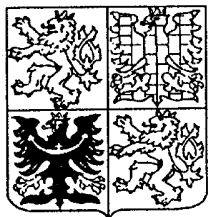


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

ZVEŘEJNĚNÁ PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

(12)

(22) 04.11.91

(40) 12.05.93

(21) 3330-91.L

(13) A3

(51) Int. Cl.⁵:

C 07 C 67/02

C 07 C 67/03

B 01 J 31/22

(71) Severočeské tukové závody s.p., Ústí nad Labem, CZ;

(72) Souček Jiří ing. CSc., Praha, CZ;
Souček Ivan ing., Kralupy nad Vltavou, CZ;
Schwarz Walter ing. CSc., Ústí nad Labem, CZ;
Novák Bohdan ing., Libochovany, CZ;

(54) Způsob výroby esterů organických kyselin
kataly tickou přeesterifikací

(57) Způsob výroby esterů organických kyselin reakcí tri-
acylglycerolů s alkoholem spočívá v tom, že jako katalyzá-
tor se použije termobilní tetraalkylamonium hydroxid
výhodně tetrametylamonium hydroxid, který se po reakci
odstraní zvýšením teploty.

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu výroby organických kyselin katalytickou přeesterifikací.

Dosavadní stav techniky

Estery organických kyselin jsou významnými chemickými produkty, nacházející nejrozličnější použití jako plastifikátory, mazací oleje, hydraulické kapaliny, komponenty kosmetických přípravků a výrobků spotřební chemie, slouží jako polotovary pro výrobu různých derivátů, jako alkoholů, aminů, amidů, sulfoesterů aj. Používají se též jako paliva např. pro vznětové motory.

Rozšířenými průmyslovými metodami výroby esterů organických kyselin je jednak reakce kyselin a alkoholů v přítomnosti kyselých katalyzátorů, jednak přeesterifikace esterů jiným alkoholem v přítomnosti alkalických katalyzátorů. Existují i způsoby kombinované.

Reakce přeesterifikace našla významné průmyslové uplatnění při přeesterifikaci triacylglycerolů, zvláště pak při přeesterifikaci přírodních tuků a olejů jednosytnými alkoholy.

Je známa řada katalyzátorů reakce přeesterifikace triacylglycerolů alkoholy. Obsáhle jsou popsány katalyzované přeesterifikace různými alkoholáty alkalických kovů, nejčastěji metanolát sodný, alkoholáty hlinitými, nejčastěji izopropylát hlinitý, různými hydroxidy, jako hydroxid sodný, draselný aj.

Jako přeesterifikační katalyzátory se používají též různé soli jako uhličitany, např. sodný nebo draselný, soli kyseliny fosforečné, kyanidy, iontoměniče aj.

Ke zvýšení rychlosti reakce přeesterifikace se proces zpravidla uskutečňuje při zvýšené teplotě, nebo i při zvýšeném tlaku.

Problémem katalytické přeesterifikace je nutnost po skončení reakce odstranění katalyzátoru. Toto se provádí jeho neutralizací, extrakcí nebo jinými metodami, při kterých dochází ke ztrátám produktů.

Podstata vynálezu

Uvedené nevýhody řeší způsob výroby esterů organických kyselin, jehož podstatou je použití tetraalkylamonium hydroxidů jako katalyzátoru reakce přeesterifikace.

Výhodou tohoto postupu je použití vysoce bázeických sloučenin, které mají vysokou katalytickou účinnost a proces je možné vést nejen za zvýšené teploty, ale i při teplotě 20 °C i méně. Výhodou tohoto postupu je zvláště to, že tetraalkylamonium hydroxidy jsou termolabilní látky, tzn. že se rozkládají za zvýšené teploty, což daný postup využívá k zastavení reakce termickým rozkladem katalyzátoru. Tím se nejen zastavuje reakce, ale současně odstraňuje katalyzátor. Při použití nižších tetraalkylamonium hydroxidů jako např. tetrametylamonium hydroxidu, dochází k rozkladu na plynné nebo nízkovroucí látky, v daném případě na trimethylamin a metanol, které se lehce z reakční směsi odstraní, nebo v případě alkoholu (metanolu) nejsou na závadu reakčním produktům.

Příklady vynálezu

Způsob výroby podle vynálezu je objasněn v následujících příkladech provedení, které však nijak neomezuje rozsah vynálezu

Příklad 1:

Do 2 l elektricky vyhřívané skleněné reakční baňky, opatřené míchadlem, teploměrem a chladičem, bylo nalito 900 g řepkového oleje a 160 g bezvodého metanolu. Ke směsi bylo přidán 40 ml 25 % roztoku tetrametylamonium hydroxidu v metanolu a obsah byl zahříván na teplotu 50 °C po dobu 3 hodin. Poté byla směs zahřívána na 160 °C při částečném oddestilování metanolu, čímž došlo k rozkladu katalyzátoru. Po vypnutí míchadla a topení

se reakční směs rozvrstvila na dvě fáze. Horní fáze v množství 930 g obsahovala 91,9 % metylesterů kyselin řepkových kyselin a spodní vrstva v množství 160 g, která obsahovala 55,1 % glycerolu.

Příklad 2

Do 20 l reaktoru vybaveného ohřevem, míchadlem, chladičem a teploměrem, bylo vsazeno 9 kg sójového oleje a 2,5 kg bezvodého etanolu. Ke směsi bylo přidáno 0,30 l 25 %ního roztoku trimetyletylamonium hydroxidu v etanolu. Reakční směs byla zahřívána po dobu 2 hod. na teplotu 55 °C. Z reakční směsi byl oddestilován přebytečný etanol, přičemž došlo k termickému rozkladu katalyzátoru. Poté byla směs ponechána 2 hodiny v klidu, čímž se rozvrstvila na dvě fáze. Horní vrstva v množství 9,6 kg obsahovala 93 % etylesterů kyselin sójového oleje a spodní vrstva v množství 1,1 kg, která obsahovala 75 % glycerolu.

Příklad 4

Byla provedena reakce přeesterifikace řepkového oleje metanolem v přítomnosti tetrametylamonium hydroxidu podle postupu uvedeného v příkladu 1 při teplotě 20°C. Po 24 hod. byly separovány dvě vrstvy. Horní v množství 940 g s obsahem 90,1 metylesterů kyselin řepkového oleje a spodní v množství 150 g s obsahem 58,1 % glycerolu. Po zahřátí obou separovaných vrtev na 160 °C byl rozložen použitý katalyzátor - tetrametyl-amonium hydroxid.

Uváděná procenta v daném popisu jsou uváděna jako procenta hmotnostní.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob výroby esterů organických kyselin reakcí triacylglycerolů s alkoholem vyznačený tím, že jako katalyzátor přeesterifikace se použije tetraalkylamonium hydroxid.
2. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že jako katalyzátor se použije tetrametylamonium hydroxid v množství 0,1 - 2 % hmotnostních.
3. Způsob podle bodu 1 vyznačený tím, že po reakci přeesterifikace se termolabilní katalyzátor odstraní zvýšením teploty.

