

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1788-97

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **04. 12. 95**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **12.12.94**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **94/4444137**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14. 01. 97**
(Věstník č. 1/97)

(86) PCT číslo: **PCT/EP95/04767**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 96/18598**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 C 69/52
C 10 M 105/38
A 61 K 7/40

(71) Přihlašovatel:

**HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF
AKTIEN, Düsseldorf, DE;**

(72) Původce:

Bongardt Frank, Düsseldorf, DE;

Bossmann Britta, Erkrath, DE;

Westfechtel Alfred, Hilden, DE;

Giede Wolfgang, Langenfeld, DE;

(74) Zástupce:

**Korejzová Zdeňka JUDr., Břehová 1, Praha
1, 11000;**

(54) Název přihlášky vynálezu:

Synthetické estery a hydraulické oleje

(57) Anotace:

Vynález se týká syntetických esterů, obsahujících a) směsi mastných kyselin obsahující alespoň 85 % hmotnostních kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostních kyseliny stearové, b) alkoholy, a c) popřípadě polyfunkční karboxylové kyseliny. Vynález se také týká hydraulických olejů, založených na těchto esterech a použití esterů jako mazadel, hydraulických olejů a v kosmetice.

CZ 1788-97 A3

Syntetické estery a hydraulické oleje

211-1788-97

č.j.	0 6 2 1 2 6
došlo	
25. VIII 97	
URAD	
PRŮMYSLOVÉHO	
VLASTNICTVÍ	
PŘÍL.	
1	

Oblast techniky

Vynález se týká syntetických esterů alkoholů a směsí mastných kyselin, které obsahují alespoň 85 % hmotnostních kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostních kyseliny stearové a jejich použití jako mazacích prostředků, hydraulických olejů a pro kosmetické účely.

Dosavadní stav techniky

Pro větší využití v přírodě se doplňujících surovin byly pomocí šlechtění v poslední době změněny různé olej produkující rostliny co se týče složení jejich mastných kyselin tak, že jsou vhodnější pro průmyslové využití. Příkladem pro to je řepka, jejíž obsah kyseliny erukové byl snížen, ale také řepka se zvýšením obsahem kyseliny erukové a slunečnice, jejichž oleje obsahují v důsledku snížení podílu kyseliny linolové zvýšené množství kyseliny olejové.

Cílená změna olej produkujících rostlin ve smyslu zvýšení obsahu kyseliny olejové a snížení obsahu kyseliny linolové se popisuje v US-A-4 627 192. Složení olejů slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové (High Oleic Sunflower) se popisuje například v J. Amer. Oil Chem. Soc. 63, 1062 (1986). Obsah kyseliny olejové je přibližně 80 až 86 %, kyseliny linolové 4 až 8 % a kyseliny stearové 3 až 5 %.

Tuky a oleje, získané z rostlinných nebo živočišných zdrojů se zpracovávají na oleochemické suroviny. Pro široké rozmezí rozdělení uhlíkových řetězců mastných kyselin, které se vždy v tucích a olejích z přírodních zdrojů vyskytuje, se přitom nezískávají čisté látky, ale směsi, které obsahují mastné kyseliny v homologní řadě.

Přirozené triglyceridy jsou tak málo stabilní vůči hydrolýze nebo oxidativnímu odbourávání, že je pro mnoho účelů nelze jako mazacího prostředku použít. Syntetické estery, které se z nich získávají štěpením směsi mastných kyselin, mají pro technické použití vlastnosti
5 lepší.

