



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 01059**

(22) Data de depozit: **05.11.2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.02.2013** BOPI nr. **2/2013**

(41) Data publicării cererii:
30.07.2012 BOPI nr. **7/2012**

(73) Titular:
• **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;**

• **ENĂȘCUTĂ CRISTINA EMANUELA,
STR.BOZIENI NR.6, BL.832, SC.2, AP.131,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **RADU ADRIAN, BD.TIMIȘOARA NR.35,
BL.OD 6, SC.5, AP.174, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **OPRESCU ELENA EMILIA,
ALEEA PROFESORILOR NR.6, BL.37 C,
SC.C, AP.46, PLOIEȘTI, PH, RO;**
• **TUDOR ANDREI, STR.11 IUNIE NR.17,
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
GB 453921 A; FR 2757535 A1

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A ESTERILOR METILICI
AI ACIZILOR GRAȘI SULFURIZAȚI**



RO 127647 B1

1 Inventția se referă la un procedeu de obținere a esterilor metilici ai acizilor grași sul-
furizați, din grăsimi, compuși care conferă proprietăți antiuzură, antioxidare și de extremă
3 presiune, în compoziții de lubrifianți sau fluide, pentru prelucrări metalice.

5 Se cunosc numeroase procedee de obținere a grăsimilor sulfurizate și a derivaților
obținuți din procesarea acestora.

7 Conform unui astfel de procedeu, se sulfurizează o compoziție, constând din mono-,
di-, trigliceride ale acizilor monocarboxilici cu 3...30 atomi de carbon, acizii monocarboxilici
9 având cel puțin o dublă legătură, cu sulf, în prezența unui derivat aminic solubil în apă și a
apei (**US 6054418**). Compoziția supusă sulfurizării poate rezulta și din transesterificarea unei
11 grăsimi naturale cu cel puțin un alcool monohidroxilic, având 1...12 atomi de carbon. Ca
derivat aminic, s-au utilizat: alcanolamine (monoetanolamina), morfolina, piperidina, pipe-
13 razina, sau carbonat de guanidiniu. Procesul poate fi condus la presiune atmosferică sau la
presiuni de până la 20 atm, de preferat la presiuni supraatmosferice, temperatura de 130°C,
15 timp de reacție 6 h. După terminarea sulfurizării, se diluează masa de reacție cu n-heptan
și se separă materiile grase sulfurizate de faza apoasă care conține derivatul aminic. Se
17 usucă, pe sulfat de sodiu anhidru, materiile grase sulfurizate, se îndepărtează sulfatul de
sodiu prin filtrare și n-heptanul prin distilare.

19 Procedeu prezintă dezavantaje legate de timpul de reacție îndelungat, de 6 h, în
toate exemplele de realizare, și de utilizarea unor amine de tipul etanolaminei, care la tem-
peratura de 130°C și în timp de 6 h pot forma amide cu esterii acizilor grași, impurificând
21 produsul.

23 Conform unui alt procedeu, se sulfurizează esteri ai acizilor grași nesaturați cu 3...30
atomi de carbon cu alcooli mono- sau polihidroxilici, cu sulf elementar în prezență de hidra-
zină sau derivați ai acesteia (hidrat de hidrazină) (**FR 2757535**). Sulfurizarea are loc la
25 temperaturi de 5...200°C, preferabil, la 130°C, timp de reacție 6 h și la presiune atmosferică
sau la presiuni supraatmosferice. După terminarea sulfurizării, se îndepărtează hidrazina prin
27 distilare. Se diluează masa de reacție cu n-heptan, se filtrează și se îndepărtează n-heptanul
prin distilare.

29 Procedeu prezintă dezavantaje legate de utilizarea hidrazinei, un lichid toxic,
potențial cancerigen, foarte periculos pentru organismele acvatice și exploziv la distilare în
31 contact cu aerul sau cu numeroase alte substanțe.

33 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unui produs cu struc-
tură de ester metilic al acizilor grași sulfurizați, care conferă proprietăți antiuzură, antioxidare
și de extremă presiune, în compoziții de lubrifianți sau fluide pentru prelucrări metalice.

