

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

94464

Patent dodatkowy
do patentu _____

MKP C07c 53/24

Zgłoszono: 02.11.73 (P. 166293)

Pierwszeństwo: _____

Int. Cl². C07C 53/24

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.75

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: Wojciech Remfeld

Uprawniony z patentu: Zakłady Tworzyw Sztucznych „Boryszew-Erg”,
Sochaczew (Polska)

Sposób otrzymywania soli kwasów organicznych

Wynalazek dotyczy sposobu otrzymywania soli kwasów organicznych na drodze bezpośredniej reakcji tlenków i/lub wodorotlenków metali alkalicznych, ziem alkalicznych, cynku lub kadmu oraz kwasów organicznych o temperaturze topnienia powyżej 40°C.

Oprócz metod otrzymywania soli kwasów organicznych w fazie ciekłej (metoda strącania) z użyciem rozpuszczalników znany jest sposób syntezy tych soli przez bezpośrednie zmieszanie reagentów w temperaturze około 200°C, w której to reagenty znajdują się w postaci stopionej. Aby ze stopionego produktu uzyskać proszek należy produkt schłodzić, rozkruszyć i mielić, co znacznie komplikuje proces.

Z opisu patentowego RFN-DOS nr 1493310 dotyczącego sposobu otrzymywania suchych mydeł metalicznych znany jest również sposób prowadzenia reakcji kwasów organicznych z tlenkami lub wodorotlenkami metali w fazie stałej, przy czym reagenty są poddawane jednocześnie działaniu ciśnienia i tarcia w stosunkowo małej warstwie. Proces prowadzi się w urządzeniach wytłaczających typu pelotezy mydlarskiej lub walcarki wymagających stosowania ciśnienia zewnętrznego. Pod wpływem intensywnego ucierania oraz zastosowanego ciśnienia następuje samorzutnie podwyższenie temperatury reagującej mieszaniny, na skutek czego powstający produkt jest w postaci plastycznej masy, którą należy przetłoczyć przez perforowaną płytę do komory wypełnionej gazem obojętnym lub znajdującej się pod próżnią. Opisany w patencie RFN-DOS nr 1493310 sposób jest skomplikowany pod względem aparaturowym.

Nieoczekiwanie stwierdzono, że można znacznie uprościć proces otrzymywania soli kwasów organicznych prowadząc go w fazie stałej sposobem według wynalazku. Polega on na tym, że stałe reagenty intensywnie mieszając poddaje się reakcji początkowo w temperaturze otoczenia a następnie stopniowo podnosi się temperaturę do 100°C z taką szybkością aby środowisko reakcji pozostawało w fazie stałej i sproszkowanej. Jako reagenty stosuje się tlenki i/lub wodorotlenki metali alkalicznych, ziem alkalicznych, cynk lub kadm oraz kwasy organiczne o temperaturze topnienia powyżej 40°C Nieoczekiwanie okazało się, że pomimo przekroczenia

temperatury topnienia jednego z reagentów np. stearyny (temperatura topnienia 56°C) mieszanina reakcyjna nie topi się i wytrzymuje w trakcie procesu coraz to wyższe temperatury zachowując się jak jednorodna substancja chemiczna mająca postać proszku. Prawdopodobnie reakcja przebiega na granicy faz stałych, zastosowanie intensywnego mieszania powoduje stałe odnawianie powierzchni umożliwiając szybkie przereagowanie surowca, który nie zdąży ulec stopnieniu. Reakcja zachodzi stopniowo w czasie kilku godzin.

W porównaniu ze znanym sposobem otrzymywania soli kwasów organicznych według wynalazku jest prostsze aparaturowo, nie wymaga stosowania ciśnienia zewnętrznego. Proces ten jest prowadzony do końca w jednym aparacie bez użycia gazu obojętnego lub próżni. Otrzymany produkt nie zeszmala się, ma jasną barwę i posiada postać proszku lub łatwo rozpuszczających się granulek, co w większości przypadków eliminuje całkowicie operację dalszego rozdrabniania.

Przykład I. Do ugniatarki laboratoryjnej z płaszczem grzejnym załaduje się 60 g stearyny i 10,2 g wodorotlenku wapniowego i miesza się w temperaturze pokojowej w ciągu 1 godziny. Następnie ciągle mieszając stopniowo ogrzewa się mieszaninę do 60°C , po drugiej godzinie procesu podwyższa się temperaturę do 80°C a w następnych dwóch godzinach temperatura dochodzi do 100°C . Otrzymuje się biały, suchy proszek o liczbie kwasowej 1,8 i temperaturze topnienia 151°C .

Przykład II. 61 g kwasu benzoowego i 20 g sproszkowanego ługu sodowego miesza się łącznie przez 2 godziny w ugniatarce laboratoryjnej. Surowce załaduje się w temperaturze pokojowej. Po jednej godzinie podwyższa się temperaturę do 80°C i tę temperaturę utrzymuje się do zakończenia reakcji. Otrzymuje się biały, krystaliczny proszek rozpuszczalny w wodzie. Roztwór wodny tak otrzymanego benzoesu sodowego posiada pH około 8.

Przykład III. 60 g kwasu laurynowego i 11,1 g tlenku wapniowego miesza się przez 1 godzinę w temperaturze pokojowej w ugniatarce laboratoryjnej. Następnie przez 2 godziny w temperaturze 60°C . Otrzymuje się biały proszek o temperaturze topnienia 182°C i liczbie kwasowej 2,1.

Przykład IV. 40 g stearyny i 31,6 g wodorotlenku barowego miesza się w ugniatarce laboratoryjnej początkowo w temperaturze pokojowej. Po jednej godzinie mieszania podnosi się temperaturę do 60°C następnie do 80°C . Po trzech godzinach mieszania temperatura dochodzi do 90°C . Otrzymany stearynian barowy ma liczbę kwasową 3,5.

Przykład V. 60 g stearyny i 12,2 g tlenku cynku załaduje się w temperaturze pokojowej do ugniatarki laboratoryjnej i miesza przez łącznie 4 godziny stopniowo zwiększając temperaturę. Po godzinie mieszania temperaturę podnosi się do 60°C , po dwóch godzinach do 80°C i po trzech godzinach do 95°C . Otrzymany produkt ma postać białego proszku o temperaturze 125°C i liczbie kwasowej 3,2.

Przykład VI. 930 kg stearyny i 160 kg wapna hydratyzowanego załaduje się w temperaturze otoczenia do suszarni bębnowej typu Venuleth ogrzewanej gorącą wodą. Proces prowadzi się przy stałym mieszanii utrzymując w pierwszej godzinie temperaturę 40°C , w drugiej 50°C , w trzeciej 75°C i w czwartej 90°C . Otrzymany stearynian wapnia ma parametry jakościowe zgodne z normą: liczba kwasowa wynosi 2, a temperatura topnienia około 145°C .

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli kwasów organicznych na drodze bezpośredniej reakcji tlenków i/lub wodorotlenków metali alkalicznych, ziem alkalicznych, cynku lub kadmu oraz kwasów organicznych o temperaturze topnienia powyżej 40°C przez ucieranie w fazie stałej, z n a m i e n n y t y m, że stałe reagenty intensywnie mieszając poddaje się reakcji początkowo w temperaturze otoczenia a następnie stopniowo podnosi temperaturę do 100°C z taką szybkością aby środowisko reakcji pozostawało w fazie stałej i sproszkowanej.