Důležitý požadavek na mazadlo na bázi esteru je co nejnižší bod skápnutí podle DIN ISO 3016. Možností, jak je možno získat mazadlo se střední viskozitou a nízkým bodem zákalu a skápnutí představují estery trimethylolpropanu s „kyselinou olejovou“. Pro svou
10 již uvedenou skladbu uhlíkových řetězců není „kyselina olejová“ čistá látka, ale směs různých mastných kyselin. Technická kyselina olejová se získává z loje. Aby bylo dosaženo dostatečně nízkého bodu zákalu při měření metodou podle německé společnosti pro výzkum tuků D-III 3 [79], jsou pro čištění směsi mastných kyselin nutné zvláštní
15 podmínky, při kterých se oddělí větší část nasycených mastných kyselin. Tím se sníží bod zákalu této směsi mastných kyselin na hodnotu 5 až 10 °C. Směs o složení například 67 % kyseliny olejové, 12 % kyseliny linolové a 2 % kyseliny stearové přichází do obchodu pod názvem Edenor® TiO5 a poskytuje při esterifikaci
20 trimethylolpropanem bod zákalu - 20 °C a bod skápnutí - 40 °C.

Vlastnosti popsaným způsobem podle stavu techniky vyrobeného esteru však nejsou pro obsah k oxidaci citlivé kyseliny linolové plně uspokojivé co se týče stability proti oxidaci. Je také třeba vylepšit barvu a vůni.

25 Další problémy vznikají kolísáním kvality, protože se jako surovina používají živočišné tuky nejrůznějšího původu. Podle zkušeností to může znamenat pro dodržování specifikovaného bodu zákalu a bodu skápnutí nezanedbatelné těžkosti.

Pro zmenšení těchto problémů se zdá nejjednodušší používat
30 surovinu se zvýšeným obsahem kyseliny olejové, například již popsaný kyselinou olejovou bohatý slunečnicový olej.

Použití směsí mastných kyselin slunečnicového oleje novější produkce (obsah kyseliny olejové přibližně 85 %, kyseliny linolové přibližně 5 %, kyseliny stearové přibližně 4 %, kyseliny palmitové přibližně 4 %) však k cíli nevede: bod zákalu trimethylolpropanových esterů je - 10 °C a bod skápnutí - 20 °C.

Způsob přeměny struktury mastných kyselin však zůstává omezen na ty směsi mastných kyselin, které mají relativně vysoký obsah kyseliny linolové. Bod zákalu směsi mastných kyselin s vysokým obsahem kyseliny olejové z nových druhů slunečnic nelze proto změnou struktury snížit na 5 °C, protože již čistá kyselina olejová má teplotu tání 14 °C.

Hydraulické oleje obecně neobsahují žádnou vodu. Při poruchách nebo při dlouhodobém provozu se však přesto může voda do hydraulického oleje dostat. Tato voda se nesmí v hydraulickém oleji emulgovat, ale měla by se pokud možno rychle oddělit jako druhá fáze. Tato tzv. schopnost netvořit emulze hydraulických olejů se měří podle DIN 51 599. Schopnost netvořit emulze esterů na bázi technické kyseliny olejové je třeba ještě zlepšit také.

Cílem vynálezu je proto nalézt alternativní suroviny pro výrobu esterů na bázi technické kyseliny olejové, ze kterých lze bez oddělování nasycených mastných kyselin získat estery alkoholů se spolehlivě reprodukovatelným, nízkým bodem zákalu a bodem skápnutí, světlejší barvy, dobré odolnosti vůči oxidaci a dobrou schopností netvořit emulze. Překvapivě bylo zjištěno, že se k tomuto účelu hodí směsi mastných kyselin slunečnicových olejů bohatých na kyselinu olejovou a s malým obsahem kyseliny stearové, přičemž se získá řada nečekaných výhod, například co se týče schopnosti netvořit emulze.

Podstata vynálezu

Předmětem vynálezu jsou syntetické estery, obsahující

a) směsi mastných kyselin,

b) alkoholy, a

5 c) popřípadě polyfunkční karboxylové kyseliny, jejichž směs mastných kyselin obsahuje alespoň 85 % hmotnostních kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostních kyseliny stearové - vztaženo vždy na směs jako celek.

