

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

293 916

(13) Druh dokumentu:

B6

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **2001-1359**

(22) Přihlášeno: **13.04.2001**

(40) Zveřejněno: **11.12.2002**
(Věstník č. 12/2002)

(47) Uděleno: **23.06.04**

(24) Oznámení o udělení ve Věstníku: **18.08.2004**
(Věstník č. 8/2004)

(51) Int. Cl. : ⁷

C 07 C 29/128

C 07 C 29/78

C 07 C 29/74

C 07 C 31/22

(73) Majitel patentu:

SOUČEK Jiří ing., Praha, CZ

(72) Původce:

Souček Jiří ing., Praha, CZ

Filip Vladimír, Praha, CZ

Hejda Richard, Kudlovice, CZ

(54) Název vynálezu:

Způsob výroby surového glycerinu

(57) Anotace:

Způsob výroby surového glycerinu z glycerinových roztoků, zvláště z glycerinové fáze odpadající při výrobě esterů mastných kyselin alkoholýzou triacylglycerolů, vyznačený tím, že rozklad obsažených mýdel a neutralizace katalyzátoru kyselinou a separace vzniklých solí se provádí v přítomnosti rozpouštědla, s výhodou v přítomnosti takového alkoholu, který byl použit při alkoholýze triacylglycerolů, což vede ke zvýšení výtěžku a čistoty vyrobeného glycerinu a umožňuje získávání solí ve formě použitelné pro další průmyslové použití.

CZ 293916 B6

Způsob výroby surového glycerinu

Oblast techniky

5

Vynález se týká způsobu výroby surového glycerinu ze směsí obsahujících glycerol, získané zvláště při výrobě esterů mastných kyselin alkoholýzou triglycerolů nižšími alkoholy.

10

Dosavadní stav techniky

Při výrobě esterů mastných kyselin odpadá tzv. glycerinová fáze (GF), obsahující vedle glycerolu, alkohol použitý k esterifikaci, alkalická mýdla, nezreagované acylglyceroly, katalyzátor a balastní látky. V současné době se z této GF získává surový glycerin tak, že se nejprve oddestiluje alkohol, dále se minerální kyselinou rozloží obsažená mýdla a zneutralizuje se přítomný katalyzátor (zpravidla bazické sloučeniny alkalických kovů), oddělí se vzniklá organická fáze, obsahující mastné kyseliny, estery mastných kyselin, acylglyceroly a balastní látky a provede se zahuštění získaného glycerinového roztoku na požadovaný obsah glycerolu, čímž se vyrobí surový glycerin. Vzniklé soli minerálních kyselin zůstávají rozpuštěny ve vyrobeném surovém glycerinu, nebo při jejich vyšším obsahu jsou odstraňovány po jeho ochlazení různými způsoby, zpravidla gravitační segmentací, odstředivou separací, anebo filtrací, které jsou ztíženy vysokou viskozitou glycerinu. Vyrobený glycerin obsahuje 7 až 9 % hmotn. solí. Při tomto způsobu výroby surového glycerinu obsahují separované soli minerálních kyselin značné množství organických látek, zvláště glycerolu, což jednak snižuje výtěžek glycerinu, jednak ztěžuje jejich racionální využití a je nutné je likvidovat jako odpadní látky. Separované soli odpadají zpravidla ve formě suspenzí, které jsou v důsledku vysokých viskozit obtížně manipulovatelné.

30

Podstata vynálezu

Uvedené nevýhody známých a používaných způsobů výroby surového glycerinu, zvláště z GF odpadající při výrobě esterů mastných kyselin, odstraňuje tento vynález, jehož podstatou je provedení rozkladu obsažených mýdel a neutralizace katalyzátoru kyselinou jakož i separace vzniklých solí použité kyseliny v roztocích obsahujících rozpouštědlo, které snižuje rozpustnost vzniklých solí a viskozitu pracovních roztoků, což vede ke zvýšení výtěžku glycerinu a získání koncentrovaných solí v dobře manipulovatelné sypké formě, obsahující malá množství příměsí a tudíž použitelné pro další využití, např. jako hnojiva.

40

Je výhodné použít jako rozpouštědlo tentýž druh alkoholu, který byl použit v procesu alkoholýzy triacylglycerolů, z kterého se zpracovává GF, čímž se do výrobního procesu nezanáší další složka.

45

Je výhodné rozklad mýdel a neutralizaci katalyzátoru obsažených v GF kyselinou jakož i separaci vzniklých solí minerálních kyselin provádět při zvýšené teplotě, čímž se snižuje viskozita technologických médií a urychluje provedení jednotlivých technologických operací.

50

Je výhodné alkoholický filtrát vzniklý při promývání separovaných krystalických solí minerálních kyselin použít na zředění zpracovávané GF před rozkladem mýdel kyselinou, nebo před separací solí minerálních kyselin.

