

⑬



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪

Veröffentlichungsnummer:

0 200 982
A1

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑰

Anmeldenummer: **86105506.9**

⑵

Int. Cl.⁴: **C 11 C 3/04**

⑱

Anmeldetag: **21.04.86**

⑳

Priorität: **29.04.85 DE 3515403**

㉑

Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf Aktien,
Postfach 1100 Henkelstrasse 67,
D-4000 Düsseldorf-Holthausen (DE)**

㉓

Veröffentlichungstag der Anmeldung: **12.11.86**
Patentblatt 86/46

㉕

Erfinder: **Jeromin, Lutz, Dr., Am Bandsbusch 88,
D-4010 Hilden (DE)**
Erfinder: **Peukert, Eberhard, Dürerweg 15, D-4010 Hilden
(DE)**
Erfinder: **Wollmann, Gerhard, Dr., Kunibertstrasse 25,
D-4010 Hilden (DE)**

㉗

Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR IT LI NL SE**

㉙

Verfahren zur katalytischen Umesterung von Fettsäureglyceriden mit niederen Alkanolen.

㉚

Bei der Umesterung von entsäuerten und wasserfreien Fettsäureglyceriden insbesondere aus Fetten und/oder Ölen natürlichen Ursprungs mit niederen monofunktionellen Alkoholen zu Fettsäurealkylestern und Glycerin werden festes Natriumcarbonat und/oder Natriumhydrogencarbonat als heterogene Feststoffkatalysatoren verwendet.

EP 0 200 982 A1

Henkelstrasse 67
4000 Düsseldorf

Henkel KGaA
ZR-FE/Patente

Düsseldorf, den 26.4.1985

Dr. Gla/Pr

P a t e n t a n m e l d u n g

D 7239

Verfahren zur katalytischen Umesterung von Fettsäure- glyceriden mit niederen Alkanolen

Die Erfindung betrifft ein verbessertes Verfahren zur
5 Herstellung von Estern von Fettsäuren bzw. Fettsäure-
gemischen und niederen monofunktionellen Alkoholen durch
katalytische Umesterung von Fettsäureglyceriden mit den
niederen monofunktionellen Alkoholen in Gegenwart basi-
scher Katalysatoren. Als niedere monofunktionelle Alko-
10 hole eignen sich insbesondere die entsprechenden C_{1-4} -
Alkohole, wobei in der Praxis dem Methanol entscheidende
technische Bedeutung zukommt. Fettsäureglyceride im
Sinne der erfindungsgemäßen Lehre sind entsprechende
Triglyceride oder beliebige Partialester aus Fettsäuren
15 bzw. Fettsäuregemischen und Glycerin. Besondere Bedeu-
tung haben hier die Triglyceride und hier vor allem
Fette und/oder Öle nativen Ursprungs, die durch das
erfindungsgemäße Verfahren in einfacher Weise zu Fett-
säuremethylestern umgewandelt werden können.

20

Fettsäuremethylester besitzen große technische Bedeutung
als Ausgangsmaterial für die Herstellung von Fettalkoho-
len und anderen fettchemischen Produkten wie Estersulfa-
ten, Fettsäurealkanolamiden und Seifen. Die industrielle
25 Herstellung der Fettsäuremethylester erfolgt überwiegend

durch katalytische Umesterung (Alkoholyse) von Fettsäuretriglyceridgemischen, wie sie in den Fetten und Ölen pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs vorliegen.

Für diese Umesterung stehen in der Praxis verschiedene bewährte Verfahren zur Verfügung. Die Wahl der bestimmten Verfahrensbedingungen ist dabei in beträchtlichem Ausmaß von der Menge der in den Triglyceriden vorhandenen Fettsäuren abhängig.

Native Fette und Öle enthalten fast immer beträchtliche Mengen an freien Fettsäuren, wobei im jeweiligen Einzelfalle der entsprechende Wert - je nach Ursprung des Materials und seiner Vorgeschichte - in einem weiten Bereich schwanken kann und fast immer oberhalb von 3 Gew.-% liegt.

Bekannt ist, Fette und Öle mit einem höheren Gehalt an freien Fettsäuren in Gegenwart von Alkali- oder Zink-Katalysatoren bei 240°C unter einem Druck von etwa 100 bar bei einem 7- bis 8-fachen molaren Überschuß an Methanol zu den entsprechenden Fettsäuremethylestern umzuestern (Ullmann, Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 11, 1976, Seite 432).

