

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **110347 B1**
(51) Int.Cl.⁶: C 11 D 3/382;
C 11 D 7/04

(12)

BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **147298**

(22) Data de depozit: **10.04.91**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
29.12.95 BOPI nr. **12/95**

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 93740; 94674

(71) Solicitant: **Institutul Politehnic "Gh. Asachi", Iași, RO**

(73) Titular: (72)

(72) Inventatori: **Nemțoi Silvia, Iași, Varnischi Nedelea, Galați, Nemțoi Gheorghe, Sandu Ion, Feraru Constantin, Iași, RO**

(54) Procedeu de obținere a unei pulberi detergente, înalt disperse

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei pulberi detergente, înalt disperse, realizată prin saponificarea subproduselor rezultate la rafinarea uleiului de soia. Înainte de saponificare, aceste subproduse se supun unui proces hidrotermal, de purificare, dezodorizare, cu separarea mecanică, prin decantare-sifonare a unei fracțiuni ușoare de acizi grași, semiscindapi, care se saponifică ușor, cu o soluție apoasă de NaOH, urmată de salifiere cu NaCl. Săpunul pastă, astfel obținut, se usucă în strat subțire, se sfarmă mecanic și se sitează. Produsul obținut poate fi utilizat, ca atare, drept detergent pentru spălare mecanică sau manuală, în amestec cu diverși aditivi modificatori de proprietăți vâscodinamice și de suprafață. Prin aplicare, invenția aduce o serie de avantaje:

valorifică superior subprodusele de la rafinarea uleiului de soia; se realizează randamente de saponificare, ridicate; se obține o pulbere detergentă, cu mare capacitate de udare, dizolvare, spumare și penetrare în substrat; permite reducerea consumurilor de energie și reactivi; permite obținerea atât a săpunurilor clei, cât și a săpunurilor "miez", de calitate superioară față de săpunurile din grăsime animală; permite obținerea unei pulberi cu înaltă capacitate de dispersie mecanică, cu o granulometrie foarte fină, stabilită în timp, ce permite amestecarea fizică cu alți aditivi microcristalini.

Revendicări: 1

RO 110347 B1



Invenția se referă la un procedeu de obținere a unei pulberi detergente înalt dispersive, plecând de la un subprodus rezultat la rafinarea uleiului de soia, prin saponificarea termohidrolitică.

Se cunosc procedee de saponificare a uleiurilor vegetale și a derivatelor acestora, ca atare sau în amestec cu grăsimi animale, utilizând în procedeul hidrolitic soluții apoase sau alcoolice de hidroxizi alcalini (NaOH, KOH, LiOH, Ca(OH)₂ etc.), carbonat de sodiu (Na₂CO₃) sau carbonat de potasiu (K₂CO₃).

Soluția alcalină se încălzește la temperatura de 90...95°C și se adaugă grăsimile în raport gravimetric, determinat în funcție de indicele de saponificare. Se menține încălzirea sub agitare continuă timp de 120...150 min, cu adăugare intermitentă de apă fierbinte la 85°C pentru păstrarea constantă a volumului inițial de soluție. După verificarea sfârșitului saponificării, se adaugă sub agitare o soluție suprasaturată de clorură de sodiu (NaCl), încălzită la 65...70°C pentru separarea impurităților și a glicerinei, sub forma unei faze inferioare de densitate mare.

Aceste procedee prezintă dezavantajul că utilizează uleiurile sub formă de acizi scindați (în autoclave în prezență de acid sulfuric concentrat, la cald) sau sub formă de derivate hidrogenate (margarina), sau acestea trebuie amestecate cu grăsimi animale. Deci, se pot aplica numai pe căderile din fabricație, returnările rebutate sau depreciate (infestate, râncede, oxidate, depreciate organoleptic etc.) și pe acizii grași scindați, purificați, iar în ceea ce privește utilizarea reziduurilor sau a produselor rezultate la rafinarea uleiului de soia sub forma unui sistem sumativ, microheterogen pulpă-ulei, cu compoziție statică, fără o prealabilă prelucrare, se obțin randamente foarte mici, săpunuri tip "miez" moale și culoare neplăcută.

De asemenea, se cunosc procedeele de separare din emulsiile rezultate din procesele de preparare a apelor uzate, rezultate din industria uleiului, a acizilor grași, care, după separarea mecanică în urma unui proces termic, urmat de decantare și filtrare, se supun unei scindări hidrolitice în prezență de acid sulfuric concentrat (H₂SO₄), în autoclave din inox sau cu căptușeală de plumb.

Aceste procedee prezintă dezavantajul

unei valorificări parțiale, cu consum energetic și manoperă ridicată, implicate în prelucrările ulterioare.

Invenția permite creșterea gradului de valorificare a subproduselor rezultate la rafinarea uleiului de soia, utilizând un proces de saponificare hidrotermală cu consum minim de energie și reactivi.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în realizarea condițiilor optime pentru valorificarea integrală a subproduselor rezultate la rafinarea uleiului de soia, așa-numitul ulei tehnic, utilizat ca agent antispumant, prin saponificarea lui cu randamente ridicate, consum redus de energie și reactivi.

