



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU 216 087

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 14 01 81  
(21) PV 284-81

(11) (B 1)

(51) Int. Cl. B 01 J 29/38

(40) Zveřejněno 15 09 81  
(45) Vydáno 15 05 1984

(75) DĚDEK JAROMÍR ing., ÚSTÍ NAD LABEM,  
Autor vynálezu SOUČEK JIŘÍ ing. CSc., PRAHA,  
SVOBODA PETR RNDr. CSc., PRAHA,  
HETFLÉJŠ JIŘÍ ing. DrSc., PRAHA

(54) Způsob odstranění a regenerace niklu z olejů a tuků po jejich hydrogenaci katalysované homogenními niklovými katalysátory

Vynález se týká způsobu odstranění a regenerace niklu z olejů a tuků po jejich hydrogenaci katalysované homogenními niklovými katalysátory.

Popsaný způsob zajišťuje dokonalé oddělení niklu od tukového produktu, který obsahuje zbytkový nikl v množství 0,01 ppm, t.j. výrazně pod hodnotu 3 ppm povolenou pro ztužené tuky a rostlinné oleje. Způsobem lze dále získat zpět nejméně 95 % původního množství niklu obsaženého v hydrogenacním katalysátoru.

Vynález se týká způsobu odstranění a regenerace niklu z olejů a tuků po jejich hydrogenaci katalyzované homogenními niklovými katalysátory.

Hydrogenace rostlinných olejů a živočišných tuků je významným procesem tukového průmyslu. Dosud se tato hydrogenace provádí za použití kovů na nosičích, t.j. heterogenních katalysátorů, které jsou z reakční směsi po hydrogenaci odstraněny obvykle filtrací. Je známo, že použití katalytických systémů založených na sloučeninách niklu Zieglerova typu (Yukagaku 24, 11 (1975), Yukagaku 24, 649 (1975), Franc. pat. 2,258,896 (1974), NSR vykl. spis 2,503,486 (1975), Jap. pat. přihláška 21 082 (1970), Čs. autorské osvědčení 197 143, Čs. autorské osvědčení 197 144) umožňuje provést tento proces za podmínek vedoucích ke snížení energetických nákladů, přičemž jsou získávány i tukové produkty nových vlastností. Širší uplatnění těchto katalytických systémů bez nosiče je ztěžováno dosud známými málo účinnými, případně málo ekonomickými způsoby jejich odstranění z reakční směsi po hydrogenaci a dosud nevyřešeným způsobem regenerace niklové složky katalysátoru (Yukagaku 24, 649 (1975), Čs. autorské osvědčení 214 531).

Postupem podle vynálezu se odstranění niklu provádí promytím hydrogenovaného tuku obsahujícího katalysátor vodným roztokem hydroxidu nebo uhličitanu alkalického kovu o koncentraci 3 až 20 % při teplotě 40 až 80 °C. Nezbytné množství hydroxidu nebo uhličitanu alkalického kovu závisí při tomto způsobu na obsahu volných mastných kyselin přítomných v hydrogenovaném oleji nebo tuku a používá se o 30 % vyšší než je množství potřebné k neutralizaci těchto kyselin. Tímto způsobem se odstraní nikl ve formě okluze a uzavírání jeho částic v micelách vzniklého mýdla. Tento postup zároveň kombinuje odstranění niklové složky katalysátoru s neutralizací tuku. Vzniklé mýdlo se odstraní odstředěním. Takto zpracovaný hydrogenovaný tuk nebo olej obsahuje nikl v koncentraci nižší než 0,01 ppm.

Způsob odstranění a regenerace niklu podle vynálezu zajišťuje dokonalé oddělení niklu od tukového produktu, který obsahuje zbytkový nikl v množství 0,01 ppm, t.j. výrazně pod hodnotu 3 ppm povolenou pro ztužené tuky a rostlinné oleje současnou ČSN. Tímto způsobem lze dále získat zpět nejméně 95 % původního množství niklu obsaženého v hydrogenovaném katalysátoru.

Nikl obsažený v odděleném mýdle se získá rozvařením mýdla s 80 % kyselinou sírovou použitou s výhodou v 30 % nadbytku oproti stechiometrickému množství vypočtenému z množství mýdla. Reakční směs se pak rozdělí odstředěním nebo rozsazením na fázi tukovou obsahující volné mastné kyseliny a fázi vodnou obsahující glycerin, síran alkalického kovu, síran nikelnatý a volnou nezreagovanou kyselinu sírovou, z níž se nikl získá zpět vysrážením vodným roztokem uhličitanu alkalického kovu jako nerozpustný uhličitán nikelnatý. Ten se oddělí filtrací případně odstředěním a použije k výrobě nového katalysátoru. K zamezení přílišného uvolňování oxidu uhličitého je při větších množstvích nezreagované kyseliny sírové ve vodné fázi vhodné provést její neutralizaci vodným roztokem hydroxidu alkalického kovu před srážením uhličitanu nikelnatého roztokem uhličitanu alkalického kovu. Bylo zjištěno, že vyloučení uhličitanu nikelnatého je výhodné provést pomocí 5 až 20 % vodného roztoku uhličitanu alkalického kovu, výhodně uhličitanu sodného, při teplotě 20 až 80 °C.

Dále uvedené příklady dokreslují postup podle vynálezu, aniž by jej vymezovaly nebo omezovaly.

#### Příklad 1

K 500 dílům živočišného tuku ztuženého hydrogenací za použití katalytického systému obsahujícího stearan nikelnatý a dihydrobis(2-methoxyethoxy)hlinitan sodný bylo přidáno 50 dílů 10%ního vodného roztoku hydroxidu sodného a směs byla zhomogenizována. Vzniklé mýdlo, obsahující okludovaný nikl, bylo odděleno filtrací a povareno s 80%ní kyselinou sírovou v množství 25 % na hmotnost mýdla. Po oddělení vodné fáze byla nezreagovaná kyselina sírová zneutralizována 50%ním vodným roztokem hydroxidu sodného v množství 20 % na hmotnost vodné fáze a poté byl přidávkem 20%ního roztoku uhličitanu sodného při teplotě 60 °C vysrážen nikl jako nerozpustný uhličitán nikelnatý a oddělen filtrací. Tímto způsobem byl získán ztužený tuk obsahující 0,01 ppm zbytkového niklu, při 95 % regeneraci původního množství niklu obsaženého v katalyzátoru.

#### Příklad 2

Příklad 1 byl zopakován s tím rozdílem, že jako výchozí surovina byl použit bezerukový řepkový olej a regenerace niklu jeho vysrážením vodným roztokem uhličitanu sodného byla provedena při teplotě 30 °C. Analýzou vodné fáze bylo zjištěno, že původní obsah niklu 20 % klesl po použití uhličitanu sodného na 0,03 %, t.j. na 1,5 % původního množství, přičemž získaný hydrogenovaný olej obsahoval zbytkový nikl v množství 0,01 ppm.

### PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob odstranění a regenerace niklu z olejů a tuků po jejich hydrogenaci katalyzovaně homogenními niklovými katalyzátory vyznačený tím, že se hydrogenovaný olej nebo tuk promyje vodným roztokem hydroxidu nebo uhličitanu alkalického kovu o koncentraci 3 až 20 % při teplotě 40 až 80 °C za vzniku mýdla, z něhož se nikl oddělí reakcí s kyselinou sírovou a regeneruje ve formě nerozpustného uhličitanu nikelnatého vysrážením uhličitánem alkalického kovu, výhodně 5 až 20 % vodným roztokem uhličitanu sodného, při teplotě 20 až 80 °C.