



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2010 00059

(22) Data de depozit: 25.01.2010

(41) Data publicării cererii:
30.09.2011 BOPI nr. 9/2011

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
CHIMIE ȘI PETROCHIMIE - ICECHIM,
SPLAIUL INDEPENDENȚEI NR.202,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• STEPAN EMIL, BD.TIMIȘOARA NR. 49,
BL. CC6, SC. A, ET.3, AP. 12, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• VELEA SANDA, STR. ZAMBILELOR
NR. 6, BL. 60, ET. 2, AP. 5, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;

• TĂNASE CONSTANTIN,
ȘOS. ALEXANDRIEI NR. 11, BL. C11,
SC. E, ET. 2, AP. 69, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;
• RADU ADRIAN, STR. TIMIȘOARA NR. 35
BL. OD6, SC.5, AP. 174 SECT.6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• ENĂȘCUȚĂ CRISTINA EMANUELA,
STR. BOZIENI NR.6, BL.832, SC.2, AP.131,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• OPRESCU ELENA EMILIA,
ALEEA PROFESORILOR NR.6, BL. 37C,
SC.C, AP.46, PLOIEȘTI, PH, RO

(54) PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI BIOCARBURANT DIESEL
ȘI A UNOR TENSIDE, DIN MATERII GRASE

(57) Rezumat:

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere simultan a unui biocarburant și a unor tenside. Procedeu conform invenției constă din transesterificarea trigliceridelor din materii grase, deshidratate, cu amină alifatică în proporție de 2...4%, cu metanol în proporție de 12,5...16% și cu carbonat de guanidiniu în proporție de 0,09...0,15% drept catalizator, prin agitare timp de 3...6 h, la 67...75°C, urmată de îndepărtarea prin distilare a unui condens metanolic cu conținut de amine, și separarea după decantare a glicerinei brute

de fracția esterică, aceasta fiind distilată la vid înaintat în film descendent, într-o primă etapă la o temperatură de 152...162°C, separându-se esterii metilici ai acizilor grași în proporție de 66,6...74% în greutate față de materia grasă, iar într-o a doua etapă, la o temperatură de 200...216°C, din care se separă monogliceride ale acizilor grași în proporție de 18,85...23,55% în greutate față de materia grasă.

Revendicări: 2



PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI BIOCARBURANT DIESEL SI A UNOR TENSIDE, DIN MATERII GRASE

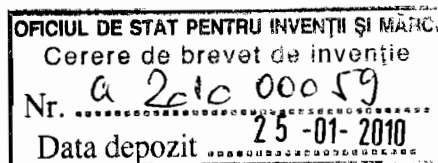
Inventia se refera la un procedeu de obtinere a unui biocarburant diesel pe baza de esteri metilici ai acizilor grasi, cunoscut si sub denumirea de biodiesel, si a unor tenside pe baza de monogliceride ale acizilor grasi, prin procesarea chimica a materiilor grase.

Se cunosc numeroase procedee de obtinere a biodieselului, prin metanoliza trigliceridelor componente ale materiilor grase, in cataliza omogena sau heterogena. Dintre acestea, cel mai frecvent aplicate industrial sunt tehnologiile in cataliza omogena de tip alcalin. In acest caz, conditiile de reactie sunt relativ blande, respectiv presiune atmosferica si temperaturi variind in intervalul 20-70°C. La utilizarea unor catalizatori de tipul metoxidului de sodiu, a hidroxizilor de potasiu sau de sodiu dizolvati in metanol, dupa un timp de reactie de 45-90 minute, rezulta o conversie in esteri metilici ai acizilor grasi de 94-97%. Prezenta acizilor grasi liberi in componenta materiilor grase si o reactie secundara nedorita, cunoscuta ca fiind saponificarea esterilor metilici ai acizilor grasi, conduc la impurificarea produsului cu saruri ale acizilor grasi. Acestea, cunoscute si ca sapunuri alcaline se indeparteaza de obicei prin spalarea produsului cu apa, ceea ce creaza numeroase probleme tehnologice datorita capacitatii emulsionante a sapunurilor. Au existat numeroase preocupari de inlaturare a acestui dezavantaj important.