Bekannt ist es weiterhin, Fette und Öle bei den niedrigeren Temperaturen von 25 bis 100°C und unter Normaldruck mit einem beschränkten Überschuß an monofunktionellen Alkoholen in Gegenwart alkalischer Katalysatoren zu den entsprechenden Fettsäurealkylestern und freiem Glycerin umzusetzen. Ein entsprechendes Verfahren ist als erste Stufe einer Seifenherstellung in der

US-PS 23 60 844 beschrieben. Als basische Katalysatoren werden hier alkoholische Lösungen, insbesondere methanolische Lösungen, von NaOH oder KOH (caustic soda or potash) bzw. entsprechende alkoholische Lösungen von Natrium- oder Kaliummethyolat eingesetzt. Der basische Katalysator ist hier also homogen im Reaktionsgemisch gelöst und wird im Lauf des weiteren Verfahrens zur Bildung der entsprechenden Natrium- bzw. Kalium-Fettsäureseifen verbraucht.

Diese alkalisch katalysierte drucklose Umesterung von Fettsäureglyceriden zu den entsprechenden Fettsäurealkylestern fordert allerdings den Einsatz von Fetten bzw. Ölen, die praktisch oder weitgehend wasserfrei sind und deren Gehalt an freien Fettsäuren unter 0,5 Gew.-% (entsprechend einer Säurezahl von etwa 1) liegt. Da in technischen Fetten und Ölen fast immer größere Mengen an Wasser und Fettsäuren vorliegen, setzt die drucklose Umesterung eine Trocknung sowie fast immer eine Vorbehandlung zur Verringerung der Säurezahl voraus, in der z.B. durch Umwandlung der vorliegenden freien Fettsäuren in die entsprechenden Alkyl- oder Glycerinester die Säurezahl des Einsatzmaterials im erforderlichen Ausmaß gesenkt wird.

Eine solche Vorveresterung säurehaltiger Fettsäureglyceride kann in mehrfacher Weise erfolgen. So kann beispielsweise in Gegenwart von alkalischen Katalysatoren ab 240°C und 20 bar gearbeitet werden (Ullmann, Enzyklopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Band 11, 1976, Seite 432). Diese Art der Vorveresterung mit Methanol setzt allerdings wiederum die Verwendung von

- kostspieligen Reaktoren voraus. Bekannt ist auch die Veresterung der freien Fettsäuren im Öl mit zugesetzten
- 5 monofunktionellen niederen Alkoholen, insbesondere Methanol, in homogener Phase mittels saurer Katalyse z.B. unter Mitverwendung von p-Toluolsulfonsäure als Katalysator. Erforderlich wird dann allerdings die nachfolgende Katalysatorabtrennung mit gleichzeitiger
- 10 Wasserentfernung durch eine Wäsche des vorveresterten Öls mit Methanol. Mit der hier auftretenden Problematik beschäftigt sich beispielsweise die Lehre der DE-OS 33 19 590. Ein verbessertes Verfahren zur Senkung des Gehalts an freien Säuren in Fetten und/oder Ölen durch
- 15 deren Behandlung mit einem niederen Monoalkohol in Gegenwart saurer Veresterungskatalysatoren ist in der älteren deutschen Patentanmeldung P 35 01 761.9 ("Verfahren zur Vorveresterung freier Fettsäuren in Rohfetten und/oder -ölen") der Anmelderin geschildert.
- 20 Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man als Katalysatoren feste Kationenaustauscherharze in saurer Form einsetzt. Hier liegt also der Katalysator als heterogene Feststoffphase vor, deren Abtrennung vom Reaktionsgemisch ohne Schwierigkeiten vorgenommen werden
- 25 kann.

- Die Lehre der vorliegenden Erfindung geht von dem eingangs geschilderten Sachverhalt aus, daß Fettsäureglyceride mit niederen monofunktionellen Alkoholen,
- 30 insbesondere mit Methanol, bei basischer Katalyse problemlos unter milden Umsetzungsbedingungen, insbesondere bei Umgebungsdruck, niedrigen Temperaturen und niedrigem Methanoleinsatz zu den entsprechenden Alkylestern und freiem Glycerin umgesetzt werden können und

daß weiterhin für die hier gestellten Vorbedingungen -
niedrige Gehalte des Einsatzmaterials an freien Fett-
5 säuren und Wasser - hinreichende praktische Möglich-
keiten der Realisierung bestehen. Die Erfinder haben
sich dabei die Aufgabe gestellt, diese basisch kataly-
sierte Umesterung der Fettsäureglyceride mit mono-
funktionellen Alkoholen, insbesondere Methanol, derart
10 abzuwandeln, daß mit in dem Einsatzmaterial bzw. Reak-
tionsgemisch praktisch unlöslichen Feststoffen als
Katalysatoren - und damit mit heterogener Katalyse -
gearbeitet wird. Es leuchtet ein, daß hierdurch be-
trächtliche Erleichterungen insbesondere bei der Ab-
15 trennung des Katalysators vom Reaktionsgemisch erhalten
werden.

