

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 96155

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 24.02.75 (P. 178263)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 31.01.76

Opis patentowy opublikowano: 30.11.1978

MKP
C07c 31/30

Int. Cl.².
C07C 31/30



Twórcy wynalazku: Artur Katzer, Leopold Strecker, Jan Węgrowski

Uprawniony z patentu : Instytut Przemysłu Mięsnego i Tłuszczowego,
Warszawa (Polska)

Sposób otrzymywania glicerynianu trójsodowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania glicerynianu trójsodowego w postaci pylistego proszku mającego zastosowanie jako katalizator w procesie przeestryfikowania tłuszczów.

Znane są sposoby otrzymywania alkoholów sodu na drodze reakcji metalicznego sodu lub wodorotlenku sodu z niższymi alkoholami pierwszorzędowymi jednowodorotlenowymi, jak alkohol metylowy lub etylowy. O ile jednak alkohole tworzą się dość łatwo z niższych alkoholi, to wyższe alkohole reagują znacznie trudniej w miarę wzrostu długości ich łańcucha węglowego, a reakcje ich z metalami przebiegają w sposób odmienny i dają produkty o całkowicie różnych właściwościach fizyko-chemicznych i postaci strukturalnej. Z tych względów nie są opisane w literaturze sposoby otrzymywania alkoholu sodowego z alkoholu pierwszorzędowego trójwodorotlenowego, jakim jest gliceryna, tym bardziej, że glicerynian sodowy nie znajdował dotychczas zastosowania przemysłowego, w związku z czym nie rozwiązywano sposobu jego produkcji w skali technicznej.

Sposób otrzymywania glicerynianu trójsodowego według wynalazku polega na tym, że stechiometryczne proporcje krystalicznego wodorotlenku sodu i gliceryny poddaje się wzajemnemu oddziaływaniu w obracającym się przez cały czas trwania procesu próżniowym reaktorze o kształcie walczaka, zawieszonym na osi w pozycji poziomej i wypełnionym częściowo kulami mieszającymi jego zawartość. Kule te, poza funkcją mieszania, zwiększają jednocześnie powierzchnię grzejną, przyspieszając tym samym odparowywanie wody. W pierwszej fazie procesu następuje stopniowe podgrzewanie mieszaniny reakcyjnej do temperatury 140°C połączone z wytworzeniem w reaktorze próżni do 50 mm Hg. Po osiągnięciu temperatury 140°C zachodzi samorzutna reakcja pomiędzy wodorotlenkiem sodowym i gliceryną, w wyniku której wywiązuje się woda. Jest ona usuwana z całej masy uzyskiwanego produktu w sposób ciągły na skutek jego mieszania przez toczące się kule oraz stałego podgrzewania reaktora i utrzymywania w nim temperatury 145–150°C. Wytworzony w tych warunkach glicerynian trójsodowy zawiera jeszcze znaczną ilość wody krystalizacyjnej, którą odparowuje się w dalszym ciągu przy stopniowym obniżaniu ciśnienia do 10 mm Hg, oraz podnoszeniu temperatury produktu w obracającym się reaktorze do 200°C.

W miarę wzrostu stopnia wysuszenia glicerynianu zwalnia się obroty reaktora aż do zupełnego jego zatrzymania tak, by nie następowało częściowe rozdrobnienie glicerynianu i porywanie pyłu do przewodu próżniowego. Po całkowitym odwodnieniu glicerynianu ochładza się do temperatury poniżej 30°C w celu jego zestalenia, likwiduje próżnię, korzystnie przez wprowadzenie gazu obojętnego, a następnie kruszy się i miele zeskalony glicerynian przez rozbijanie go kulami, znajdującymi się wewnątrz obracającego się reaktora. Pełny cykl produkcji odbywa się w jednym urządzeniu, które spełnia kolejno rolę reaktora, osuszacza, schładzacza i urządzenia rozdrabniającego, co pozwala na uniknięcie w czasie procesu dodatkowych manipulacji i kontaktu z powietrzem, a prowadzi do uzyskania gotowego produktu w postaci pylistego proszku.

Sposób według wynalazku przedstawiony jest w poniższym przykładzie.

P r z y k ł a d. Do reaktora o pojemności $1,5\text{ m}^3$ wprowadza się 160 kg gliceryny farmaceutycznej, zawierającej 92% glicerolu oraz 200 kg krystalicznego wodorotlenku sodu. Po hermetycznym zamknięciu reaktora wpiawia się go w ruch obrotowy z szybkością 30 obrotów na minutę oraz obniża się w nim ciśnienie do wartości rzędu 30 mm Hg . Równocześnie włącza się ogrzewanie reaktora, w wyniku czego jego zawartość ulega stopniowemu podgrzaniu tak, że po upływie 40 minut osiąga temperaturę 140°C . W temperaturze tej reakcja wodorotlenku sodowego z gliceryną przebiega samorzutnie, a jej symptomem jest wywiązująca się para wodna, która ulega kondensacji w skraplaczu i spływa do zbiornika skroplin. Kule metalowe mieszając zawartość jednocześnie przyspieszają odparowanie wody.