35 Procedeu conform invenției, de obținere a esterilor metilici ai acizilor grași sulfurizați,
din grăsimi, înlătură dezavantajele menționate anterior, prin aceea că, în prima etapă,
37 materiile grase se deshidratează prin încălzire sub agitare la o temperatură de 70...80°C și
o depresiune de 5...10 mm Hg, până la un conținut de apă de maximum 0,05%, se tratează
39 sub agitare cu metanol în proporție de 31,4...40,0% în greutate față de materia grasă, cu
carbonat de guanidiniu în proporție de 1...1,6% în greutate față de materia grasă, se menține
41 agitatea masei de reacție în intervalul de temperatură de 67...70°C, timp de o oră, aceasta
se separă prin decantare în 2 fracții: glicerina brută care se îndepărtează în vederea
43 valorificării și esterii metilici ai acizilor grași bruți, care conțin 0,32...0,59% în greutate guani-
dină, component al sistemului catalitic al etapei de sulfurizare, iar în a doua etapă, esterii
45 metilici ai acizilor grași bruți se tratează sub agitare cu sulf în proporție de 12,5...18% în
greutate față de materia grasă, se îndepărtează din masa de reacție metanolul, prin distilare
47 atmosferică, iar urmele prin distilare la vid, se tratează sub agitare cu un amestec de amine
alifatic secundare și/sau terțiare în proporție de 12,5...18% în greutate față de materia

RO 127647 B1

grasă, se menține agitarea masei de reacție la o temperatură de 130...155°C, timp de 4...5 h, în care are loc procesul de sulfurizare, se îndepărtează prin distilare la vid condensul aminic, care poate fi reutilizat la șarjele ulterioare, se extrage masa de reacție sub agitare la o temperatură de 65...70°C cu o soluție de metanol în apă de concentrație 70...80%, se îndepărtează volatilele prin distilare la vid, iar produsul se filtrează printr-un strat filtrant, rezultând esteri metilici ai acizilor grași sulfurizați cu un conținut de sulf de 11,2...16,5%.

Conform procedurii, materiile grase sunt selectate dintre uleiurile de rapiță, soia, floarea soarelui, șofrănel, palmier, in, cânepă, bumbac, arahide, dovleac, germe de porumb, cocos, sâmburi de palmier, ricin, măsline, ulei microalgal, unt de cacao, untură de porc, de pește, grăsimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, în stare naturală, purificate sau recuperate din deșeuri, amestecul de amine alifatic secundare și/sau terțiare este selectat dintre aminele: morfolină, N,N-dimetiletanolamină [2-(dimetilamino)etanol], N,N-dietiletanolamină [2-(dietilamino)etanol], di-n-butilamină, în raport de 1:1...1:0, iar stratul filtrant este compus din bentonită, bentonită tratată acid, diatomită, cărbune activat, singure sau în amestec.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- permite utilizarea atât a uleiurilor vegetale de calitate superioară, cât și a celor de calitate inferioară, brute, amestecuri, sau recuperate din deșeuri și având un conținut mare de acizi grași liberi, și apă;

- esterii metilici ai acizilor grași, intermediari de reacție, nu necesită purificare în vederea sulfurizării; din contră, prezența guanidinei în compoziția de esteri metilici bruți, utilizată drept catalizator în etapa de metanoliză, contribuie în cadrul sistemului catalitic utilizat în etapa de sulfurizare, la creșterea gradului de sulfurizare;

- utilizarea unui sistem catalitic format dintr-un cuplu de amine secundare și terțiare, împreună cu guanidina rămasă din etapa anterioară de metanoliză, asigură un grad sporit de sulfurizare, în condițiile reducerii timpului de reacție și a conducerii exclusive a procesului la presiune atmosferică;

- asigură consumuri reduse de materii prime și posibilitatea reciclării deșeurilor de fabricație, împreună cu glicerina brută, rezultată ca subprodus de reacție și prin a cărei purificare și valorificare ulterioară, se reduc costurile de fabricație ale produsului;

- nu necesită investiții costisitoare, datorită conducerii procesului la presiune atmosferică.