Astfel, este cunoscut un procedeu de obtinere a esterilor metilici ai acizilor grasi, prin metanoliza trigliceridelor in cataliza alcalina. Dupa terminarea reactiei urmata de separarea glicerinei brute, esterii metilici bruti sunt purificati prin tratare cu o solutie apoasa de acizi organici sau anorganici. [brevet american US 5.434.279]

Procedeu prezinta dezavantaje legate de purificarea cu solutii de acizi a esterilor metilici. Sapunurile alcaline formate in procesul de metanoliza in cataliza de KOH, dupa tratarea cu solutii acide, se transforma in acizi grasi liberi. Acestia raman in faza de esteri metilici impurificandu-i, deoarece sunt complet miscibili cu acestia. Standardul european de calitate pentru biodiesel, EN 14214, limiteaza indicele de aciditate al produsului la max. 0,5 mg KOH/g.

Se cunoaste un procedeu de preparare a esterilor acizilor grasi prin alcooliza materiilor grase cu un continut de maxim 1% acizi grasi liberi, dar preferabil mai mic de 0,2%, in prezenta de metanol, utilizand carbonatul de guanidiniu drept catalizator, la temperaturi de 50-120°C. Conform exemplelor de realizare a inventiei, carbonatul de guanidiniu se utilizeaza in raport de 0,54-1,09% fata de materiile grase, rezultand dupa separarea glicerinei brute, o



compozitie esterica cu continut de 94,8-98,7% esteri metilici ai acizilor grasi si 0,3-1,3% monogliceride. [brevet american **US 7.468.450**]

Procedeeul prezinta dezavantaje legate de necesitatea procesarii numai a materiilor grase de calitate superioara, cu un continut de maxim 1% acizi grasi liberi, dar preferabil mai mic de 0,2% si de utilizarea unui catalizator scump, in proportii destul de mari pentru un produs relativ ieftin, ca biodieselul.

Monogliceridele acizilor grasi, substante tensioactive cu valoare de utilizare ridicata, se fabrica in prezent prin procedee care necesita temperaturi ridicate si timp de reactie indelungat, avand la baza esterificarea glicerinei cu acizi grasi sau gliceroliza trigliceridelor acizilor grasi din uleiuri vegetale sau grasimi. De fiecare data, rezulta amestecuri de mono-, di- si trigliceride, din care se separa monogliceride cu concentratie > 90% prin distilare la vid inaintat (distilare moleculara).

Conform unui exemplu reprezentativ dintr-un astfel de procedee, uleiurile vegetale au fost tratate cu glicerina in exces de 200% fata de necesarul stoechiometric, in prezenta de dioxan, luat in raport de 30% fata de totalul materiilor prime si de hidroxid de strontiu, in proportie de 0,1% fata de ulei. Amestecul de reactie a fost mentinut la 250°C timp de 60 minute, asigurandu-se o presiune de 130-140 p.s.i. in vasul de reactie. S-a indepartat dioxanul prin distilare iar produsele de reactie au fost racite rapid la 100°C. Glicerina care s-a separat a fost indepartata. Produsul final a fost constituit din 70% monogliceride ale acizilor grasi. [brevet britanic **GB 731.388**]

Procedeeul prezinta dezavantaje legate de utilizarea unui solvent de reactie (dioxan), de excesul mare de glicerina si de temperatura de reactie ridicata, respectiv de necesitatea lucrului la presiune.

Problema tehnica pe care urmareste sa o rezolva inventia este aceea de rentabilizare a biodieselului, prin fabricarea acestuia impreuna cu emulgatori avand structura de monogliceride ale acizilor grasi, produse cu valoare adaugata, in conditiile inlaturarii unor dezavantaje ale procedeeelor clasice.

