

KRALJEVINA SRBA, HRVATA I SLOVENACA

UPRAVA ZA ZAŠTITU

Klasa 23 (2)



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Izdan 1. Maja 1929.

PATENTNI SPIS BR. 5885

Hölzverkohlungs-Industrie A. G., Konstanz u Badenu, Nemačka.

Postupak za izradu koncentrisanih masnih kiselina iz njihovih estera.

Prijava od 18. januara 1928.

Važi od 1. juna 1928.

Pronalazak se odnosi na izradu koncentrisanih masnih kiselina iz isparljivih estera saponifikacijom i obradom pomoću destilacije postajuće smeše iz kiseline alkohola, nepromenjenog estera i vode.

Pri radu po ovom postupku usled male brzine saponifikacije vaspostavlja se stanje ravnoteže vrlo lagano, tako da izvođenje saponifikacije često iziskuje znatno vreme. Dodavanje katalitično dejstvjućih materija na pr. slobodnih mineralnih kiselina u cilju povećanja reakcione brzine ima tu nezgodnu stranu, što se time materijal suda jako napada i daje povoda za ponovno obrazovanje estera za vreme destilacionog procesa. Ova nezgoda se naročito opaža pri kraju destilacije, kad je već jedan deo alkohola i nepromenjenog estera izdestilisan i u stanju postoji znatan suvišak u kiselini.

Po pronalasku izrada koncentrisanih kiselina saponifikacijom estera i destilacijom uspeva vrlo dobro na taj način, što se saponifikacija i eventualno i destilacija vrši pri povećanom pritisku i zbog toga primenjujući više temperature, na pr. saponifikacija na temperaturama, koje odgovaraju pritislima zasićenosti od 2—20 atm.

Ovim se brzina saponifikacije znatno povećava tako da se reakcija završava u znatno kraćem vremenu. Zbog toga se mogu količine mineralnih kiselina, koje treba dodavati znatno smanjiti ili se pak može sasvim odustati od dodavanja mineralnih kiselina. Zatim povećanje temperature omo-

gućeno primenom povećanih pritiska prouzrokuje veću sposobnost mešanja estera, naročito viših članova alifatičnog reda estera sa vodom, što ima tu prednost, da se saponifikacija vrši u homogenoj, vodom bogatoj, fazi i usled toga i mnogo brže. Najzad se mogu i pri povećanoj temperaturi alkohol, voda i nepromenjeni ester lakše destilacijom odvajati od obrazovane kiseline.

Ako se destilacija izvrši pri povećanom pritisku onda pri destilisanju alkohola i estera odlazi znatno veća količina vode, tako da se saponificiranje može izvesti sa većim količinama vode i time uslovljenom većom reakcijom, a da se ipak dobije koncentrisana kiselina.

Da bi se izbeglo neželjeno ponovno obrazovanje estera pri destilaciji, preporučuje se, da se odvajanje obrazovanog alkohola od kiseline što brže izvede. Povećanje destilacione brzine može se postići na razne načine, naročito time, što se destilacija izvodi pod nižim pritiskom nego saponifikacija. Smanjenjem pritiska pri odgovarajuće regulisanom dovodu toplote postiže se istovremeno smanjenje destilacione temperature, čime se opet znatno smanjuje reakciona brzina u smislu ponovnog postojanja estera.

Kao vrlo korisno pokazalo se spontano isparavanje saponifikacione smeše na pr. tako, da se ista uvede u jedan prostor sa nižim pritiskom, na pr. sa atmosferskim pritiskom. Pri tom momentano ispari skoro

sva reakciona smeša sem mineralne kiseline i jednog dela obrazovane kiseline, tako da je mogućna laka obrada frakcioniranom kondenzacijom i eventualno i subsekvantnom destilacijom.

Pri saponifikaciji u prisustvu katalizatora na pr. mineralnih kiselina može se u datom slučaju vodonično jonska koncentracija reakcione smeše na pr. u početku ili za vreme destilacije smanjiti time, što se mineralna kiselina dodavanjem alkalija, soli, masnih kiselina ili tome slično, neutrališe.