10 Dalším předmětem vynálezu je použití esterů jako mazadel, hydraulických olejů a pro kosmetické účely.

Pomocí šlechtění je možné získat olej produkující rostliny se zvláště nízkým obsahem kyseliny stearové, například slunečnice popisované v EP-A1-0 496 504 s obsahem nasycených mastných kyselin sníženým na maximálně 6 % hmotnostních. Slunečnice podle
15 tohoto patentu poskytují ve výhodné formě mastný olej s obsahem kyseliny stearové 1 % hmotnostní nebo menším a s ne více než 4 % hmotnostními kyseliny palmitové.

Ve výhodné formě provedení vynálezu se používají pro výrobu esterů směsi mastných kyselin, které se získávají z tohoto
20 slunečnicového oleje s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové („High Oleic, Low Stearic“).

Pro izolaci směsi mastných kyselin se olej obvyklým způsobem štěpí pod tlakem vodou, glycerol se oddělí a směs volných kyselin se izoluje. Složení mastných kyselin je uvedeno v tabulce 1.

Tabulka 1: Složení slunečnicových olejů s „vysokým obsahem kyseliny olejové, nízkým obsahem kyseliny stearové“

Složka mastné kyseliny	Podíl v % hmotnostních
Kyselina palmitová	2 - 5
Kyselina stearová	0,5 - 2,5
Kyselina olejová	85 - 95
Kyselina linolová	2 - 8

Štěpením olejů získaná směs mastných kyselin obsahuje maximálně 6 % hmotnostních nasycených mastných kyselin (palmitové a stearové), s výhodou 3,6 až 5 % hmotnostních nasycených mastných kyselin.

Z těchto nasycených mastných kyselin je maximálně 2,5 % hmotnostních, s výhodou maximálně 1,5 % hmotnostních kyseliny stearové.

Aby se ještě dále zvýšil stupeň čistoty kyseliny olejové, je možno podle potřeby oddělit kyselinu palmitovou frakční destilací.

Syntetické estery podle vynálezu mohou obsahovat kromě směsí mastných kyselin podle vynálezu ještě další monofunkční kyseliny. Obsah směsí mastných kyselin podle vynálezu je alespoň 50 % hmotnostních, s výhodou alespoň 90 % hmotnostních.

V případě jiných monofunkčních kyselin je třeba nejprve jmenovat směsi mastných kyselin z jiných přírodních zdrojů s 6 až 22 atomy uhlíku. Je ale také možno používat rozvětvené karboxylové kyseliny s 6 až 22 atomy uhlíku, například kyselinu 2-ethylhexanovou, izononanovou nebo izostearovou. Lze také použít aromatických karboxylových kyselin, jako je kyselina benzoová.

Jako alkoholy přicházejí v úvahu monofunkční a polyfunkční alkoholy.

Vhodnými monofunkčními alkoholy jsou alifatické nebo cykloalifatické, nasycené nebo nenasyčené alkoholy s 2 až 22 atomy uhlíku.

Výhodnými alkoholy jsou n-propanol, izopropylalkohol, n-butanol, izobutanol, hexanol, oktanol, dekanol, alkohol kokosového tuku, stearylalkohol, 2-ethylhexanol, izononanol, izotridecylalkohol a oleylalkohol.

Výše popsané alkoholy mohou být použity samostatně nebo ve formě směsí.

Je také samozřejmě možné použít namísto alkoholů jejich reakční produkty s alkyleneoxidy, s výhodou jejich ethoxyláty nebo propoxyláty. Každá hydroxylová skupina může reagovat s 1 až 100, s výhodou s 1 až 30, zvláště výhodně s 1 až 10 molekulami alkyleneoxidu.

Ve zvláště výhodném provedení vynálezu se jako alkoholy používají polyfunkční alkoholy, tzv. polyoly. Těmi jsou alkoholy, které mají v molekule více než jednu hydroxylovou skupinu.

