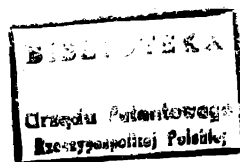


Warszawa, dnia 20 września 1952 r.

C07c 27/34



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 35067

Kl. 23 e, 1

Société Anonyme d'Innovations Chimiques dite: Sinnova ou Sadic
(Paryż, Francja)

Sposób oddzielania alkoholów o wysokim ciężarze cząsteczkowym od mydła

Udzielono z mocą od dnia 19 lutego 1948 r.

Pierwszeństwo: 11 marca 1947 r. (Francja)

Wiadomo, że trudno jest a niekiedy nawet niemożliwe oddzielić za pomocą destylacji alkohole tłuszczowe od mydła.

Alkohole wyższe destylują, nawet gdy stosować dużą próżnię, w temperaturze wysokiej i w tych warunkach mydło może reagować z alkoholami, dając jako produkty rozkładu węglowodory nienasycone, żywice, smoły itd. Ponadto, z powodu zawartości mydła w mieszaninie tworzy się trwała i obfita piana utrudniająca destylację. Wskutek tego pewne ilości alkoholów tłuszczowych o wysokim ciężarze cząsteczkowym pozostają w mydle.

Próbowano usunąć te niedogodności przez stosowanie innych sposobów oddzielania niż destylacja, np. przemycanie mieszaniny mydła i alkoholów tłuszczowych wodą wykorzystując nierozpuszczalność alkoholu w wodzie w celu

oddzielenia ich od mydła rozpuszczalnego w wodzie.

Stwierdzono, że tego rodzaju oddzielanie jest połączone z użyciem takich ilości wody, że oddzielanie w praktyce staje się niemożliwe; przy tym mydło działa jako środek emulgujący tworząc trudne do rozdzielenia emulsje alkoholów w wodzie.

Stwierdzono obecnie, że można usunąć powyższe niedogodności, rozpuszczając mieszaninę mydła i alkoholów o wysokim ciężarze cząsteczkowym w odpowiednim rozpuszczalniku i przemycując ten roztwór wodą. W tych warunkach po dodaniu odpowiedniej ilości wody do roztworu w rozpuszczalniku otrzymuje się dwie warstwy: jedną zawierającą znaczne ilości rozpuszczalnika i alkoholu i drugą, warstwę wodną zawierającą znaczne ilości mydła.

Powtarzając kilkakrotnie ten zabieg można oddzielić praktycznie całą ilość alkoholów ciężkich od mydła.

Oddzielanie to można przeprowadzić w sposób ciągły bardzo łatwo, wystarczy bowiem utrzymywać w obiegu w przeciwnym kierunku roztwór alkoholów ciężkich i mydła oraz wody przemysłowej.

Korzystnie jest stosować rozpuszczalnik lotny, co pozwala go łatwo oddzielić za pomocą destylacji od alkoholów ciężkich lub wodnego roztworu mydła.

Jako rozpuszczalniki można stosować alkohole tłuszczowe alifatyczne lub cykliczne, np. alkohole propylowe, butylowe, amylowe, laurylowe, cykloheksanol, węglowodory alifatyczne, lub cykliczne, np. benzynę, benzen, toluen, cykloheksan i ketony lub mieszaniny tych rozpuszczalników.

Wynalazek dotyczy więc sposobu wydzielania alkoholów o wysokim ciężarze cząsteczkowym z ich mieszaniny z mydłem przez ekstrakcję alkoholów ciężkich rozpuszczalnikami nie mieszanymi z wodą w którym mydło jest mniej rozpuszczalne niż w wodzie.

Wynalazek daje się zastosować do wszelkich alkoholów i mieszaniny alkoholów zawierających w cząsteczce powyżej 5 atomów węgla zwłaszcza do alkoholów otrzymywanych za pomocą redukcji metalem redukującym w obecności alkoholu o niskim ciężarze cząsteczkowym oleju kokosowego, palmowego i olbrzotowego, jak również do olejów otrzymywanych z ryb i alkoholów otrzymywanych syntetycznie.

Poniżej podajemy kilka przykładów zastosowania wynalazku, które nie ograniczają jednak jego zakresu.

Przykład I. 1500 kg produktu otrzymanego przez redukcję w środowisku alkoholu butylowego 250 kg kwasów tłuszczowych z oleju palmowego lub kokosowego, przemysłowa się w celu usunięcia ługu sodowego za pomocą 300 l wody.