Procedeeul conform inventiei inlatura dezavantajele mentionate anterior prin aceea ca, in prima etapa materiile grase, selectate dintre uleiurile de rapita, soia, floarea soarelui, sofranel, palmier, in, cînepa, bumbac, arahide, dovleac, germei de porumb, cocos, samburi de palmier, ricin, masline, ulei microalgal, unt de cacao, untura de porc, de peste, grasimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, in stare naturala (brute), purificate sau recuperate din deseuri, se deshidrateaza prin incalzire sub agitare si depresiune, pana la un continut de apa de max. 0,05%, se trateaza sub agitare cu amina alifatica, de tipul

dietilaminei sau morfolinei, in proportie de 2-4% in greutate fata de materia grasa, cu metanol in proportie de 12,5-16% in greutate fata de materia grasa, cu carbonat de guanidiniu in proportie de 0,09-0,15% in greutate fata de materia grasa, se mentine agitarea masei de reactie in intervalul de temperatura de 67-75°C timp de 3-6 ore, in care are loc procesul de metanoliza, se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 5-20 mm Hg, condens metanolic cu continut de amine, care se poate recicla la sarjele urmatoare, masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: glicerina bruta, care se indeparteaza in vederea valorificarii si fractia esterica, iar aceasta din urma se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt, care functioneaza in 2 etape, in prima etapa se regleaza temperatura evaporatorului in intervalul 152-162°C si presiunea in intervalul $5-9 \times 10^{-4}$ at, separandu-se esteri metilici ai acizilor grasi in proportie de 66,6-74% in greutate fata de materia grasa, si un reziduu 1, esterii metilici ai acizilor grasi fiind utilizati drept biocombustibil diesel (biodiesel), iar in etapa a 2-a, se regleaza temperatura evaporatorului in intervalul 200-216°C si presiunea in intervalul $1-5 \times 10^{-6}$ at, separandu-se din reziduu 1 prin distilare, monogliceridele ale acizilor grasi in proportie de 18,85-23,55% in greutate fata de materia grasa si reziduu 2, monogliceridele acizilor grasi fiind utilizate ca substante tensioactive, iar reziduu 2 putand fi reciclat la etapa de metanoliza.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- asigura consumuri reduse de materii prime si posibilitatea reciclarii totate a deseurilor de fabricatie, impreuna cu glicerina bruta rezultata ca subprodus de reactie si prin a carei purificare si valorificare ulterioara, se reduc costurile de fabricatie
- permite utilizarea atat a materiilor grase de calitate superioara, cat si a celor de calitate inferioara, amestecuri, sau recuperate din deseuri si avand un continut mare de acizi grasi liberi
- nu necesita investitii costisitoare, datorita conducerii reactiilor la presiune atmosferica, si la temperaturi mai scazute decat in cazul procedeelor clasice
- asigura rentabilizarea fabricatiei de biodiesel, prin producerea acestuia impreuna cu monogliceride ale acizilor grasi, produse cu valoare adaugata

Se dau in continuare 5 exemple de realizare a inventiei:

EXEMPLUL 1

Intr-o instalatie formata dintr-un balon cu 4 gaturi avand capacitatea de 3 l, prevazut cu agitatie actionata electric, termometru, calota incalzita electric, condensator racitor prevazut cu un balon colector pentru distilat si o pompa de vid, se introduc 2000 g ulei de rapita brut,