Die Lösung der erfindungsgemäßen Aufgabe geht von der
überraschenden Feststellung aus, daß festes Natrium-
20 carbonat Na_2CO_3 und/oder Natriumhydrogencarbonat NaHCO_3
als heterogene Feststoffkatalysatoren geeignet sind, die
gewünschte alkoholytische Spaltung von Fettsäureglyce-
riden unter den an sich vorbekannten milden Bedingungen
von insbesondere niedrigen Drucken und Temperaturen
25 wirkungsvoll zu katalysieren.

Gegenstand der Erfindung ist dementsprechend in einer
ersten Ausführungsform die Verwendung von festem Na-
triumcarbonat und/oder Natriumhydrogencarbonat als
30 heterogene Feststoffkatalysatoren bei der Umesterung von
entsäuerten und wasserfreien Fettsäureglyceriden mit
niederen monofunktionellen Alkoholen zu Fettsäurealkyl-
estern und Glycerin.

Die Erfindung betrifft in einer weiteren Ausführungsform ein Verfahren zur katalytischen Umesterung von Fett-
5 säureglyceriden mit niederen monofunktionellen Alkoholen durch Umsetzung eines im wesentlichen säure- und wasserfreien Glyceridausgangsmaterials mit dem monofunktionellen Alkohol und vorzugsweise nachfolgender Abtrennung des freigesetzten Glycerins. Das neue Verfahren ist da-
10 durch gekennzeichnet, daß man festes Natriumcarbonat und/oder festes Natriumhydrogencarbonat als heterogenen Feststoffkatalysator einsetzt. In der bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird unter energie- und kostensparenden Bedingungen derart gearbeitet, daß die Umsetzung des Fettsäureglycerideinsatzmate-
15 rials im Bereich von Normaldruck und bei nur mäßig erhöhten Temperaturen, die insbesondere den Bereich von etwa 100°C nicht wesentlich überschreiten, vorgenommen wird. Insbesondere dem Ziel der Kosteneinsparung dienen
20 weiterhin die bevorzugten Maßnahmen, den Überschuß des monofunktionellen Alkohols niedrig zu halten und die Trennung des Reaktionsgemisches durch physikalische Phasentrennung zu bewirken, und destillative Trennschritte bevorzugt nur dort einzusetzen, wo sie un-
25 umgänglich sind.

Die Verfahrenstemperatur bei der Umesterung liegt bevorzugt im Bereich der Siedetemperatur des eingesetzten Alkanols. Da bei Normaldruck oder nur schwach erhöhten
30 Drucken gearbeitet wird, liegt die Umsetzungstemperatur bei der Umesterung der Glyceride mit Methanol üblicherweise im Bereich von etwa 60 bis 75°C, bevorzugt im Bereich von etwa 65 bis 70°C.

Als Fettsäureglyceride eignen sich insbesondere entsprechend vorbehandelte (entsäuerte) Fette und/oder Öle
5 pflanzlichen und/oder tierischen Ursprungs. Sie werden mit niederen Alkanolen mit bevorzugt 1 bis 4 C-Atomen der Umesterung unterzogen. Als niederes Alkanol wird bevorzugt Methanol eingesetzt. Das Glycerideinsatzma-
10 terial soll eine Säurezahl von höchstens etwa 1, bevorzugt Säurezahlen von höchstens etwa 0,7 aufweisen, wobei es insbesondere zweckmäßig sein kann, mit Säurezahlen im Bereich von etwa 0,5 oder darunter zu arbeiten. Der Wassergehalt des Glycerideinsatzmaterials soll so niedrig wie möglich liegen; insbesondere beträgt er nicht
15 mehr als etwa 0,8 Gew.-%, bevorzugt wird unter praktisch wasserfreien Bedingungen gearbeitet. Entsäuertes und wasserfreies Glycerideinsatzmaterial kann als Reaktionsprodukt der eingangs geschilderten vorgeschalteten Verfahrensstufen - insbesondere als Produkt einer Vorver-
20 esterung des Ausgangsmaterials - leicht gewonnen werden.

