

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

67 676

Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o,5/04

Zgłoszono: 02.IX.1968 (P 128 874)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 69/02

Opublikowano: 10.VI.1973

UKD

Twórca wynalazku: Mieczysław Topa

Właściciel patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania estrów alkoholi wielowodorotlenowych

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania estrów alkoholi wielowodorotlenowych w krótszym czasie i niższych temperaturach niż w dotychczas stosowanych metodach. W znanych sposobach estryfikacji działa się na alkohole stężonymi kwasami organicznymi lub ich bezwodnikami dobranymi w odpowiednich stosunkach molowych. Proces ten prowadzi się przeważnie w temperaturze wrzenia mieszaniny składników i trwa on często od kilkunastu do kilkudziesięciu godzin. Otrzymane w ten sposób estry oddziela się przez ekstrakcję lub częściowo przez destylację.

Dla skrócenia czasu estryfikacji lub zwiększenia jej wydajności stosuje się odpowiednie katalizatory. W wielu przypadkach korzystniejsze byłoby użycie do tego celu wymienniczy jonowych, lecz niestety zasięg ich działania jest przeważnie ograniczony temperaturą, powyżej której ulegają inaktywacji. Istotą wynalazku jest znaczne obniżenie temperatury estryfikacji i skrócenie czasu jej przebiegu przez zastosowanie pola akustycznego. Można w ten sposób ominąć użycie niektórych katalizatorów, a w ich miejsce zastosować wymiennicze jonowe, jeżeli granica ich odporności termicznej będzie wyższa od temperatury procesu w polu akustycznym.

Ponieważ przebieg procesów sonochemicznych jest uzależniony w pierwszym rzędzie od efektów energetycznych zjawiska kawitacji, dlatego też estryfikacja będzie przebiegała w tym pasmie

2

drgań w którym występuje zjawisko kawitacji, przy mocy akustycznej przekraczającej próg kawitacji i w temperaturze optymalnej dla kawitacji to jest około 70°C. Jest to bardzo korzystne, gdyż w tej temperaturze większość jonitów nie ulega jeszcze inaktywacji. Niezależnie od zwiększenia możliwości stosowania jonitów, obniżenie temperatury estryfikacji ma również ten aspekt praktyczny, że daje możliwość łączenia procesów przebiegających w różnych temperaturach według dotychczasowych metod ich otrzymywania.

W przypadku estryfikacji pentaerytrytu kwasem octowym, wobec katalizatora, proces przebiega w temperaturze wrzenia roztworu to jest około 120°C i w czasie około 40 godz. W następnym etapie otrzymany ester poddaje się chlorowodorowaniu w temperaturze około 180°C i proces ten trwa 35 godzin. Natomiast zastosowanie w obu procesach pola akustycznego pozwala na obniżenie temperatury estryfikacji do 60—70°C i skrócenia czasu jej przebiegu do 3 godzin, zaś chlorowodorowania również do około 70°C i skrócenia czasu jego przebiegu do 15 godzin.

W wyniku powyższego, oba procesy mogą być scalane, co daje znaczne skrócenie czasu i uproszczenie aparatury. Podobnie estryfikacja gliceryny kwasem octowym, przebiegająca w zależności od stosowanej metody w różnych temperaturach jednak nie niższych niż 110°C w czasie kilkunastu godzin, przy zastosowaniu pola akustycznego, wy-

wołującego zjawisko kawitacji, przebiega w temperaturze około 70°C w czasie 1 godziny.

Przykład I. 0,5 mola pentaerytrytu z dodatkiem 1 mola bezwodnika kwasu octowego i 15% wymiennicza jonowego „Wofatytu” poddano w temperaturze 65°C działaniu pola akustycznego o częstotliwości drgań 1 MHz i mocy akustycznej około 7 Watt/cm². Po trzech godzinach nadźwiękowania, otrzymano czteroocetan pentaerytrytu z wydajnością 32% produktu chromatograficznie czystego. Nieco mniejszą wydajność uzyskano przy estryfikacji w tych samych warunkach pentaerytrytu kwasem mrówkowym.

Przykład II. 1 mol gliceryny z dodatkiem 1,5 mola bezwodnika kwasu octowego i 15% wymiennicza jonowego „Wofatytu” poddano w tem-

peraturze 65°C działaniu pola akustycznego o częstotliwości drgań 1 MHz i mocy akustycznej około 7 Watt/cm². Po jednej godzinie nadźwiękowania gliceryna uległa całkowitej estryfikacji do trójacetyny.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania estrów alkoholi wielowodorotlenowych przez estryfikowanie alkoholu kwasem lub jego bezwodnikiem w podwyższonej temperaturze i w obecności jonitu jako katalizatora, **znamienny tym**, że mieszaninę reakcyjną poddaje się działaniu pola akustycznego w warunkach powstawania w cieczy zjawiska kawitacji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces prowadzi się w temperaturze 60—70°C.