Do produktu przemysłowego dodaje się 600 kg benzenu i 600 kg wody. Mieszanina rozdziela się na dwie warstwy: warstwę górną wynoszącą około 1000 kg i warstwę dolną wynoszącą około 1100 kg przy czym warstwa górna zawiera około 2 % mydła, a warstwa dolna 7,4 %. Stosunek rozdzielenia mydła wynosi w tym przypadku 1 : 3,7. Powtarzając przemysłowanie kilkakrotnie można oddzielić całkowicie mydło od alkoholów ciężkich. Stosując do drugiego przemysłowania warstwy alkoholowej dodatkowo 600 l wody, można podnieść zawartość mydła w warstwie wodnej

do ilości 19 razy większej niż w warstwie alkoholowej.

Zmiana stosunku rozdzielenia za pomocą przemysłowania jest tym łatwiejsza im ilość mydła jest mniejsza, w praktyce po trzykrotnym przemysłowaniu nie ma już mydła w warstwie alkoholowej i alkohole o wysokim ciężarze cząsteczkowym są całkowicie od niego uwolnione.

Przykład II. 3,7 części wagowej olbrzotu zmydla się za pomocą 0,5 części wagowej ługu potasowego rozpuszczonego w 5 częściach wagowych butanolu.

Roztwór ten dodaje się do 100 części objętościowych butanolu i 5 części objętościowych ksyleny i do mieszaniny tej dodaje 100 części objętościowych wody.

Mieszanina rozdziela się na dwie warstwy i współczynnik rozdzielenia mydła między obu warstwami wynosi 2,6.

Przemysłowanie przeprowadza się kilkakrotnie, do całkowitego oddzielenia mydła od alkoholów ciężkich. Pod koniec trzeciego przemysłowania nie ma już mydła w warstwie alkoholowej, alkohole są całkowicie od niego uwolnione.

Przykład III. 9 części wagowych tłuszczu z wełny zmydla się za pomocą 2 części wagowych ługu potasowego w 10 częściach wagowych butanolu, produkt otrzymany dodaje się do 80 części objętościowych butanolu i 20 części objętościowych toluenu i do mieszaniny tej dodaje się 280 części objętościowych wody.

Współczynnik rozdzielenia mydła między obie warstwy wynosi 1. Dalsze zabiegi przeprowadza się w ten sam sposób, jak w przykładzie poprzednim.

Ten sam produkt zmydlenia dodany do mieszaniny 100 części objętościowych acetonu i 10 części objętościowych ksyleny i zadany tą samą ilością wody wykazuje współczynnik rozdzielenia 1,9.

Przykład IV. 5 części wagowych wosku pszczełnego zmydlnego za pomocą 5 części wagowych ługu potasowego w 10 częściach objętościowych alkoholu amylowego dodaje się do 100 części objętościowych alkoholu amylowego i 20 części objętościowych ksyleny, po czym dodaje się 100 części objętościowych wody.

Współczynnik rozdzielenia między obu warstwami wynosi 1. Dalszą przeróbkę prowadzi się w ten sam sposób, jak w przykładach poprzednich.

Przykład V. 25 części wagowych oleju palmowego rozpuszcza się w 100 częściach alkoholu laurylowego i redukuje sodem według reakcji Bouveault i Blanc'a.

Produkt surowy przemycywa się wodą w celu usunięcia ługu sodowego tak, aby otrzymać roztwór o 36° Be i pozostały olej w ilości około 150 części objętościowych dodaje się do 100 części objętościowych wody.

Zawartość mydła w warstwie olejowej jest 4 razy mniejsza niż w warstwie wodnej. Dalsze zabiegi przeprowadza się jak w przykładach poprzednich. Otrzymuje się w ten sposób mieszaninę alkoholów o prostym łańcuchu nasyconym, których cząsteczka zawiera 8—18 atomów węgla.

Przykład VI. 250 części wagowych oleju palmowego rozpuszczonego w butanolu zawierającym 10 % oleju mineralnego destylującego w temperaturze 100—140° C redukuje się sodem według reakcji Bouveault i Blanc'a otrzymany produkt w celu usunięcia ługu sodowego, przemycywa się taką ilością wody aby otrzymać roztwór o 36° Be, po czym do pozostałego oleju dodaje się równą objętość wody.

Ilość mydła zawartego w oleju jest 14 razy mniejsza niż ilość mydła zawarta w wodzie. Dalsze zabiegi prowadzi się jak w przykładach poprzednich. Otrzymuje się takie same alkohole jak w przykładzie V.