Se dau, în continuare, 7 exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Într-o instalație formată dintr-un balon cu 4 gâturi, având capacitatea de 2 l, prevăzut cu agitare acționată electric, termometru, calota încălzită electric, condensator răcitor prevăzut cu un balon colector pentru distilat și o pompă de vid, se introduc 1000 g ulei de rapiță brut, având indicele de saponificare 186,95 mg KOH/g, indicele de aciditate de 2,79 mg KOH/g, și 0,29% apă. Se pornește agitarea și încălzirea. La atingerea temperaturii de 70°C, se cuplează pompa de vid și se colectează condensul apos. Se menține uleiul sub agitare, în intervalul de temperatură de 70...80°C și depresiune de 5...10 mm Hg, timp de 20 min, când conținutul de apă scade sub 0,05%. Se răcește uleiul la o temperatură mai mică de 65°C și se tratează sub agitare cu 320 g metanol. Peste masa de reacție sub agitare, se introduc 11 g carbonat de guanidiniu. Se continuă agitarea masei de reacție, menținându-se temperatura la 65...67°C, timp de o oră. Se separă, prin decantare, 234 g glicerina brută de esterii metilici ai acizilor grași bruți. Glicerina brută se poate purifica și valorifica. Esterii metilici bruți, cu un conținut de 0,37% guanidină, se reintroduc în balonul de 2 l. Se pornește agitarea și se introduc, peste esterii metilici, 140 g sulf. Se cuplează încălzirea. Se separă, prin distilare atmosferică, un condens metanolic, în balonul colector

RO 127647 B1

1 de distilat. Spre sfârșitul distilării, se cuplează pompa de vid, pentru îndepărtarea urmelor de
2 metanol. Se colectează 80 g condens metanolic, care, împreună cu metanolul recuperat din
3 glicerină brută, se poate reutiliza ca atare la șarjele ulterioare. Masa de reacție se tratează
4 sub agitare cu 70 g morfolină și 70 g N,N-dietiletanolamină, apoi se menține sub agitare la
5 150...155°C, timp de 4 h. Se cuplează pompa de vid și se îndepărtează, prin distilare la
6 10...15 torr, 110 g condens format din amine, care poate fi recirculat la șarjele ulterioare. Se
7 răcește masa de reacție și se tratează, sub agitare, cu 300 g soluție de metanol în apă 80%.
8 După circa 15 min de agitare la 65...70°C, se separă, prin decantare, extractul metanolic de
9 esterii metilici sulfurizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și se îndepărtează, prin
10 distilare la 10...15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul sulfurizat este filtrat printr-
11 un strat filtrant de bentonită tratată acid. Se obțin 1103 g esteri metilici sulfurizați, având un
12 conținut de 12,4% (% greutate) sulf.

13 **Exemplul 2.** Într-o instalație formată dintr-un balon cu 4 gâturi, având capacitatea de
14 2 l, prevăzut cu agitare acționată electric, termometru, calota încălzită electric, condensator
15 răcitor prevăzut cu un balon colector pentru distilat și o pompă de vid, se introduc 1000 g
16 untură de porc, având indicele de saponificare 198,52 mg KOH/g, indicele de aciditate de
17 1,79 mg KOH/g, și 0,38% apă. Se pornește agitare și încălzirea. La atingerea temperaturii
18 de 70°C, se cuplează pompa de vid, și se colectează condensul apos. Se menține untură
19 sub agitare, în intervalul de temperatură de 70...80°C și depresiune de 5...10 mm Hg, timp
20 de 20 min, când conținutul de apă scade sub 0,05%. Se răcește untura la o temperatură mai
21 mică de 65°C și se tratează, sub agitare, cu 360 g metanol. Peste masa de reacție sub agi-
22 tare, se introduc 14 g carbonat de guanidiniu. Se continuă agitare a masei de reacție,
23 menținându-se temperatura la 65...67°C, timp de o oră. Se separă, prin decantare, 245 g
24 glicerină brută de esterii metilici ai acizilor grași bruți. Glicerina brută se poate purifica și
25 valorifica. Esterii metilici bruți cu un conținut de 0,48% guanidină se reintroduc în balonul de
26 2 l. Se pornește agitare și se introduc, peste esterii metilici, 125 g sulf. Se cuplează
27 încălzirea. Se separă, prin distilare atmosferică, un condens metanolic în balonul colector
28 de distilat. Spre sfârșitul distilării, se cuplează pompa de vid, pentru îndepărtarea urmelor de
29 metanol. Se colectează 97 g condens metanolic, care, împreună cu metanolul recuperat din
30 glicerina brută, se poate reutiliza ca atare la șarjele ulterioare. Masa de reacție se tratează
31 sub agitare cu 125 g morfolină, apoi se menține sub agitare la 130°C, timp de 5 h. Se
32 cuplează pompa de vid și se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, 121 g condens format
33 în majoritate din morfolină, care poate fi recirculat la șarjele ulterioare. Se răcește masa de
34 reacție și se tratează sub agitare cu 300 g soluție de metanol în apă 80%. După circa 15 min
35 de agitare la 65...70°C, se separă, prin decantare, extractul metanolic de esterii metilici
36 sulfurizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și se îndepărtează, prin distilare la 10-
37 15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul sulfurizat este filtrat printr-un strat filtrant
38 de diatomită. Se obțin 1092 g esteri metilici sulfurizați, având un conținut de 11,2% (%
39 greutate) sulf.