Ve výhodném provedení obsahují polyoly 2 až 6 hydroxylových skupin. S výhodou obsahují polyoly 2 až 12 atomů uhlíku.

Vhodnými polyoly jsou například dioly jako ethylenglykol, 1,2-propandiol, 1,3-propandiol, 1,4-butandiol, 1,9-hexandiol, 1,8-oktandiol, 1,10-dekandiol, 1,12-oktadekadiol, diethylenglykol, triethylenglykol nebo bis-hydroxymethylcyklohexan.

Vhodnými výšefunkčními alkoholy jsou například glycerol, polyglycerol, sorbitol nebo mannitol.

Ve zvláště výhodném provedení vynálezu se používají polyoly s tzv. neo-strukturou, tj. polyoly, které se odvozují od neopentanu.

Takové polyoly se vyznačují tím, že na atomech uhlíku, sousedících s atomy uhlíku, nesoucími hydroxylovou skupinu, nemají žádný vodík.

Výhodnými příklady takových alkoholů jsou neopentylglykol, trimethylolethan, trimethylolpropan, ditrimethylolpropan, pentaerythrit, 5 dipentaerythrit a tripentaerythrit.

Je také samozřejmě možné použít namísto polyolů jejich reakční produkty s alkylenoxidy, s výhodou jejich ethoxyláty nebo propoxyláty.

Každá volná hydroxylová skupina v polyolu může reagovat s 1 až 100, s výhodou 1 až 30 a zvláště výhodně s 1 až 10 moly 10 alkylenoxidu.

Výše uvedené polyoly mohou být použity jednotlivě nebo ve formě směsí. Samozřejmě je také možno použít směsí monofunkčních alkoholů a polyolů.

Ve výhodné formě provedení jsou polyoly zcela nebo téměř 15 zcela esterifikovány směsmi mastných kyselin podle vynálezu.

Do rámce vynálezu však patří také parciální estery výše uvedených polyolů, u kterých je esterifikováno v průměru 16 až 80 molárních % hydroxylových skupin. Příklady takových parciálních esterů jsou glycerol, esterifikovaný jedním nebo dvěma moly směsi 20 mastných kyselin podle vynálezu, trimethylolpropan, esterifikovaný jedním nebo dvěma moly směsi mastných kyselin podle vynálezu nebo pentaerythrit, esterifikovaný jedním nebo dvěma moly směsi mastných kyselin podle vynálezu.

Parciální estery podle vynálezu se vyznačují tím, že se u nich 25 nevyskytuje nebo je silně omezena tvorba usazenin, které se časem tvoří u parciálních esterů na bázi technické kyseliny olejové.

Vedle jednoduchých esterů monofunkčních mastných kyselin s polyoly je možno vyrobit částečným použitím polyfunkčních karboxylových kyselin podle vynálezu při esterifikaci také samy o 30 sobě známé komplexní estery. Polyfunkčními karboxylovými

kyselinami jsou s výhodou di- a trikarboxylové kyseliny se 2 až 54 atomy uhlíku.

Výhodnými mastnými kyselinami jsou například kyselina jantarová, adipová, sebaková, izomery kyseliny ftalové nebo dimerní
5 mastné kyseliny. Zvláště výhodnou trifunkční mastnou kyselinou je trimerní mastná kyselina, kterou je možno získat například zpracováním destilačního zbytku vzniklého dimerizací dimerní mastné kyseliny, získané z kyseliny talové.

Je možno samozřejmě použít také směsi jednotlivých di- a/nebo
10 trikarboxylových kyselin.

Pokud se usiluje o úplnou esterifikaci, leží obecně ekvivalentní poměr $\text{OH} : \text{COOH}$ při výrobě syntetických esterů v rozmezí 1,2 : 1 až 0,9 : 1, s výhodou v rozmezí 1,05 : 1 až 0,95 : 1.