Uvedené technické řešení je možné použít jak při šaržovém způsobu zpracování glycerinových směsí, tak i při způsobu kontinuálním.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

5

K 300 g GF, získané při metanolýze řepkového oleje v přítomnosti hydroxidu draselného, obsahujícímu 10 % hmotn. metanolu a s alkalitou 57 mg KOH/g, se přidá za míchání při 25 °C 35 g 85% kyseliny fosforečné, čímž dojde při pH 3 až 4 k rozkladu mýdel a neutralizaci hydroxidu draselného. Vzniklá suspenze solí se odstředí na sedimentační odstředivce. Získaná kapalná část se samovolně rozdělí v gravitační děliče a získá se 100 g organické vrstvy (převážně mastných kyselin) a 120 g glycerinové vrstvy, která se po neutralizaci potaší do pH 7 až 8 zahustí na odparce na obsah 90 % hmotn. glycerolu. Získá se 92 g surového glycerolu obsahující 1,8 % hmotn. popele. Ke 115 g získaného koláče po odstředění se přidá 50 g metanolu suspenze se přefiltruje na tlakovém filtru a filtrační koláč se promyje 50 g metanolu. Získá se 58 g surových draselných solí a po jejich vysušení při 70 °C 42 g sypkých solí, obsahující 90 % hmotn. primárního fosforečnanu draselného (KH_2PO_4), použitelného jako PK hnojivo.

20

Z filtrátu se oddestiluje metanol a zbytek v množství 65 g se přidá ke kapalné části získané po odstředění suspenze v následující operaci.

Příklad 2

25

K 2700 g GF, získané při metanolýze sojového oleje v přítomnosti uhličitanu draselného, se přidá 750 g metanolickeho filtrátu z promytí odstředěného koláče solí z minulé operace a za míchání se při teplotě 45 až 50 °C provede rozklad postupným přidáním 320 g 85% kyseliny fosforečné, k dosažení pH 3. Vzniklá suspenze se rozdělí na filtrační odstředivce. Získaná kapalná část v množství 2860 g se rozdělí na separační odstředivce na 1 240 g organické vrstvy (převážně mastné kyseliny) a na 1620 g glycerinové vrstvy, ze které se po zahuštění destilací do teploty 150 °C ve vařáku, získá 1300 g 80 % surového glycerinu, obsahující 2 % hmotn. popele.

30

Koláč na odstředivce se vykryje 400 g metanolu a získá se 570 g surových draselných solí a 750 g filtrátu, který se použije v následující operaci rozkladu.

35

Surové draselné soli se vysuší při 100 °C a získá se 390 g technického primárního fosforečnanu draselného a 160 g kondenzátu, převážně metanolu.

Příklad 3

40

Podle postupu uvedeného v příkladu 2 se provede rozklad GF přidáním 215 g 75% kyseliny sírové, k dosažení pH 2,9. Vzniklá suspenze solí se zfiltruje na tlakovém filtru kde se i filtrační koláč promyje metanolem. Kromě organické vrstvy a surového glycerolu se získá 260 g technického síranu draselného.

45

Příklad 4

50

Podle postupu uvedeného v příkladu 2 se provede rozklad GF, získané při etanolýze parciálně hydrogenovaného řepkového oleje katalyzované hydroxidem sodným, přídavkem 230 g 85% kyseliny fosforečné. Filtrační koláč se promyje 400 g 80 % etanolem. Kromě organické vrstvy a surového glycerinu se získá 420 g technického primárního fosforečnanu sodného.

Příklad 5

Podle postupu uvedeného v příkladu 2 se provede rozklad GF, získané metanolýze odpadních fritovacích olejů katalyzované hydroxidem draselným, 320 g 32% kyseliny solné, při čemž filtrát z promytí koláče v odstředivce se přidá k reakční směsi až po rozkladu. Vedle organické vrstvy a surového glycerinu se získá 210 g technického chloridu draselného.

Průmyslová využitelnost

Způsob výroby surového glycerinu podle tohoto vynálezu může být využito při zpracování GF odpadající při výrobě esterů mastných kyselin alkoholýzou různých triglycerolů, a to jak rostlinných, živočišných, syntetických, hydrogenovaných, přeesterifikovaných a jinak upravených, jakož i roztoků glycerolu obsahující různé soli. Vynález umožňuje zvýšit výtěžek a čistotu glycerinu a výhodně využít získané soli pro jiná použití, např. jako hnojiva, čímž je způsob výroby surového glycerinu bezodpadový a nezatěžuje životní prostředí.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby surového glycerinu z glycerinových roztoků, zvláště z glycerinové fáze odpadající při výrobě esterů mastných kyselin alkoholýzou triglycerolů nižšími alkoholy C1 až C4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že rozklad obsažených mýdel a neutralizace katalyzátoru kyselinou a/nebo separace vzniklých solí se provádí v přítomnosti rozpouštědla.
2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jako rozpouštědlo se použije tentýž druh alkoholu, který byl použit při alkoholýze triglycerolů, ve které vzniká zpracovávaná glycerinová fáze.
3. Způsob podle nároků 1 a 2, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že množství použitého rozpouštědla činí 5 až 50 % hmotn. z obsaženého glycerolu.
4. Způsob podle nároků 1 až 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že rozklad mýdel a neutralizace katalyzátoru, jakož i separace vzniklých solí se provádí při teplotě 20 až 80 °C.
5. Způsob podle některého nároku 1 až 3, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jako rozpouštědlo použité pro rozklad mýdel a neutralizaci katalyzátoru a/nebo pro separaci vzniklých solí se použije alkoholický filtrát odpadající při promývání separovaných solí.
6. Způsob podle některého nároku 1 až 4, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jako rozpouštědlo se použije alkohol s obsahem vody do 30 % hmotn.

Konec dokumentu