40 **Exemplul 3 comparativ.** Se obțin esteri metilici bruți cu conținut de guanidină, prin
41 metanoliza trigliceridelor din untură de porc, în conformitate cu exemplul 2. Aceștia se
42 purifică, prin spălare sub agitare la 50...60°C, cu soluție de metanol în apă 40%, până la
43 îndepărtarea guanidinei. Se îndepărtează volatilele prin distilare la vid. Se obțin 994 g esteri
44 metilici purificați, care se tratează, sub agitare, cu 125 g morfolină și cu 125 g sulf. Masa de
45 reacție se menține sub agitare la 130°C, timp de 5 h. Se cuplează pompa de vid și se
46 îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, 120 g condens format în majoritate din morfolină,
47 care poate fi recirculat la șarjele ulterioare. Se răcește masa de reacție și se tratează sub
48 agitare cu 300 g soluție de metanol în apă 80%. După circa 15 min de agitare la 65...70°C,

RO 127647 B1

se separă, prin decantare, extractul metanolic de esterii metilici sulfurizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul sulfurizat este filtrat printr-un strat filtrant de diatomită. Se obțin 1086 g esterii metilici sulfurizați, având un conținut de 10,3% (% greutate) sulf.

Se observă efectul catalitic benefic al guanidinei din esterii metilici bruți.

Exemplul 4. Într-o instalație formată dintr-un balon cu 4 gâturi având capacitatea de 2 l, prevăzut cu agitare acționată electric, termometru, calota încălzită electric, condensator răcitor prevăzut cu un balon colector pentru distilat și o pompă de vid, se introduc 1000 g ulei de floarea soarelui brut, având indicele de saponificare 187,62 mg KOH/g, indicele de aciditate de 0,87 mg KOH/g, și 0,18% apă. Se pornește agitarea și încălzirea. La atingerea temperaturii de 70°C, se cuplează pompa de vid și se colectează condensul apos. Se menține uleiul sub agitare, în intervalul de temperatură de 70...80°C și depresiune de 5...10 mm Hg, timp de 20 min, când conținutul de apă scade sub 0,05%. Se răcește uleiul la o temperatură mai mică de 65°C și se tratează, sub agitare, cu 400 g metanol. Peste masa de reacție sub agitare, se introduc 15 g carbonat de guanidiniu. Se continuă agitarea masei de reacție, menținându-se temperatura la 65...67°C, timp de o oră. Se separă, prin decantare, 258 g glicerină brută de esterii metilici ai acizilor grași bruți. Glicerina brută se poate purifica și valorifica. Esterii metilici bruți, cu un conținut de 0,59% guanidină, se reintroduc în balonul de 2 l. Se pornește agitarea și se introduc, peste esterii metilici, 180 g sulf. Se cuplează încălzirea. Se separă, prin distilare atmosferică, un condens metanolic, în balonul colector de distilat. Spre sfârșitul distilării, se cuplează pompa de vid, pentru îndepărtarea urmelor de metanol. Se colectează 134 g condens metanolic, care, împreună cu metanolul recuperat din glicerina brută, se poate reutiliza ca atare la șarjele ulterioare. Masa de reacție se tratează, sub agitare, cu 90 g morfolină și 90 g N,N-dietiletanolamină, apoi se menține sub agitare la 145...150°C, timp de 5 h. Se cuplează pompa de vid și se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, 174 g condens format în majoritate din amine, care poate fi recirculat la șarjele ulterioare. Se răcește masa de reacție și se tratează, sub agitare, cu 300 g soluție de metanol în apă 80%. După circa 15 min de agitare la 65...70°C, se separă, prin decantare, extractul metanolic de esterii metilici sulfurizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul sulfurizat este filtrat printr-un strat filtrant de bentonită. Se obțin 1172 g esterii metilici sulfurizați, având un conținut de 16,5% (% greutate) sulf.

