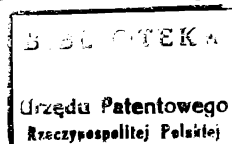


Warszawa, dnia 20 czerwca 1952 r.



CO7c 6PR4



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 34902

Kl. 12 o, 11

Severočeské Tukové Závody (dříve Jiří Schicht), národní podnik

(Ujście nad Łabą, Czechosłowacja)

Sposób estryfikowania wyższych kwasów tłuszczowych jednowodorotlenowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym

Zgłoszono 10 września 1946 r.

Udzielono 13 grudnia 1951 r.

Pierwszeństwo: 11 grudnia 1942 r. (Niemcy)

Kwasy karbonowe estryfikowano już jednowodorotlenowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym w obecności pewnych aromatycznych kwasów sulfonowych, np. kwasu benzenosulfonowego. Postępowano przy tym w ten sposób, iż do mieszaniny kwasu karbonowego i alkoholu dodawano kwasu sulfonowego i gotowano pod chłodnicą zwrotną, lub też mieszaniną kwasu karbonowego i alkoholu działano na kwas sulfonowy ogrzany do wyższej temperatury. W pierwszym przypadku trzeba użyć nadmiaru alkoholu, przy czym czas trwania reakcji jest długi, natomiast w drugim przypadku należy stosować znaczną ilość kwasu sulfonowego, prawie równą ilości wagowej kwasu karbonowego, przy czym należy stosować alkohol wysokoprocentowy.

Sposobem według wynalazku niedogodności te można usunąć. Stwierdzono, że otrzymuje się dobre wyniki, jeżeli estryfikację prowadzi się

w obecności jedno lub wielopierścieniowych kwasów sulfonowych o jednej lub więcej grupach sulfonowych lub produktów podstawienia tych kwasów, w których atomy wodoru są zastąpione atomami chlorowca lub grupami alkyłowymi, aryłowymi, aminowymi, hydroksylowymi lub karboksylowymi, użytych w ilości nieznacznej jako katalizatory, przy czym temperaturę utrzymuje się wyższą od temperatury wrzenia jednowodorotlenowego alkoholu o niskim ciężarze cząsteczkowym lecz niższą od temperatury wrzenia otrzymywanego estru.

W korzystniejszej postaci wykonania sposobu estryfikowanie przeprowadza się alkoholami rozcieńczonymi.

Według innej postaci wykonania sposobu estryfikowanie przeprowadza się częściowo za pomocą alkoholów rozcieńczonych, częściowo zaś za pomocą alkoholów wysokoprocentowych.

Kwas sulfonowy rozpuszcza się w kwasie tłuszczowym przeznaczonym do estryfikowania; roztwór ten ogrzewa się do temperatury powyżej temperatury wrzenia alkoholu i alkohol przepuszcza powoli w postaci ciekłej lub pary. Alkohol nie przereagowany i wodę utworzoną w wyniku reakcji oddestylowuje się. Potrzebna ilość kwasu sulfonowego jest bardzo niewielka, wynosi ona przeciętnie 0,1 — 0,5% w stosunku do ilości kwasu tłuszczowego. Proces można przeprowadzić również w sposób ciągły według zasady przeciwpądu.

Jako kwasy sulfonowe można stosować, np. kwasy p-toluenosulfonowy, dwufenylo-4,4'-dwusulfonowy α - i β -naftalenosulfonowy, β -naftalenodwusulfonowy, α -chloronaftalenosulfonowy, sulfanilowy, 1-naftolo-4-sulfonowy, sulfosalicylowy, α -naftolo- ε -dwusulfonowy.

Użyty kwas sulfonowy daje się usunąć przez wymywanie wodą.

W niżej podanych przykładach części oznaczają części wagowe.

Przykład I. 100 części kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego, z dodatkiem 0,5 części kwasu toluenosulfonowego, ogrzewa się do temperatury 130°C i, mieszając, wprowadza powoli, przez rurę sięgającą do dna naczynia reakcyjnego, 60 części 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego. Nadmiar alkoholu oddestylowuje się z wodą reakcyjną. Po przemyciu wodą otrzymuje się produkt reakcji, składający się z 98% estru etylowego kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego i z mniej niż 2% nie zestryfikowanego kwasu tłuszczowego.