Ponieważ odparowanie wody w trakcie reakcji pochłania duże ilości ciepła, temperatura w reaktorze utrzymuje się w granicach $145\text{--}150^{\circ}\text{C}$ mimo ciągłego, intensywnego ogrzewania. W tych warunkach reakcja trwa około 20 minut, a o jej zakończeniu świadczy wyraźny wzrost temperatury w reaktorze. Ogrzewanie reaktora prowadzi się nadal, aż do osiągnięcia przez mieszaninę reakcyjną temperatury 200°C . Jednocześnie, ze względu na wolniejszy przebieg odparowywania wody, uzyskuje się w reaktorze głębszą próżnię, odpowiadającą ciśnieniu 10 mm Hg . W tych warunkach w ciągu 3 godzin następuje usuwanie wody krystalizacyjnej z glicerynianu trójsodowego. Dowodem całkowitego wysuszenia glicerynianu jest zanik procesu odparowywania wody, o czym świadczy pomiar temperatury przewodu próżniowego, łączącego reaktor ze skraplaczem. Obroty reaktora w trakcie odparowywania wody krystalizacyjnej z glicerynianu zmniejszane są do około 5 na minutę, a pod sam koniec tego procesu reaktor zatrzymuje się zupełnie. Następnym etapem jest chłodzenie glicerynianu, co następuje samoczynnie po zatrzymaniu reaktora i wyłączeniu ogrzewania.

Z chwilą osiągnięcia temperatury poniżej 30°C likwiduje się w nim próżnię wprowadzając suchy azot, po czym prowadzi się proces rozdrabniania. W tym celu włącza się ponownie reaktor w ruch obrotowy ustalając taką szybkość, aby kule intensywnie uderzały o zeskalony glicerynian przylegający do ścianek. W ciągu 4 godzin mielenia uzyskuje się biały, jednorodny w całej masie, pylisty proszek, który przesypuje się wprost do opakowania transportowego bez kontaktu z powietrzem. Ukośne ustawienie urządzenia w ten sposób, aby oś obrotu reaktora tworzyła z poziomem kąt około 30° najpierw z jednej, a potem z drugiej strony, umożliwia rozdrabnianie glicerynianu wykryształizowanego na czołowych ściankach reaktora, a także ułatwia usunięcie gotowego produktu.

Otrzymywanie glicerynianu trójsodowego sposobem według wynalazku jest proste, bezpieczne, nie wymaga zachowania specjalnych warunków przeciwybuchowych i przeciwpożarowych. Pełny cykl produkcji odbywa się w jednym urządzeniu, dzięki czemu eliminuje się wszystkie operacje pośrednie, bardzo uciążliwe dla obsługi z uwagi na właściwości żrące glicerynianu trójsodowego, który jest substancją silnie alkaliczną. Ponadto istotną zaletą sposobu według wynalazku jest to, że glicerynian w ciągu całego cyklu produkcyjnego nie ma kontaktu z powietrzem i zawartymi w nim związkami, obniżającymi jego aktywność jako katalizatora w procesie przeestryfikowania tłuszczów. Otrzymany glicerynian trójsodowy mimo, że z natury jest substancją hydrofilną, stanowi katalizator o wysokiej jakości.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania glicerynianu trójsodowego, z n a m i e n n y t y m, że stechiometryczne ilości krystalicznego wodorotlenku sodu i gliceryny poddaje się reakcji w obracającym się próżniowym reaktorze poziomym, częściowo wypełnionym kulami, początkowo w temperaturze $140\text{--}150^{\circ}\text{C}$, przy czym wodę wywiązującą się w czasie reakcji i wodę krystalizacyjną usuwa się z mieszaniny reakcyjnej w sposób ciągły pod zmniejszonym ciśnieniem $50\text{--}10\text{ mm Hg}$ przy stopniowym podgrzewaniu produktu reakcji do temperatury 200°C , a po całkowitym odwodnieniu wytworzonego glicerynianu trójsodowego schładza się go do temperatury poniżej 30°C , redukuje próżnię, po czym kruszy się go i miele, aż do uzyskania pylistego proszku, przez rozbijanie kulami w tym samym urządzeniu.