

(11) Patent numeris: **3725**

(51) Int.Cl.⁵: **C07H 15/04**

(21) Paraiškos numeris: **IP1484**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 11 25**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 06 26**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 02 26**

(60) SU duomenys: **SU 5001893, 1991 10 25**

(31,32,33) Prioritetas: **40 34 074.0, 1990 10 26, DE**

(72) Išradėjas:
Stefan Schmidt, DE
Alfred Oberholz, DE
John Kahsnitz, DE

(73) Patent savininkas:
HEULS AKTIENGESELLSCHAFT, Paul-Baumann-Strasse 1, D-4370 Marl, DE

(74) Patentinis patikėtinis:
Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Alkilglikozidų gavimo būdas

(57) Referatas:

Alkilglikozido gavimo būdas sąveikaujant vandeniniam sacharidui ir žemesniajam alkoholiui bei dalyvaujant rūgštiniam katalizatoriui ir padidintoje temperatūroje, kurio esmė yra ta, kad reagentai yra paduodami priešpriešinėmis srovėmis.

Išradimas skirtas tarpinių produktų, skirtų medžiagoms su paviršiška aktyviomis savybėmis gauti, gamybai, šiuo atveju alkilglikozidų gavimo būdui.

5 Žinomas butilglikozido ir bitiloligoglikozido mišinio gavimo būdas, kai vandeninis sacharidas sąveikauja su butanolio, dalyvaujant butiloligoglikozidui su rūgštiniais katalizatoriais padidintoje temperatūroje, be to, reakcijos metu nudistiliuoja acetotropinį vandens ir
10 butanolio mišinį. Procesą vykdo kolboje su maišykle arba pakopiškai sustatytuose katiluose, turinčiuose maišyklę (žr. DE Nr. 36 23 246 A1, T.P.K. C 07 H 15/04, 1988 m.).

15 Žinomo būdo trūkumas yra tas, kad gaunami produktai dar nepatenkina iš dalies aukštų spalvingumo reikalavimų.

Išradimo tikslas yra alkilglikozidų su sumažintu spalvingumu gavimas.

20 Duotas uždavinys šiuo alkilglikozido gavimo būdu yra realizuojamas taip, kad dėl to, jog reagentai paduodami priešpriešine srove, vandeninis sacharidas sąveikauja su žemesniu alkoholiu esant rūgštiniam katalizatoriui padidintoje temperatūroje.
25

Iš sacharidų yra tinkami mono-, di- arba oligosacharidai, pavyzdžiui, galima naudoti gliukozę, manozę, galaktozę, gulozę, alozę, ribozę, arabinozę, ksilozę arba
30 sacharozę. Taip pat galima naudoti ir krakmolo hidrolizės produktus. Apskritai naudoja vandeninius tirpalus, kuriuos galima paduoti siurbliu. Be to, geriausia naudoti sacharidinius sirupus, turinčius 10-75% vandens. Šiuo atveju naudojami dekstroziniai sirupai, tu-
35 rintys 50-70% vandens.

Tinkami žemesnieji alkoholiai yra, pavyzdžiui, metanolis, etanolis, izopropanolis, n-butanolis, pentanolis arba cikloheksanolis. Geriausia naudoti n-butanolį.

5 Iš katalizatorių pirmiausia vartoja mineralines rūgštis, pavyzdžiui, sieros ar fosforo rūgštį, taip pat stiprias organines rūgštis, pavyzdžiui, benzensulforūgštį, kumolo sulforūgštį arba p-toluensulforūgštį. Dėl to, kad būtų mažesnis koroduojantis poveikis, iš
10 katalizatorių geriausia naudoti organines rūgštis. Daugeliu atveju kaip katalizatorių naudoja jo vandeninį ar spiritinį tirpalą.

Procesui realizuoti naudoja įprastas, turinčias intarpų, kolonėles, pavyzdžiui, kolonėlę su gaubto pavidalo kolonėlę su tinklelių pavidalo arba tupelinėmis lėkš-
15 tėmis, kolonėlę su įkrova. Kolonėlės paprastai turi 3-40 praktinių lėkščių. Be to, šiuo atveju labiau tinka kolonėlės su 10-20 praktinių lėkščių.