Při částečném použití polyfunkčních karboxylových kyselin leží
15 ekvivalentní poměr COOH polyfunkčních karboxylových kyselin k COOH monofunkčních karboxylových kyselin v rozmezí 0,05 až 0,5, s výhodou v rozmezí 0,01 až 0,2 a nejvýhodněji v rozmezí 0,05 až 0,15.

Výroba se provádí obvyklými způsoby pro výrobu esterů. Je
20 možno například zahřívat polyoly a mastné kyseliny v reakční nádobě za míchání na teplotu od 100 do 250 °C, až nastane esterifikační reakce za odštěpení vody. Oddělení vody je možno usnadnit azeotropickou destilací s pomocným rozpouštědlem nebo urychlit probubláváním inertním plynem. Pro urychlení esterifikace je možno
25 přidávat obvyklé katalyzátory, jako například kyselinu p-toluensulfonovou nebo sloučeniny cínu, jako je oxalát nebo oktoát cínu, ale i čistý cín ve formě hoblin.

Esterifikace se obvykle provádí tak dlouho, dokud se odděluje voda.

Je také samozřejmě možno vyrábět estery podle vynálezu také přeesterifikační reakcí, například z methylesterů mastných kyselin a polyolů za oddělení methanolu. Pro urychlení této reakce je možno použít obvyklých katalyzátorů, jako je natriummethylát, zinečnatá mýdla
5 nebo sloučeniny titanu, jako je titantetraizopropylát.

Výroba komplexních esterů může probíhat tak, že reaguje polyol, mastná kyselina a polyfunkční karboxylová kyselina v jednostupňové reakci. Je ale také možné provádět reakci ve více stupních; například se nejprve nechá reagovat část nebo celé
10 množství monokarboxylové kyseliny s polyolem a po skončení této reakce reagují zbylé hydroxylové skupiny s polyfunkční karboxylovou kyselinou, popřípadě jejich směsí, se zbylou monokarboxylovou kyselinou.

Také výroba komplexních esterů může probíhat přeesterifikací.

15 V návaznosti na výrobu může v případě potřeby probíhat čištění esterů podle vynálezu, například oddestilováním nečistot, s výhodou za sníženého tlaku, praním ve zředěných louzích nebo absorpcí, například bělicí hlinkou nebo hydroxidem vápenatým.

Hydraulické oleje jsou kapaliny pro hydrostatický přenos síly.
20 Bylo zjištěno, že zvláště dobré vlastnosti mají hydrostatické oleje, obsahující estery podle vynálezu, zvláště estery na bázi polyfunkčních alkoholů a zejména estery trimethylolpropanu.

Dalším předmětem vynálezu jsou proto hydraulické oleje, obsahující syntetické estery směsí mastných kyselin s alespoň 85 %
25 hmotnostními kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostními kyseliny stearové - vždy vztaženo na celkovou směs - s alkoholy a popřípadě polyfunkčními karboxylovými kyselinami.

Hydraulické oleje podle vynálezu obsahují alespoň 75 % hmotnostních, s výhodou 95 % hmotnostních esterů podle vynálezu.
30 Dále mohou obsahovat ještě další, pro toto použití samy o sobě známé přísady, například protipěnové prostředky, protislepovací (anti-

stick-slip) přísady, inhibitory koroze, inhibitory oxidace, látky pro zlepšení bodu skápnutí, látky pro ochranu proti otěru, detergenty a/nebo emulgátory.

5 Hydraulické oleje mohou - i když ne s výhodou - obsahovat menší množství minerálního oleje.

Hydraulické oleje nalézají pro svou dobrou biologickou odbouratelnost použití především tam, kde se hydraulický olej příležitostně uvolňuje do životního prostředí, například také u zemědělských strojů.