Przykład II. W taki sam sposób, jak opisano w przykładzie I, 100 części kwasu tłuszczowego z oleju orzechów ziemnych estryfikuje się alkoholem etylowym i jako katalizator stosuje się przy tym 0,5 części kwasu α -naftalenosulfonowego lub 0,5 części kwasu dwufenylo-4,4'-dwusulfonowego.

Przykład III. W 150 częściach kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego rozpuszcza się 0,75 części mieszaniny, utworzonej z równych części kwasu α - i β -naftalenosulfonowego i, mieszając, wprowadza w temperaturze 130°C z początku 135 części 50% (wagowo) alkoholu etylowego, a następnie 45 części 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego. Produkt reakcji, po usunięciu kwasów naftalenosulfonowych, przemycia się wodą. Składa się on z 98% estru etylowego kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego.

Przykład IV. Do 100 części kwasu tłuszczowego z oleju orzechów ziemnych, z dodat-

kiem 0,5 części kwasu β -naftalenosulfonowego, wprowadza się powoli, mieszając, w temperaturze 130°C, 150 części 85% (wagowo) alkoholu etylowego. Produkt reakcji przemycy wodą zawiera 98% estru etylowego kwasu tłuszczowego z oleju orzechów ziemnych.

Przykład V. W 100 częściach kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego rozpuszcza się 0,5 części kwasu sulfanilowego i, w temperaturze 130°C, wprowadza powoli, w sposób wskazany w przykładzie I, 60 części alkoholu etylowego.

Przykład VI. 100 części kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego zadaje się 0,5 części kwasu naftalenodwusulfonowego, otrzymanego przez sulfonowanie jednej części naftalenu 5 częściami stężonego kwasu siarkowego, i w temperaturze 130°C wprowadza powoli, w sposób opisany w przykładzie I 60 części 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego.

Przykład VII. 100 części kwasu tłuszczowego z oleju buraczanego zadaje się 0,5 części kwasu α — chloronaftalenosulfonowego, otrzymanego przez sulfonowanie 1 części α — chloronaftalenu 2 częściami stężonego kwasu siarkowego, i w temperaturze 130°C dodaje powoli w sposób przytoczony w przykładzie I, 60 części 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego.

Przykład VIII. W sposób przytoczony w przykładzie I, do 100 części kwasu tłuszczowego oleju buraczanego, z dodatkiem 0,5 części kwasu 1 — naftolo — 4 — sulfonowego, lub 0,5 części kwasu α — naftolo — ε — dwusulfonowego wprowadza się, w temperaturze 130°C, 100 części 94,8% (wagowo) alkoholu etylowego.

Zamiast alkoholu etylowego można również stosować inne jednowodorotlenowe alkohole o niskim ciężarze cząsteczkowym, np. alkohol metylowy, propylowy, izopropylowy, butylowy i izobutylowy.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób estryfikowania wyższych kwasów tłuszczowych jednowodorotlenowymi alkoholami o niskim ciężarze cząsteczkowym, w obecności aromatycznych kwasów sulfonowych, znamienny tym, że jako kwasy sulfonowe stosuje się kwas p-toluenosulfonowy, dwufenylo-4,4'-dwusulfonowy, α — i β — naftalenosulfonowy, β — naftalenodwusulfonowy, α — chloronaftalenosulfonowy, sulfanilowy, 1 — naftolo — 4 — sulfonowy, sulfosalicylowy, α — naftolo — ε — dwusulfonowy lub produkty podstawienia tych kwasów, w których atomy wodoru są zastąpione ato-

mami chlorowca lub grupami alkyłowymi, aryłowymi, aminowymi, hydroksylowymi lub karboksylowymi, przy czym estryfikowanie przeprowadza w temperaturach powyżej temperatury wrzenia alkoholu lecz poniżej temperatury wrzenia estru otrzymywanego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że estryfikowanie przeprowadza się za pomocą alkoholów rozcieńczonych.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tym, że estryfikowanie przeprowadza się częściowo alkoholami rozcieńczonymi częściowo zaś alkoholami wysokoprocentowymi.

Severočeské Tukové Závody
(dříve Jiří Schicht),
národní podnik

Zastępca: Kolegium Rzeczników Patentowych