20 Priešpriešinės srovės reakcijos kolonėlėje yra nustatoma temperatūra, kurioje sacharidas ir esantis jeigu bus būtina, alkiglikozidas yra skystos fazės, o alkoholi ir vandenį, kurių fazė yra dujinė, galima išleisti
25 iš viršutinės kolonos dalies. Reakcija daugiausia vykdoma 70-150°C temperatūroje, o geriau, kai temperatūra yra 90-140°C. Reakciją paprastai vykdo atmosferiniame slėgyje arba sumažintame slėgyje (apytiksliai iki 0,05 MPa). Bet iš principo reakciją galima vykdyti ir padidintame
30 slėgyje.

Siūlomas būdas paprastai realizuojamas taip. Vandeninį sacharido tirpalą, kuriame taip pat gali būti alkoholinio alkilglikozido, ir katalizatoriaus tirpalą pa-
35 duoda į viršutinę priešpriešinės srovės reakcijos kolonėlės dalį. Garų pavidalo alkoholi įleidžia į apatinę kolonėlės dalį. Po reakcijos nesureagavusį alkoholi ir

vandenį išleidžia iš viršutinės kolonėlės dalies. Jei-
gu, atšaldžius pagrindinį produktą, įvyksta fazių pasi-
dalijimas, tai alkoholi galima grąžinti į reakciją
tiesiogiai arba po perdirbimo. Garų pavidalo alkoholi
5 galima įleisti į apatinę kolonėlės dalį ir kartu su
šviežiu alkoholiu. Reakcijos produktą išima iš kolonos
kubo.

Jeigu reakcija turi būti vykdoma dalyvaujant alkilgli-
10 kozidui, tai galima naudoti reakcijos produkto dalį,
pavyzdžiui, 10-90%.

Išradimas ir jo teigiamas efektas iliustruojamas toliau
pateiktu pavyzdžiu ir lyginamuoju pavyzdžiu, kuriuose
15 procentiniai duomenys yra masės procentai, jeigu kitaip
nenurodyta.

Pavyzdys

20 Procesą vykdo pridėtame Fig. 1 schematiškai pavaizduo-
toje, turinčioje lėkštes su gaubtais kolonoje su 16
praktinių lėkščių, kurių kiekvienos vidinis skersmuo
80 mm, aukštis 100 mm. Tokiu atveju vienos lėkštės sta-
tinis sulaikymas yra 200 ml. Kolonėlės 1 linija į tre-
25 čią lėkštę, kurioje yra 135°C temperatūra, yra paduo-
damas 2,3 mol./val. gliukozės 55% vandeninio tirpalo ir
8 l/val. (10,9 mol./val.) 35% butanolinio butilgliko-
zido. Linija 2 į viršutinę kolonėlės dalį, kurioje yra
115°C temperatūra, yra paduodama 108 mol./val. 10% bu-
30 tanolinės p-toluensulfurūgšties. Be to, linija 3 į pen-
kioliką kolonėlės lėkštę yra paduodama 1,3 l/val.
(14,4 mol./val.) butanolio, kuris yra perkaitintų
(120°C) garų pavidalo. Zonoje tarp penktos ir penkio-
liktos lėkštės yra palaikoma 120°C temperatūra. Linija 4
35 yra išleidžiamas butanolio su vandeniu mišinio dis-
tiliatas. Po atšaldymo ir fazių dalijimosi vandenį iš-
leidžia linija 5, o butanolį grąžina į koloną linija 6.

Iš šalto kolonos kubo linija 7 išleidžia 10 l/val. 20% butanolinio butilglikozido, turinčio gliukozės <0,5% ir vandens <0,6%.

- 5 Spalvingumas, kuris nustatomas lyginant su jodo tirpalo spalvingumu, yra <15.

Lyginamasis pavyzdys (pagal prototipą)

- 10 Butilglikozido gavimas katilų su maišykle pakopoje

I dviejų laipsnių pakopą, susidedančią iš dviejų reaktorių su maišykle, kurių talpa 5 l, kas valandą paduoda 0,8 l (3,45 mol./val.) 70% gliukozės sirupo, 1,5 l (16,8 mol./val.) butanolio ir 1% nuo žaliavos masės p-toluensulfonrūgšties. Reakcijos mišinį kaitina iki virimo temperatūros taip, kad nepertraukiamai nudistiliuotų acetotropinį butanolio su vandeniu mišinį. Distiliatą išskiria į vandens ir butanolio fazes, be to, butanolio fazę recirkuliuoja į reaktorių, o vandens fazę pašalina iš proceso. Iš antro reaktoriaus išleidžiamas produktas yra apytiksliai 35% butanolinis butilglikozido tirpalas, turintis <0,5% glikozido ir <0,6% vandens.