Auch der Überschuß an monofunktionellem Alkohol, der in die Stufe der Umesterung der Glyceride eingeführt wird, wird im erfindungsgemäßen Sinne möglichst weitgehend
25 eingeschränkt. In der bevorzugten Ausführungsform wird im Reaktionsansatz mit Gewichtsverhältnissen von Alkanol - bevorzugt Methanol - zum Fettsäureglycerid im Bereich von 0,2 bis 1 : 1 und besonders bevorzugt im Bereich von 0,2 bis 0,5 : 1 gearbeitet.

30 Für den praktischen Einsatz des in heterogener Feststoffphase vorliegenden Natriumcarbonats und/oder Natriumhydrogencarbonats können alle bekannten Verfahrensmodifikationen eingesetzt werden. Die heterogen

katalysierte Umesterung kann diskontinuierlich oder auch kontinuierlich durchgeführt werden. Der Katalysator kann
5 dabei entweder als feineres oder gröberes Pulver, in Form von Chips oder Tabletten oder auch als Tränkkatalysator aufgebracht auf ein Trägermaterial Verwendung finden. Das Katalysatormaterial kann dabei als Festbett
10 angeordnet sein, ebenso ist es auch möglich, mit einer bewegten Schüttung des Katalysatormaterials zu arbeiten, beispielsweise in Rührkesseln, im Fließbett bzw. Wirbelbett in Pulsationsvorrichtungen und dergleichen. Besonders zweckmäßig ist es, die heterogen katalysierte Umesterung bei Normaldruck unter schwachem Sieden des
15 Alkohols durchzuführen.

Das freigesetzte Glycerin wird aus dem Reaktionsgemisch bevorzugt durch Phasentrennung abgeschieden. Hierzu kann es zweckmäßig sein, die Reaktionsmischung oder einen aus
20 dem Reaktionsgemisch abgezweigten Teilstrom zu kühlen. Dabei ist es vorteilhaft, vor dieser Kühlung einen Teil des monofunktionellen Alkohols aus dem Reaktionsgemisch bzw. aus dem abgezweigten Teilstrom des Reaktionsgemisches zu verdampfen. Hierdurch wird die Löslichkeit
25 des freigesetzten Glycerins in der Fettsäureester/Alkohol/Öl-Phase gesenkt und gleichzeitig die Dichte der Glycerin-Phase erhöht, so daß sich das entstandene Glycerin leicht durch Phasentrennung entfernen läßt. Das auf diese Weise aus dem Reaktionsgemisch abgezogene
30 Alkanol wird vorzugsweise im Kreislauf dem Reaktor wieder zugeführt. Die partielle Entfernung des Glycerins aus dem Reaktionsgemisch wird in dieser Verfahrensweise derart vorgenommen, daß bei einer insbesondere kontinuierlichen Abzweigung eines Teilstromes aus dem

- Reaktor durch dessen Befreiung vom Methanol und anschließende Abtrennung von freiem Glycerin die in den
- 5 Reaktor zurückgeführte Methylester/Öl-Phase eine homogene Flüssigphase ist, d.h. daß in der rückgeführten Flüssigphase weder eine separate Methanol-Phase noch eine aus freiem Glycerin bestehende Phase auftritt.
- 10 Demzufolge besteht eine besonders bevorzugte Ausführungsform der Erfindung darin, daß man im kontinuierlichen Verfahren zunächst wenigstens einen Teilstrom des Reaktantengemisches durch einen Verdampfer leitet, in dem vorliegendes freies Alkanol wenigstens anteilweise
- 15 verdampft wird. Anschließend kühlt man die Flüssigphase auf Temperaturen unter 50°C , insbesondere auf Temperaturen im Bereich von 30 bis 40°C , woraufhin man durch Phasentrennung die schwerere Glycerinphase abtrennt und ausschleust während man einen Teil der leichteren Ester-
- 20 phase als Kreislaufstrom in die Umesterung zurückführt, in die man gleichzeitig den verdampften Alkanolanteil und frische Reaktanten einspeist.

- Es ist möglich, die Abtrennung der Glycerin-Phase aus
- 25 dem Kreislaufstrom durch zusätzliche Trennhilfen beispielsweise durch Einsatz von Koaleszenzabscheidern zu erleichtern. Zusammen mit der Glycerin-Phase werden gegebenenfalls vorliegende bzw. anfallende Anteile an Wasser und Seifen aus dem Reaktor ausgeschleust.