Procedeul de obținere a unei pulberi detergente înalt dispersive, conform invenției înlătură dezavantajele menționate mai sus, prin aceea că, după rafinarea uleiului de soia, subprodusul rezultat, cunoscut sub numele de ulei tehnic antispumant, se supune operației de separare mecanică, în urma unui proces de dezodorizare cu vapori de apă supraîncălziți, în prezența acidului sulfuric diluat, după care se stabilizează timp de 2...3 h, când se revine la temperatura camerei, apoi, prin decantare-sifonare se aduce în vasul prevăzut cu agitare și se introduce în fir subțire peste soluția apoasă de hidroxid de sodiu de densitate 1,18...1,22 g/cm³, sub agitare ușoară, la temperatura de 75...80°C, timp de 10...15 min, urmată de adăugarea în raport gravimetric săpun:soluție salină de 2:3, o soluție suprasaturată de clorură de sodiu la temperatura de 80°C, care permite separarea componentelor nehidrolizabile, a glicerinei și a altor impurități organice și anorganice în faza apoasă inferioară.

După stabilizare, săpunul "miez" se întinde în strat subțire pe cearșafuri de pânză sau folii de polietilenă, pentru uscare, la temperatura ambiantă. După 24...48 h de uscare, produsul se dispersează cu ajutorul unui dispozitiv pentru sfărâmare mecanică, apoi se sitează într-o sită oscilantă cu două etaje, cu latura ochiului cuprinsă între 1 mm (sita nr. STAS 1077/1980) și, respectiv, 2 mm.

Produsul rezultat la sitare prin sita nr. 1 poate fi utilizat ca pulbere detergentă înalt dispersivă, ca atare sau în amestec cu adjuvanți

de culoare, aromă și diverși agenți sub formă de pulbere pentru stabilizare înaltă, modificatori ai tensiunii superficiale și ai capacității de udare și penetrare în substrat.

Prin aplicare, invenția aduce o serie de avantaje:

- valorifică superior subprodusele de la rafinarea uleiului de soia;

- se realizează randamente de saponificare ridicate;

- se obține pulbere detergentă de mare capacitate de udare, dizolvare spumare și penetrare în substrat;

- permite reducerea consumului de energie și reactivi;

- permite obținerea atât a săpunurilor clei, cât și a săpunurilor miez, de calitate superioară față de săpunurile din grăsime animală;

- permite obținerea unei pulberi cu înaltă capacitate de dispersare mecanică, cu o granulometrie foarte fină, stabilă în timp, ce permite amestecarea fizică cu alți aditivi microcristalini.

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

Subprodusul rezultat la rafinarea uleiului de soia se supune unui proces hidrolitic de separare a miceliilor și a altor produse rezultate din pulpă, nehidrolizabile, sub forma unui depozit decantat, care constă în barbotarea vaporilor de apă supraîncălziți, în prezența acidului sulfuric, diluat, timp de 30 min la temperatura de 85...95°C, după care sistemul se stabilizează timp de 2...3 h cu revenire la temperatura camerei. Se separă fracțiunea superioară de acizi grași astfel purificați prin decantare-sifonare și se trimit în fir subțire într-un vas prevăzut cu agitator și manta de încălzire peste o soluție de hidroxid de sodiu, de densitate 1,18...1,22 g/cm³, la temperatura de 75...80°C, în raportul gravimetric calculat în funcție de indicele de saponificare, determinat prin titrare cu hidroxid de potasiu (KOH). După 10...15 min de agitare ușoară, se adaugă soluție suprasaturată de clorură de sodiu, încălzită la 80°C în raport gravimetric săpun:soluție salină

de 2:3, când se separă ca fază apoasă de mare densitate glicerina și alte impurități organice și anorganice. După stabilizare, săpunul "miez" se întinde în strat subțire pe cearșafuri de pânză sau folie de polietilenă, unde se usucă la temperatura camerei. După 24...48 h produsul se dispersează prin sfărâmare mecanică și se sitează printr-o sită oscilantă cu două etaje, cu latura ochiului cuprinsă între 1 mm (sita nr.1, STAS 1077/1980) și, respectiv, 2 mm. Produsul rezultat prin sitare la sita nr.1 poate fi utilizat ca detergent pentru spălare manuală sau mecanică, ca atare sau în amestec cu alți aditivi modificatori de tensiune superficială, a capacității de udare, a capacității de penetrare și dizolvare a impurităților de substrat.

Prin acest procedeu se obține atât săpunul clei, cât și săpunul "miez", utilizat la fabricarea săpunului de rufe solid sau lichid, cât și a variantelor de săpun pentru toaletă, de bărbierit sau medicinale.

Revendicare

Procedeu de obținere a unei pulberi detergente înalt disperse, prin saponificarea uleiului tehnic de la rafinarea uleiului de soia, caracterizat prin aceea că, în vederea saponificării, subprodusele rezultate la rafinare, care conțin acizi grași nescindați, resturi de pulpă și alte produse de la prelucrarea primară, se supun mai întâi unui proces de dezodorizare-purificare, prin barbotare de vaporii de apă supraîncălziți, în prezența acidului sulfuric diluat, la temperatura de 85...95°C, timp de 30 min, urmat de stabilizare timp de 2...3 h, cu revenire la temperatura camerei și separarea fracțiunilor superioare de acizi grași prin decantare-sifonare, urmată de dispersarea în fir subțire sub agitare ușoară într-o soluție apoasă de NaOH cu densitatea 1,18...1,22 g/cm³, încălzită la temperatura de 75...80°C, în raport gravimetric determinat în baza indicelui de saponificare, apoi după 10...15 min se adaugă sub agitare ușoară o soluție suprasatu-

rată de NaCl, încălzită la 80°C, în raport gravimetric săpun:soluție de 2:3, pentru separarea impurităților și glicerinei, pasta de săpun se întinde în strat subțire pe folie de

polietilenă, se usucă la temperatura camerei timp de 24...48 h, se dispersează fin prin sfărâmare mecanică și se sitează printr-o sită oscilantă.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Iliescu Octavian**

Examinator: **fiz. Coliu Elena**