Przykład VII. 250 części wagowych oleju olbrzotowego w 1250 częściach wagowych butanolu zmydla się 25 częściami ługu potasowego. Dodaje się 100 części wagowych ksylenu, po czym dodaje się wody w takiej ilości, aby otrzymać odpadkowy ług potasowy w postaci roztworu, np. o 36° Be, do pozostałego zaś oleju dodaje się równą objętość wody.

Stwierdzono, że ilość mydła zawartego w wodzie jest 3 razy większa niż ilość mydła zawarta w oleju.

Następnie dalsze zabiegi przeprowadza się jak w przykładach poprzednich.

Sposób według wynalazku korzystnie jest przeprowadzić w aparaturze działającej w sposób ciągły, składającej się z jednej lub więcej kolumn, łącząc przemycywanie z destylacją umożliwiającą odzyskiwanie rozpuszczalnika w obiegu zamkniętym.

Na załączonym rysunku przedstawiono schematycznie aparaturę umożliwiającą przeprowadzenie sposobu według wynalazku. Zbiornik B jest zasilany przez przewód 1 mieszaniną alkoholów ciężkich i mydła, którą należy rozdzielić. Zbiornik ten jest zasilany również rozpuszczalnikiem odzyskiwanym w sposób ciągły i dopływającym przewodem 14.

Mieszanina rozpuszczalników, mydła i alkoholi jest doprowadzana przewodem 2 do części środkowej kolumny płuczkowej L. Kolumna ta przez przewód 3 jest zasilana wodą potrzebną do oddzielania mydła.

Woda ta odpływa przewodem 7 w postaci roztworu wodnego mydła, zawierającego rozpuszczalnik, do kolumny destylacyjnej D₁, w której oddziela się roztwór mydła od rozpuszczalnika i rozpuszczalnik odzyskany kieruje się do zbiornika B przez przewód 9 i skraplacz C. Roztwór mydła odprowadza się przewodem 8.

Roztwór alkoholów ciężkich w rozpuszczalniku odprowadza się z kolumny płuczkowej L przewodem 5 i doprowadza go do kolumny destylacyjnej D₁, w której alkohole ciężkie oddziela się od rozpuszczalnika.

Alkohole ciężkie odprowadza się przewodem 6, podczas gdy pary rozpuszczalnika przechodząc przez przewód 10 skraplają się w skraplaczu C i rozpuszczalnik wraca do zbiornika B przewodem 14. Część rozpuszczalnika doprowadza się do kolumny L przewodem 4 w celu usunięcia z roztworu mydła odprowadzanego przewodem 7 śladów alkoholów ciężkich, część zaś rozpuszczalnika jest doprowadzana przewodami 12 i 13 do kolumn D₁ i D₂ w celu zapewnienia niezbędnej ilości cieczy w tych kolumnach. Układ ten może być zaopatrzony w regulatory samoczynne.

Sposób wynalazku umożliwia ponadto przeprowadzenie, jednocześnie z oddzielaniem alkoholi od mydeł, regeneracji kwasów tłuszczowych zawartych w mydłach w sposób ciągły.