- 25 Spalvingumas nustatomas lyginant su jodo tirpalo spalvingumu ir yra > 300.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Alkilglikozido gavimo būdas, sąveikaujant vandeniniam sacharidui ir žemesniajam alkoholiui bei dalyvaujant rūgštiniam katalizatoriui ir padidintoje temperatūroje, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad reagentai paduodami priešpriešinėmis srovėmis.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad garų pavidalo alkoholi paduoda priešpriešiais vandeniniam sacharidui.
3. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad reakcija yra vykdoma kolonėlėje, turinčioje intarpų.
4. Būdas pagal 1-3 punktus, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad reakcija yra vykdoma dalyvaujant recirkuliuojamam galutiniam produktui.

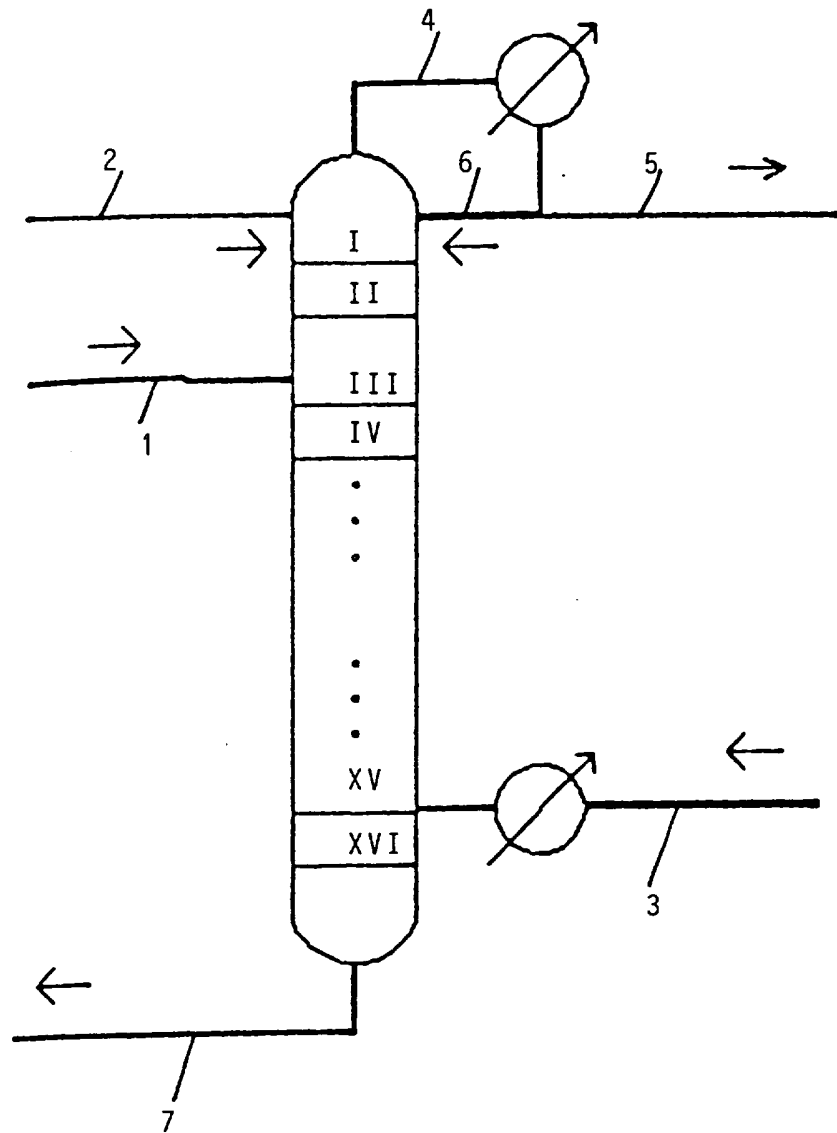


FIG.1