Exemplul 5. Într-o instalație formată dintr-un balon cu 4 gâturi, având capacitatea de 2 l, prevăzut cu agitare acționată electric, termometru, calota încălzită electric, condensator răcitor prevăzut cu un balon colector pentru distilat și o pompă de vid, se introduc 1000 g ulei recuperat din unități de alimentație publică, având indicele de saponificare 191,36 mg KOH/g, indicele de aciditate de 4,05 mg KOH/g, și 0,37% apă. Se pornește agitarea și încălzirea. La atingerea temperaturii de 70°C, se cuplează pompa de vid, și se colectează condensul apos. Se menține uleiul sub agitare, în intervalul de temperatură de 70...80°C și depresiune de 5...10 mm Hg, timp de 20 min, când conținutul de apă scade sub 0,05%. Se răcește uleiul la o temperatură mai mică de 65°C și se tratează, sub agitare, cu 410 g metanol. Peste masa de reacție sub agitare, se introduc 16 g carbonat de guanidiniu. Se continuă agitarea masei de reacție, menținându-se temperatura la 65...67°C, timp de o oră. Se separă, prin decantare, 264 g glicerină brută de esterii metilici ai acizilor grași bruți. Glicerina brută se poate purifica și valorifica. Esterii metilici bruți, cu un conținut de 0,51% guanidină, se reintroduc în balonul de 2 l. Se pornește agitarea și se introduc, peste esterii metilici, 140 g sulf. Se cuplează încălzirea. Se separă, prin distilare atmosferică, un condens metanolic, în balonul colector de distilat. Spre sfârșitul distilării, se cuplează pompa de vid,

RO 127647 B1

1 pentru îndepărtarea urmelor de metanol. Se colectează 139 g condens metanolic, care,
împreună cu metanolul recuperat din glicerină brută, se poate reutiliza ca atare la șarjele
3 ulterioare. Masa de reacție se tratează, sub agitare, cu 70 g d-n-butilamină și 70 g N,N-
dimetiletanolamină, apoi se menține sub agitare la 135...140°C, timp de 5 h. Se cuplează
5 pompa de vid și se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, 135 g condens format în
majoritate din amine, care poate fi recirculat la șarjele ulterioare. Se răcește masa de reacție
7 și se tratează, sub agitare, cu 300 g soluție de metanol în apă 80%. După circa 15 min de
agitare la 65...70°C, se separă, prin decantare, extractul metanolic de esterii metilici sulfu-
9 rizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și se îndepărtează, prin distilare la
10...15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul sulfurizat este filtrat printr-un strat
11 filtrant de cărbune activat. Se obțin 1124 g esterii metilici sulfurizați, având un conținut de
12,2% (% greutate) sulf.

13 **Exemplul 6.** Într-o instalație formată dintr-un balon cu 4 gâturi, având capacitatea de
2 l, prevăzut cu agitare acționată electric, termometru, calotă încălzită electric, condensator
15 răcitor, prevăzut cu un balon colector pentru distilat și o pompă de vid, se introduc 1000 g
ulei de ricin, având indicele de saponificare 183,26 mg KOH/g, indicele de aciditate de
17 1,16 mg KOH/g, și 0,12% apă. Se pornește agitare și încălzirea. La atingerea temperaturii
de 70°C, se cuplează pompa de vid și se colectează condensul apos. Se menține uleiul sub
19 agitare, în intervalul de temperatură de 70...80°C și depresiune de 5...10 mm Hg, timp de
20 min, când conținutul de apă scade sub 0,05%. Se răcește untura la o temperatură mai
21 mică de 65°C și se tratează, sub agitare, cu 314 g metanol. Peste masa de reacție sub agi-
tare, se introduc 10 g carbonat de guanidiniu. Se continuă agitare a masei de reacție,
23 menținându-se temperatura la 65...67°C, timp de o oră. Se separă, prin decantare, 235 g
glicerină brută de esterii metilici ai acizilor grași bruți, glicerina brută se poate purifica și
25 valorifica. Esterii metilici bruți, cu un conținut de 0,32% guanidină, se reintroduc în balonul
de 2 l. Se pornește agitare și se introduc, peste esterii metilici, 130 g sulf. Se cuplează
27 încălzirea. Se separă, prin distilare atmosferică, un condens metanolic, în balonul colector
de distilat. Spre sfârșitul distilării, se cuplează pompa de vid, pentru îndepărtarea urmelor de
29 metanol. Se colectează 76 g condens metanolic, care, împreună cu metanolul recuperat din
glicerina brută, se poate reutiliza ca atare la șarjele ulterioare. Masa de reacție se tratează,
31 sub agitare, cu 65 g d-n-butilamină și 65 g morfolină, apoi se menține sub agitare la
130...135°C, timp de 5 h. Se cuplează pompa de vid și se îndepărtează, prin distilare la
33 10...15 torr, 124 g condens format în majoritate din amine, care poate fi recirculat la șarjele
ulterioare. Se răcește masa de reacție și se tratează, sub agitare, cu 300 g soluție de
35 metanol în apă 70%. După circa 15 min de agitare la 65...70°C, se separă, prin decantare,
extractul metanolic de esterii metilici sulfurizați. Aceștia se transvazează în balonul de 2 l și
37 se îndepărtează, prin distilare la 10...15 torr, urmele de metanol și apă. În final, produsul
sulfurizat este filtrat printr-un strat filtrant de diatomită cu cărbune activat. Se obțin 1124 g
39 esterii metilici sulfurizați, având un conținut de 11,8% (% greutate) sulf.