avand indicele de saponificare 186,31 mg KOH/g, indicele de aciditate de 1.79 mg KOH/g, continutul de fosfatide 0,98% si 0,18% apa. Se porneste agitarea si incalzirea. La atingerea temperaturii de 70° C se cupleaza pompa de vid, si se colecteaza condensul apos. Se mentine uleiul sub agitare, in intervalul de temperatura de 70-80°C si depresiune de 5-10 mm Hg, timp de 15 minute, cand continutul de apa scade sub 0,05%. Se raceste uleiul la o temperatura mai mica de 65° si se trateaza sub agitare cu 40 g morfolina si 320 g metanol. Peste masa de reactie sub agitare se introduc 2 g carbonat de guanidiniu. Se continua agitarea masei de reactie, mentinandu-se temperatura la 70-75°C, timp de 3 ore. Se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 5-10 mm Hg, 266 g condens. Condensul se poate reutiliza la sarjele ulterioare, dupa caracterizarea fizico-chimica a acestuia. Masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: 2021 g fractie esterica si 52 g glicerina bruta. Fractia esterica este compusa din: 71,49% esteri metilici, 19,33% monogliceride, 7,96% digliceride, 0,90% trigliceride ale acizilor grasi si 0,32% alti compusi. Fractia esterica se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt. Instalatia functioneaza in 2 etape. In prima etapa are loc separarea esterilor metilici ai acizilor grasi, de reziduu 1, iar in etapa a 2-a, din reziduu 1 se separa monogliceridele acizilor grasi de reziduu 2. Parametrii primei etape de distilare au fost:

- debit alimentare fractie esterica: 1000 ml / h
- temperatura alimentare : 40°C
- temperatura evaporator : 152-155°C
- temperatura reziduu 1 : 120°C
- depresiune (vid) : $5-7 \times 10^{-4}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 360 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 1447 g esteri metilici ai acizilor grasi si 572 g reziduu 1. Esterii metilici astfel separati, au un continut > 98,5% esteri metilici ai acizilor grasi si indeplinesc caracteristicile calitative de biocombustibil diesel (biodiesel) in conformitate cu standardul EN 14214. Parametrii celei de-a doua etape de distilare au fost:

- debit alimentare reziduu 1: 500 ml / h
- temperatura alimentare : 50-60°C
- temperatura evaporator : 200-205°C
- temperatura reziduu 2 : 160-170°C
- depresiune (vid) : $1-2 \times 10^{-6}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 360 rpm

- o temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 392 g monogliceride ale acizilor grasi, avand un continut $> 93\%$ monogliceride si 179 g reziduu 2, compus in majoritate din digliceride ale acizilor grasi. Reziduuul 2 se poate reutiliza la sarjele ulterioare.

EXEMPLUL 2

Intr-o instalatie formata dintr-un balon cu 4 gaturi avand capacitatea de 3 l, prevazut cu agitare actionata electric, termometru, calota incalzita electric, condensator racitor prevazut cu un balon colector pentru distilat si o pompa de vid, se introduc 2000 g de ulei de palmier brut, avand indicele de saponificare 202,14 mg KOH/g, indicele de aciditate de 2,32 mg KOH/g, indicele de iod de 52,4 g I / 100 g si 0,14% apa. Se porneste agitarea si incalzirea. La atingerea temperaturii de 80°C se cupleaza pompa de vid, si se colecteaza condensul apos. Se mentine uleiul sub agitare, in intervalul de temperatura de $80-90^{\circ}\text{C}$ si depresiune de 10-20 mm Hg, timp de 30 minute, cand continutul de apa scade sub 0,05%. Se raceste uleiul la o temperatura mai mica de 65° si se trateaza sub agitare cu 60 g dietilamina si 250 g metanol. Peste masa de reactie sub agitare se introduc 2 g carbonat de guanidiniu. Se continua agitarea masei de reactie, mentinandu-se temperatura la $67-70^{\circ}\text{C}$, timp de 6 ore. Se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 10-20 mm Hg, 248 g condens. Condensul se poate reutiliza la sarjele ulterioare, dupa caracterizarea fizico-chimica a acestuia. Masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: 2014 g fractie esterica si 43 g glicerina bruta. Fractia esterica este compusa din: 65,98% esteri metilici, 21,33% monogliceride, 9,84% digliceride, 2,32% trigliceride ale acizilor grasi si 0,53% alti compusi. Fractia esterica se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt. Instalatia functioneaza in 2 etape. In prima etapa are loc separarea esterilor metilici ai acizilor grasi, de reziduuul 1, iar in etapa a 2-a, din reziduuul 1 se separa monogliceridele acizilor grasi de reziduuul 2. Parametrii primei etape de distilare au fost:

- debit alimentare fractie esterica: 1000 ml / h
- temperatura alimentare : 40°C
- temperatura evaporator : 160°C
- temperatura reziduu 1 : 125°C
- depresiune (vid) : $7-9 \times 10^{-4}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 1332 g esteri metilici ai acizilor grasi si 681 g reziduu 1. Esterii metilici astfel separati, au un continut $> 98,1\%$ esteri metilici ai acizilor grasi si indeplinesc caracteristicile

calitative de biocombustibil diesel (biodiesel) in conformitate cu standardul EN 14214.

Parametrii celei de-a doua etape de distilare au fost:

- debit alimentare reziduu 1: 500 ml / h
- temperatura alimentare : 55-60°C
- temperatura evaporator : 210-215°C
- temperatura reziduu 2 : 165-170°C
- depresiune (vid) : $3-4 \times 10^{-6}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 429 g monogliceride ale acizilor grasi, avand un continut > 93% monogliceride si 251 g reziduu 2, compus in majoritate din digliceride ale acizilor grasi. Reziduuul 2 se poate reutiliza la sarjele ulterioare.

EXEMPLUL 3

Intr-o instalatie formata dintr-un balon cu 4 gatari avand capacitatea de 3 l, prevazut cu agitare actionata electric, termometru, calota incalzita electric, condensator racitor prevazut cu un balon colector pentru distilat si o pompa de vid, se introduc 2000 g amestec de ulei de palmier brut cu ulei microalgal obtinut din *Scenedesmus opoliensis AICB 141*, avand indicele de saponificare 199,34 mg KOH/g, indicele de aciditate de 1,87 mg KOH/g, indicele de iod de 95,74 g I / 100 g si 0,19% apa. Se porneste agitarea si incalzirea. La atingerea temperaturii de 80° C se cupleaza pompa de vid, si se colecteaza condensul apos. Se mentine uleiul sub agitare, in intervalul de temperatura de 80-90°C si depresiune de 5-10 mm Hg, timp de 30 minute, cand continutul de apa scade sub 0,05%. Se raceste uleiul la o temperatura mai mica de 65° si se trateaza sub agitare cu 50 g morfolina si 272 g metanol. Peste masa de reactie sub agitare se introduc 1,8 g carbonat de guanidiniu. Se continua agitarea masei de reactie, mentinandu-se temperatura la 70-75°C, timp de 4 ore. Se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 10-20 mm Hg, 236 g condens. Condensul se poate reutiliza la sarjele ulterioare, dupa caracterizarea fizico-chimica a acestuia. Masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: 2027 g fractie esterica si 58 g glicerina bruta. Fractia esterica este compusa din: 68,44% esteri metilici, 23,15% monogliceride, 6,46% digliceride, 1,26% trigliceride ale acizilor grasi si 0,69% alti compusi.

Fractia esterica se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt. Instalatia functioneaza in 2 etape. In prima etapa are loc separarea esterilor metilici ai acizilor grasi, de reziduuul 1, iar in etapa a 2-a, din reziduuul 1 se separa monogliceridele acizilor grasi de reziduuul 2. Parametrii primei etape de distilare au fost:

- debit alimentare fractie esterica: 1000 ml / h
- temperatura alimentare : 40°C
- temperatura evaporator : 160°C
- temperatura reziduu 1 : 125°C
- depresiune (vid) : $8-9 \times 10^{-4}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 1390 g esterii metilici ai acizilor grasi si 637 g reziduu 1. Esterii metilici astfel separati, au un continut > 97,9% esterii metilici ai acizilor grasi si indeplinesc caracteristicile calitative de biocombustibil diesel (biodiesel) in conformitate cu standardul EN 14214.