Zastrzeżenia patentowe

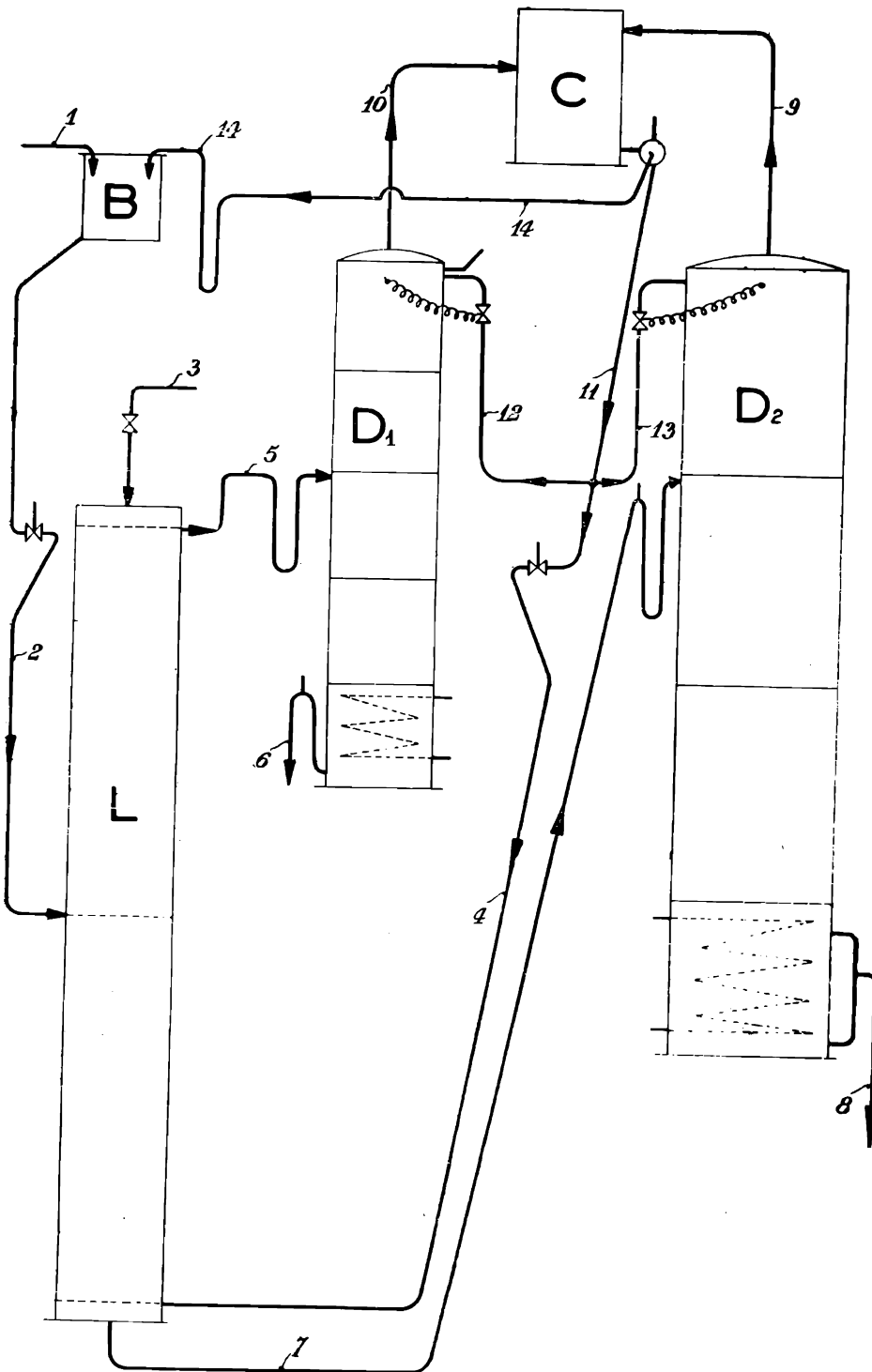
1. Sposób oddzielania alkoholów o wysokim ciężarze cząsteczkowym od mydła, znamieny tym, że mieszaninę alkoholów ciężkich i mydła rozpuszcza się w rozpuszczalniku, nie mieszającym się z wodą, w którym mydło jest mniej rozpuszczalne niż w wodzie i roztwór przemycywa wodą a następnie oddziela roztwór mydła w wodzie od alkoholi tłuszczowych rozpuszczonych w rozpuszczalniku.
2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że jako rozpuszczalniki alkoholów tłuszczowych stosuje się alkohole alifatyczne lub cykliczne, np. alkohole propylowy, butylowy, amylowy, laurowy, cykloheksanol, węglowodory alifatyczne lub cykliczne, np. benzynę, benzen, toluen, cykloheksan i ketony lub mieszaniny tych rozpuszczalników.
3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że przeprowadza się go w sposób ciągły.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamienny tym, że w celu odzyskania rozpuszczalnika, roztwór alkoholów tłuszczowych i mydła doprowadza się do części środkowej płuczki, do górnej części której doprowadza się wodę służącą do przemywania, roztwór wodny mydła gromadzący się w części dolnej płuczki jest zaś doprowadzany do kolumny destylacyjnej, z której części górnej rozpuszczalnik ulatnia się, po czym skrapla w skraplaczu i jest stosowany ponownie do rozpuszczania alkoholo-

lu tłuszczowego i mydła, podczas gdy roztwór alkoholów tłuszczowych uchodzi z części górnej płuczki i dopływa do drugiej kolumny destylacyjnej, w której odbywa się oddzielanie rozpuszczalnika, który używa się ponownie do oddzielania alkoholów tłuszczowych.

Société Anonyme d'Innovations
Chimiques

dite: Sinova ou Sadic
Zastępca Kolegium Rzeczników Patentowych



BIBLIOTEKA
Instytutu Patentowego
Republiki Polskiej