Primer:

Smeša iz 300 delova etil-acetata i 80 delova vode zagreva se u jednom kolu za pritisak do oko 80 atm. kad se postigne saponifikaciona ravnoteža tečnost se pusti u jedan niski prostrani Rashig stub, koji stoji u vezi preko jednog ekspanzionog ventila sa prostranim dobro dejstvujućim hladnjakom. Nesaponificirani ester isparava zajedno sa alkoholom i znatnim delom vode i ide na gore, dok sirćetna kiselina zajedno sa nešto vode odlazi dole iz stuba. Saponificiraju se oko 40% estera i prema tome 80 delovne 100%-tne sirćetne kiseline dobija se oko 80–90%-na kiselina. Da bi se brzina isparavanja u stubu ubrzala koristan je odgovarajući dovod toplote u okolini ulaznog mesta. Naprotiv deflegmaciju treba slabo ili ni malo izvoditi.

Dodavanjem malih količina mineralnih kiselina na pr. 0.1–0.2% koncentrisane sirćeine kiseline može se ubrzati postizanje saponifikacione ravnoteže. Može se i neprekidno raditi, na pr. tako, da se ester i voda u gore navedenom ili sličnom odnosu dovode u prisustvu jednog katalizatora sudu za saponifikaciju a s druge se strane iz sadržine suda neprekidno šalje saponificirana smeša stubu, eventualno dodavajući odgovarajuću količinu rastvora natriumacetata, koji čini te je primesa mineralne kiseline neškodljiva materijalu suda.

Ako se temperatura za vreme saponifikacije povećava još više na pr. odgovarajući pritisku zasićenja od 15 atm. i više, onda je zbog jako povećane brzine saponifikacije dovoljan vrlo mali sud. Onda se može na pr. raditi tako, da se smeša za saponificiranje tera kroz jednu zmijsastu cev koja leži u ulju. Kroz odgovarajući gumeni ventil i pulverizatorski sisak izlazi saponificirana smeša u zagrevani prostor u ko-

me ona spontano isparava sem jednog dela obrazovane sirćetne kiseline i malih količina eventualno dodate mineralne kiseline, na šta se pare frakcioniranom kondenzacijom i event. još jednom destilacijom pri običnom ili povećanom pritisku prerađuju t. j. odvoje u nepromenjeni ester, alkohol i vodu s jedne strane, u koncentrisano sirćetnu kiselinu s druge strane. Ovde se postiže isti stepen iskorišćenja kao i u prvom primeru izvođenja.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu koncentrisanih masnih kiselina delimičnom saponifikacijom isparljivih estera masnih kiselina i obradom saponifikacione smeše destilacijom, naznačen time, što se saponifikacija a eventualno i destilacija vrše na povećanim temperaturama uz odgovarajuće priliske na pr. od 2–20 atm. pri saponifikaciji.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se vodi računa, da destilaciona brzina bude što veća na pr. smanjenjem pritiska po vaspostavljanju ravnoteže saponifikacije.

3. Postupak po zahtevu 1, 2, naznačen time, što se pri destilaciji smanjenjem pritiska pri odgovarajuće regulisanom dovodu toplote smanjuje destilaciona temperatura.

4. Postupak po zahtevu 1–3, naznačen time, što se lako isparljivi sastojci saponificirane smeše spontano isparavaju na pr. tako, što se ista pušta u prostor manjeg pritiska na pr. atmosferskog pritiska, na šta se obrađuje ta smeša na pr. frakcioniranom kondenzacijom.

5. Postupak po zahtevu 1–4, naznačen time, što se radi neprekidno tako, da se smeša iz estera i vode, pri celishodno izabranim velikim pritiscima i temperaturama, tera kroz jednu cev ili tome slično, pa se saponificirana smeša koja izlazi iz cevi odvodi u prostor nižeg pritiska, celishodno tako da ovde nastupi spontano isparavanje reakcione smeše.

6. Postupak po zahtevu 1–5, naznačen time, što se pri saponificiranju u prisustvu kiselih katalizatora smanjuje vodonično-jonska koncentracija u početku ili za vreme destilacije na pr. dodavanjem soli masnih kiselina.