Parametrii celei de-a doua etape de distilare au fost:

- debit alimentare reziduu 1: 500 ml / h
- temperatura alimentare : 55-60°C
- temperatura evaporator : 210-215°C
- temperatura reziduu 2 : 165-170°C
- depresiune (vid) : $3-4 \times 10^{-6}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 471 g monogliceride ale acizilor grasi, avand un continut > 94% monogliceride si 166 g reziduu 2, compus in majoritate din digliceride ale acizilor grasi. Reziduuul 2 se poate reutiliza la sarjele ulterioare.

EXEMPLUL 4

Intr-o instalatie formata dintr-un balon cu 4 gaturi avand capacitatea de 3 l, prevazut cu agitare actionata electric, termometru, calota incalzita electric, condensator racitor prevazut cu un balon colector pentru distilat si o pompa de vid, se introduc 1750 g ulei rezidual colectat de la unitati de alimentare publica, avand indicele de saponificare 196,74 mg KOH/g, indicele de aciditate de 2,92 mg KOH/g, indicele de iod de 126,56 g I / 100 g, 0,24% apa si 250 g reziduu 2 obtinut conform exemplului 2, format din 2,34% monogliceride, 75,51% digliceride, 17,92% trigliceride si 4,23% alti compusi. Se porneste agitarea si incalzirea. La atingerea temperaturii de 80° C se cupleaza pompa de vid, si se colecteaza condensul apos. Se mentine uleiul sub agitare, in intervalul de temperatura de 85-95°C si depresiune de 10-20 mm Hg, timp de 30 minute, cand continutul de apa scade sub 0,05%. Se raceste uleiul la o temperatura mai mica de 65° si se trateaza sub agitare cu 240 g condens metanolic obtinut conform exemplului 2, avand o concentratie de 20,8% dietilamina, 30 g dietilamina si 90 g

metanol. Peste masa de reactie sub agitare se introduc 2 g carbonat de guanidiniu. Se continua agitarea masei de reactie, mentinandu-se temperatura la 67-70°C, timp de 6 ore. Se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 10-20 mm Hg, 263 g condens. Condensul se poate reutiliza la sarjele ulterioare, dupa caracterizarea fizico-chimica a acestuia. Masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: 2033 g fractie esterica si 43 g glicerina bruta. Fractia esterica este compusa din: 72,62% esteri metilici, 18,65% monogliceride, 7,36% digliceride, 0,66% trigliceride ale acizilor grasi si 0,71% alti compusi. Fractia esterica se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt. Instalatia functioneaza in 2 etape. In prima etapa are loc separarea esterilor metilici ai acizilor grasi, de reziduul 1, iar in etapa a 2-a, din reziduul 1 se separa monogliceridele acizilor grasi de reziduul 2. Parametrii primei etape de distilare au fost:

- debit alimentare fractie esterica: 1000 ml / h
- temperatura alimentare : 40°C
- temperatura evaporator : 159-162°C
- temperatura reziduu 1 : 125°C
- depresiune (vid) : $8-9 \times 10^{-4}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 1480 g esteri metilici ai acizilor grasi si 551 g reziduu 1. Esterii metilici astfel separati, au un continut > 98,1% esteri metilici ai acizilor grasi si indeplinesc caracteristicile calitative de biocombustibil diesel (biodiesel) in conformitate cu standardul EN 14214.