30

In einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Umesterung in mehreren Stufen in einer Reaktorkaskade durchgeführt.

35

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere als ein wichtiger Verfahrensschritt bei der Aufarbeitung

5 von natürlichen insbesondere ungereinigten Fetten und/oder Ölen wie Kokosöl, Palmkernöl, Sojaöl, Talg und dergleichen. Eine Reinigung dieser Ausgangsmaterialien von den natürlicherweise enthaltenen Schlamm- und Schleimstoffen ist nicht erforderlich. Das natürliche

10 Ausgangsmaterial wird zunächst einer Vorveresterung unterworfen wie es eingangs beschrieben ist. Besonders eignet sich hier das mit festen Kationenaustauscherharzen durchgeführte Verfahren gemäß der älteren deutschen Patentanmeldung P 35 01 761.9 (D 6972;

15 "Verfahren zur Vorveresterung freier Fettsäuren in Rohfetten und/oder -ölen") der Anmelderin. Das in dieser Vorstufe gewonnene Material mit Säurezahlen bevorzugt unter 0,7 enthält neben Methanol, dem Überschuß aus der Vorveresterung noch Wasseranteile, die als Gemisch

20 teilweise oder vollständig abgetrieben werden können. Durch diese Beseitigung des Reaktionswassers aus der Vorveresterung liegt für das erfindungsgemäße Verfahren ein Einsatzmaterial vor, das unmittelbar der Umesterung im erfindungsgemäßen Sinne unterworfen werden kann. Die

25 vorherige Abtrennung der Schlamm- und Schleimstoffe ist nicht erforderlich. Sie wird bei der ohnehin erforderlichen destillativen Aufbereitung der erfindungsgemäß ausgebildeten Fettsäuremethylester bewirkt.

30

35

5

BeispieleBeispiel 1

- 10 1000 g vorverestertes Kokosöl (Säurezahl des behandelten
Materials 0,57) und 500 g Methanol wurden in Gegenwart
von 10 g Na_2CO_3 -Pulver in einem Rührkessel (Rührerdreh-
zahl $n = 350$ U/min) unter Normaldruck und leichtem Sie-
den unter Rückfluß des Kondensates (Reaktionstemperatur
15 69°C) innerhalb eines Zeitraumes von einer Stunde umge-
setzt. Nach dem Abkühlen und Absetzen der Glycerin-Phase
betrug das Mengenverhältnis der Fettsäuremethylester-
Phase : Glycerin-Phase 3,1 : 1. In der Fettsäuremethy-
l-ester-Phase war der Anteil an gebundenem Glycerin von
20 ursprünglich 13 Gew.-% auf 0,2 Gew.-% abgesenkt.

Beispiel 2

- In einem Rührkessel mit 2,5 l Inhalt (Rührerdrehzahl 800
25 U/min) wurden 2 kg vorverestertes und wasserfreies Ko-
kosöl zusammen mit 1 kg Methanol 2 Stunden lang unter
schwachem Sieden diskontinuierlich umgesetzt. Als Kata-
lyзатор wurden dabei 400 g getrocknete Sodachips (durch-
schnittliche Teilchengröße 1 bis 5 mm) im Reaktionsge-
30 misch verwirbelt. Anschließend wurden in kontinuierli-
cher Verfahrensführung dem Reaktor 0,5 l/h vorverester-
tes Kokosöl (Säurezahl = 0,43; 13 Gew.-% gebundenes
Glycerin) und 0,24 l/h Methanol zugeführt. Ein Kreis-
laufstrom von 5,6 l/h wurde aus dem Reaktor abgezogen

35

und in einem Verdampfer weitgehend vom Methanol befreit. Nach dem Abkühlen auf 35°C wurde aus diesem Kreislaufstrom aus einem Abscheider eine schwerere Glycerin/Methylester-Phase so gesteuert über ein Stellventil abgezogen, daß das Flüssigkeitsniveau im Reaktor konstant blieb. Der nicht abgezogene Anteil, eine Glycerin-arme Fettsäuremethylester-Phase, wurde als Kreislaufstrom wieder in den Reaktor zurückgeführt. Das im Verdampfer abgetrennte Methanol wurde ebenfalls im Kreislauf in den Reaktor zurückgegeben. Die Reaktion im Reaktor erfolgte unter schwachem Sieden des Methanols und bei Normaldruck.

