniu go przy odczynie kwaśnym od dwutlenku siarki, w celu wykorzystania tego dwutlenku siarki do dalszej produkcji celulozy, podgęszcza się i zadaje dużą ilością wodorotlenku sodowego, np. 100 kg NaOH na 1 m³ podgęszczonego ługu. Silnie alkaliczną mieszaninę reakcyjną ogrzewa się w autoklawie np. w temperaturze 155°C. w ciągu godziny. Następują przy tym różne reakcje jak desulfonowanie kwasów lignosulfonowych i powstawanie grup karboksylowych oraz depolimeryzacja. Przy tym powstaje wanilina w postaci roztworu wodnego soli sodowej. Roztwór poreakcyjny zakwasza się kwasem mineralnym do pH około 4 celem uwolnienia waniliny z soli. Przy tym wytrąca się szereg związków stanowiących z punktu widzenia produkcji waniliny zanieczyszczenia, które usuwa się przez filtrację lub dekantację. Klarowny roztwór poddaje się ekstrakcji niepolarnym rozpuszczalnikiem organicznym, zwłaszcza toluenem lub benzenem, do którego przechodzi wanilina wraz z niewielką ilością zanieczyszczeń. Następnie z roztworu

2

w rozpuszczalniku organicznym ekstrahuje się wanilinę roztworem wodnym kwaśnego siarczynu sodowego. Do tego roztworu przechodzi wanilina o wysokiej czystości.

5 Dwa procesy ekstrakcyjne stanowią w produkcji waniliny najtrudniejsze zabiegi. W znany sposób ekstrakcję prowadzi się w baterii zbiorników zaopatrzonych w pompy mieszające. W poszczególnych zbiornikach powstaje emulsja, na której rozwarstwienie należy długo czekać. Po rozwarstwieniu fazę wodną z danego zbiornika przeprowadza się do 10 zbiornika sąsiedniego w jednym kierunku, a fazę organiczną do sąsiedniego zbiornika w drugim kierunku. Do jednego końca baterii wprowadza się ciecz organiczną, a odbiera się z niego ciecz wodną, a do 15 drugiego wprowadza się ciecz wodną, odbierając ciecz organiczną. Ten sposób przeciwwądowy prowadzenia ekstrakcji oraz urządzenie podaje polski opis patentowy nr 35657.

20 Jak wykazała praktyka rozdział utworzonej emulsji wymaga różnych okresów czasu w poszczególnych zbiornikach. Czynniki wpływające na szybkość rozdziału nie są znane. Zdarza się, że emulsja nierozwarstwiona w jednym zbiorniku wstrzymuje pracę 25 całej baterii. Z tego względu ukształtowanie całości procesu produkcyjnego jako procesu ciągłego przy zastosowaniu znanego sposobu praktycznie nie jest możliwe.

30 Próbowano unikać powstawania emulsji przez zastąpienie baterii zbiorników z pompami mieszającymi

mi, baterią kolumn, do których wstrzykuje się dyszami rozpylającymi jedną z faz do ośrodka stanowiącego drugą fazę. Ten sposób wymaga również długiego czasu i bardzo dużej pojemności aparatury na skutek tego, że zbyt mała powierzchnia styku faz powoduje powolną wymianę.

Wynalazek polega na znalezieniu warunków, w których oba procesy ekstrakcji stosowane w produkcji waniliny i omówione powyżej zachodzą z dostateczną prędkością bez tworzenia emulsji. Jako aparaturę zastosowano znane kolumny pulsacyjne. Próby przeprowadzone przy zastosowaniu tych kolumn wykazały, że emulsja powstaje powyżej określonej częstotliwości przy określonej amplitudzie lub powyżej określonej amplitudy przy określonej częstotliwości. Najwygodniejsze, jakkolwiek mniej dokładne, jest określanie tych warunków iloczynem amplitudy i częstotliwości. Poniżej wartości granicznej tego iloczynu prawdopodobieństwo powstania emulsji jest małe. Przy większym oddaleniu się w dół od wartości granicznej można powstawanie emulsji praktycznie wykluczyć. Znaczniejsze zmniejszanie wymienionego iloczynu jest szkodliwe ponieważ zwalnia się przebieg ekstrakcji, co wymaga z kolei zwiększenia aparatury dla wykonania założonego zadania.

Według wynalazku przy produkcji waniliny zarówno ekstrakcję rozpuszczalnikami organicznymi zwłaszcza toluenem zakwaszonej cieczy poreakcyjnej, jak i drugą ekstrakcję z roztworu w rozpusz-

czalniku organicznym wodnym roztworem kwaśnego siarczynu przeprowadza się w kolumnach pulsacyjnych stosując amplitudę 3—10 mm w przeliczeniu na pusty przekrój wieży i częstotliwość 100—200 pulsacji na minutę, czyli w obrębie wartości 300—2000 iloczynu amplituda razy częstotliwość. Praca możliwa jest również w szerszych granicach wymienionego iloczynu np. 150—3000. Jednakże w strefie 2000—3000 powstanie emulsji w przypadku specjalnej skłonności danego roztworu, nie jest całkowicie wykluczone, zaś w strefie 50—150 ekstrakcja zachodzi z małą prędkością. Poniżej wartości iloczynu 50 prędkość ekstrakcji jest już tak mała, że praca w tych warunkach jest bezcelowa.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania waniliny z siarczynowego ługu pocelulozowego przez ogrzewanie w autoklawie ługu podgęszczonego z wodorotlenkiem sodowym, zakwaszenie cieczy poreakcyjnej, oddzielanie osadu, ekstrakcję tej cieczy niepolarnym rozpuszczalnikiem organicznym, a następnie ekstrakcję z roztworu w tym rozpuszczalniku wodnym roztworem siarczynu sodowego **znamienny tym**, że obie ekstrakcje przeprowadza się w znanych kolumnach pulsacyjnych w takich warunkach, ażeby iloczyn częstotliwości, wyrażonej w ilości pulsacji na minutę i amplitudy, wyrażonej w mm wynosił 150—3000, a zwłaszcza 300—2000.