Parametrii celei de-a doua etape de distilare au fost:

- debit alimentare reziduu 1: 500 ml / h
- temperatura alimentare : 55-60°C
- temperatura evaporator : 212-216°C
- temperatura reziduu 2 : 165-170°C
- depresiune (vid) : $4-5 \times 10^{-6}$ at
- viteza de rotatie a agitatorului de nivelare a filmului : 350 rpm
- temperatura trapei de racire : -190°C (azot lichid)

Se colecteaza 377 g monogliceride ale acizilor grasi, avand un continut > 95% monogliceride si 172 g reziduu 2, compus in majoritate din digliceride ale acizilor grasi. Reziduul 2 se poate reutiliza la sarjele ulterioare.

EXEMPLUL 5

Se respecta procedeul descrise in exemplele 1...4, inlocuindu-se materiile grase respective, cu uleiuri de soia, floarea soarelui, sofranel, in, cînepa, bumbac, arahide, dovleac, germeni de porumb, cocos, samburi de palmier, ricin, masline, ulei microalgal, unt de cacao, untura de porc, de peste, grasimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, in stare naturala (brute), purificate sau recuperate din deseuri, efectuandu-se corectiile impuse de calitatea materiei grase. Randamentele si caracteristicile produselor astfel obtinute, se incadreaza in limitele valorilor prezentate in exemplele de mai sus.

REVENDICARI

1. Procedeu de obtinere a unui biocarburant diesel pe baza de esteri metilici ai acizilor grasi, si a unor tenside pe baza de monogliceride ale acizilor grasi, prin procesarea chimica a materiilor grase in mai multe etape, **caracterizat prin aceea ca** in prima etapa materiile grase se deshidrateaza prin incalzire sub agitare si depresiune, pana la un continut de apa de max. 0,05%, se trateaza sub agitare cu amina alifatica in proportie de 2-4% in greutate fata de materia grasa, cu metanol in proportie de 12,5-16% in greutate fata de materia grasa, cu carbonat de guanidiniu in proportie de 0,09-0,15% in greutate fata de materia grasa, se mentine agitarea masei de reactie in intervalul de temperatura de 67-75°C timp de 3-6 ore, in care are loc procesul de metanoliza, se indeparteaza initial prin distilare atmosferica, apoi la depresiune progresiva pana la 5-20 mm Hg, condens metanolic cu continut de amine, care se poate recicla la sarjele urmatoare, masa de reactie se separa prin decantare in 2 fractii: glicerina bruta, care se indeparteaza in vederea valorificarii si fractia esterica, iar aceasta din urma se transvazeaza intr-o instalatie de distilare la vid inaintat in film descendent, cu parcurs molecular scurt, care functioneaza in 2 etape, in prima etapa se regleaza temperatura evaporatorului in intervalul 152-162°C si presiunea in intervalul $5-9 \times 10^{-4}$ at, separandu-se esteri metilici ai acizilor grasi in proportie de 66,6-74% in greutate fata de materia grasa, si un reziduu 1, esterii metilici ai acizilor grasi fiind utilizati drept biocombustibil diesel (biodiesel), iar in etapa a 2-a, se regleaza temperatura evaporatorului in intervalul 200-216°C si presiunea in intervalul $1-5 \times 10^{-6}$ at, separandu-se din reziduu 1 prin distilare, monogliceridele ale acizilor grasi in proportie de 18,85-23,55% in greutate fata de materia grasa si reziduu 2, monogliceridele acizilor grasi fiind utilizate ca substante tensioactive, iar reziduu 2 putand fi reciclat la etapa de metanoliza.

2. Procedeu conform revendicarii 2, **caracterizat prin aceea ca** materiile grase sunt selectate dintre uleiurile de rapita, soia, floarea soarelui, sofranel, palmier, in, cînepa, bumbac, arahide, dovleac, germeni de porumb, cocos, samburi de palmier, ricin, masline, ulei microalgal, unt de cacao, untura de porc, de peste, grasimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, in stare naturala (brute), purificate sau recuperate din deseuri, iar aminele alifactice sunt de tipul dietilaminei sau morfolinei.