41 **Exemplul 7.** Se respectă procedeul descris în exemplele 1...6, înlocuindu-se mate-
riile grase respective, cu uleiuri de soia, floarea soarelui, rapiță, șofrănel, in, cânepă, bum-
43 bac, arahide, dovleac, germeni de porumb, cocos, sămburi de palmier, ricin, măslina, ulei
microalgal, unt de cacao, untură de porc, de peste, grăsimi de ecarisaj, seu de bovine, de
45 ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, în stare naturală (brute), purificate sau recupe-
rate din deșeuri, efectuându-se corecțiile impuse de calitatea materiei grase. Randamentele
și caracteristicile produselor astfel obținute se încadrează în limitele valorilor prezentate în
47 exemplele de mai sus.

RO 127647 B1

Revendicări

1. Procedeu de obținere a esterilor metilici ai acizilor grași sulfurizați, din grăsimi, prin procesarea chimică a acestora, în mai multe etape, **caracterizat prin aceea că**, în prima etapă, materiile grase se deshidratează, prin încălzire sub agitare, la o temperatură de 70...80°C și o depresiune de 5...10 mm Hg, până la un conținut de apă de maximum 0,05%, se tratează, sub agitare, cu metanol în proporție de 31,4...40,0% în greutate față de materia grasă, cu carbonat de guanidiniu în proporție de 1...1,6% în greutate față de materia grasă, se menține agitarea masei de reacție în intervalul de temperatură de 67...70°C, timp de o oră, aceasta se separă, prin decantare, în 2 fracții: glicerina brută care se îndepărtează în vederea valorificării și esterii metilici ai acizilor grași bruți, care conțin 0,32...0,59% în greutate guanidină, component al sistemului catalitic al etapei de sulfurizare, iar în a doua etapă, esterii metilici ai acizilor grași bruți se tratează, sub agitare, cu sulf în proporție de 12,5...18% în greutate față de materia grasă, se îndepărtează, din masa de reacție, metanolul, prin distilare atmosferică, iar urmele, prin distilare la vid, se tratează, sub agitare, cu un amestec de amine alifatice secundare și/sau terțiare în proporție de 12,5...18% în greutate față de materia grasă, se menține agitarea masei de reacție la o temperatură de 130...155°C, timp de 4...5 h, în care are loc procesul de sulfurizare, se îndepărtează, prin distilare la vid, condensul aminic, care poate fi reutilizat la șarjele ulterioare, se extrage masa de reacție, sub agitare, la o temperatură de 65...70°C, cu o soluție de metanol în apă de concentrație 70...80%, se îndepărtează volatilele, prin distilare la vid, iar produsul se filtrează printr-un strat filtrant, rezultând esteri metilici ai acizilor grași sulfurizați cu un conținut de sulf de 11,2...16,5%.
2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** materiile grase sunt selectate dintre uleiurile de rapiță, soia, floarea soarelui, șofrănel, palmier, in, cânepă, bumbac, arahide, dovleac, germeți de porumb, cocos, sâmburi de palmier, ricin, măsline, ulei microalgal, unt de cacao, untură de porc, de pește, grăsimi de ecarisaj, seu de bovine, de ovine, ca atare sau amestecuri ale acestora, în stare naturală, purificate sau recuperate din deșeuri, amestecul de amine alifatice secundare și/sau terțiare este selectat dintre aminele: morfolină, N,N-dimetiletanolamină [2-(dimetilamino)etanol], N,N-dietiletanolamină [2-(dietilamino)etanol], di-n-butilamină, în raport de 1:1...1:0, iar stratul filtrant este compus din bentonită, bentonită tratată acid, diatomită, cărbune activat, singure sau în amestec.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 92/2013