Die aus dem Kreislaufstrom im ersten Abscheider abgezogene schwerere Glycerin/Methylester-Phase trennte sich in einem Abscheidegefäß in eine Glycerin- und eine Fettsäuremethylester-Phase. Bei stationärem Betrieb betrug der Anteil an gebundenem Glycerin in der Methylester-Phase nach der Glycerinabscheidung etwa 0,5 Gew.-%. Die Werte waren über mehrere Tage ohne Katalysatorwechsel reproduzierbar.

5

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Verwendung von festem Natriumcarbonat und/oder Natriumhydrogencarbonat als heterogene Feststoffkatalysatoren bei der Umesterung von entsäuerten und wasserfreien Fettsäureglyceriden insbesondere aus Fetten und/oder Ölen natürlichen Ursprungs mit niederen monofunktionellen Alkoholen zu Fettsäurealkylestern und Glycerin.
2. Verfahren zur katalytischen Umesterung von Fettsäureglyceriden insbesondere von Fetten und/oder Ölen natürlichen Ursprungs mit niederen Alkanolen durch Umsetzung des entsäuerten Glyceridausgangsmaterials mit dem Alkanol im Bereich von Normaldruck und mäßig erhöhten Temperaturen, vorzugsweise im Bereich der Siedetemperatur des Alkanols, mit nachfolgender Abtrennung des freigesetzten Glycerins, dadurch gekennzeichnet, daß man festes Natriumcarbonat und/oder Natriumhydrogencarbonat als heterogenen Feststoffkatalysator einsetzt und dabei mit im wesentlichen wasserfreien Reaktanten arbeitet.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man die Feststoffkatalysatoren als Pulver - hier insbesondere im Reaktantengemisch dispers verteilt - oder als stückiges, gegebenenfalls auf einem Träger vorliegendes Material - hier insbesondere in Form von Festbettkatalysatoren - einsetzt.

4. Verfahren nach den Ansprüchen 2 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß man entsäuerte Fettsäure-
5 glyceride mit Säurezahlen von höchstens 1 vorzugsweise mit einer Säurezahl von höchstens 0,7 einsetzt, die praktisch wasserfrei sind.
5. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß beim Reaktionsansatz mit
10 Gewichtsverhältnissen von Alkanol zum Fettsäureglycerid im Bereich von 0,2 bis 1 : 1, vorzugsweise im Bereich von 0,2 bis 0,5 : 1 gearbeitet wird und das als bevorzugtes Alkanol
15 Methanol verwendet wird.
6. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß freigesetztes Glycerin aus dem Reaktionsgemisch durch Kühlung und Phasentrennung
20 abgeschieden wird, wobei zunächst Alkanol verdampft und danach eine freies Glycerin enthaltende Phase abgetrennt wird.
7. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man im kontinuierlichen Verfahren
25 wenigstens einen Teilstrom des Reaktantengemisches durch einen Verdampfer leitet, in dem vorliegendes freies Alkanol wenigstens anteilsweise verdampft wird, anschließend die Flüssigphase auf Temperaturen
30 unter 50°C, insbesondere auf Temperaturen im Bereich von 30 bis 40°C kühlt, woraufhin man durch Phasentrennung die schwerere Glycerinphase abtrennt, und ausschleust, während man einen Teil der leichteren

Esterphase als Kreislaufstrom in die Umesterung
zurückführt, in die man gleichzeitig den verdampften
5 Alkanolanteil und frische Reaktanten einspeist.

8. Verfahren nach den Ansprüchen 2 bis 7, dadurch ge-
kennzeichnet, daß die Umesterung in mehreren Stufen
in einer Reaktorkaskade durchgeführt wird.

10

15

20

25

30

35



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0200982

Nummer der Anmeldung

EP 86 10 5506

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X	BE-A- 506 421 (P. ANGLARET, Y. MAUBEC) * Ansprüche 1-5; Seite 2, Zeilen 28-46 *	1-4,6	C 11 C 3/04
X	--- US-A-2 561 394 (D.E. MARSHALL) * Anspruch 1; Spalte 1, letzter Absatz; Spalte 2, Absatz 1 *	1	
P,X	--- DE-A-3 421 217 (HOECHST) * Ansprüche 1,2,3; Seite 9, Zeilen 1-26; Seite 11, Zeilen 25-29; Seite 12, Zeilen 2-6; Seite 13 * -----	1-8	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
			C 11 C
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 11-08-1986	Prüfer PEETERS J.C.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			