10 Syntetické estery podle vynálezu, zvláště estery polyolů, mohou být použity jako mazadla nebo součásti mazadel.

Jako mazadla používané estery podle vynálezu mají obecně následující vlastnosti:

hydroxylové číslo maximálně 25, s výhodou maximálně 5,
15 číslo kyselosti maximálně 2, s výhodou maximálně 0,5,
bod skápnutí alespoň - 40 °C,
číslo barevnosti Lovibond 1 Zoll, určeno metodou podle Německé společnosti pro výzkum tuků (DGF) C-V 4b [84] maximálně 7 žlutá, s výhodou maximálně 5 žlutá a maximálně 1,5 červená, s výhodou
20 maximálně 0,5 červená.

Podle požadavků na mazací prostředek může mít viskozita různé hodnoty, pro estery trimethylolpropanu je v rozmezí 40 až 50 mm²/s při 40 °C, měřeno podle DIN 51 562.

Další možnost použití je v oblasti hydraulických olejů.

25 Mimo to je možno použít esterů podle vynálezu pro jejich dobré vlastnosti co se týče barvy, zápachu a nízkého bodu zákalu pro kosmetické účely, a to především jako olejové základy.

Příklady provedení vynálezu

Všechna % v příkladech znamenají % hmotnostní, pokud není uvedeno jinak.

- 5 Tabulka 2: Srovnání směsi mastných kyselin ze slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové ($Sb_{HO,LS}$) a Edenor® TiO5:

	Směsi mastných kyselin*	
	$Sb_{HO,LS}$ podle vynálezu	TiO5 srovnání
Kyselina palmitová	3,5 %	5 %
Kyselina stearová	1,0 %	1 %
Kyselina olejová	91,0%	71 %
Kyselina linolová	4,2 %	11 %
Bod zákalu (DGF D-III 3 [79])	+ 9 °C	+5 °C

- 10 * Součet hodnot není 100 %, protože jsou uvedeny pouze nejdůležitější mastné kyseliny.

Z tabulky vyplývá, že bod zákalu směsi mastných kyselin ze slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové je zřetelně vyšší, než u technické kyseliny olejové (Edenor® TiO5).

15

Estery s trimethylolpropanem (Příklad 1 a srovnávací příklad 1)

Z obou směsí mastných kyselin byly vyrobeny estery s trimethylolpropanem.

Do reakční nádoby z míchadlem, přívodem dusíku a odlučovačem vody bylo vloženo:

2,67 mol trimethylolpropanu

8,0 mol směsi mastných kyselin

5 0,3 % hmotnostních šťavelanu zinečnatého,
vztaženo na směs mastných kyselin

a směs byla při teplotě přibližně 200 až 220 °C esterifikována tak dlouho, až se přestala odlučovat voda.

Potom bylo přidáno 1 % hmotnostní bělicí hlínky (Tonsil),
10 vztaženo na reakční násadu, směs byla 10 minut míchána a zfiltrována.

Tabulka 3: Technické vlastnosti TMP-esterů na bázi technické kyseliny olejové a směsi mastných kyselin ze slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové:

Vlastnost	Sb _{HO,LS} podle vynálezu	TiO5 srovnání
Viskozita podle DIN 51562, 40 °C	50 mm ² /s	46 mm ² /s
Viskozita podle DIN 51562, 100 °C	10 mm ² /s	9,5 mm ² /s
Viskozitní index DIN ISO 2909	190	180
Bod zákalu DIN ISO 3015	- 35 °C	- 20 °C
Bod skápnutí DIN ISO 3016	- 50 °C	- 40 °C
Číslo kyselosti DIN 53402	0,4	0,5
Hydroxylové číslo DIN 53240	7	7
Číslo barevnosti Lovibond 1 Zoll DCF C-V 4b [84]	žlutá 3,2 červená 0,4	žlutá 6,8 červená 1,5
Zápach	neutrální	tukový, mírně žluklý
Oxidační stabilita Ranzimat	13 h	4,5 h
Schopnost deemul-gace DIN 51381	20 min	> 60 min

Oxidační stabilita byla měřena na zařízení firmy Metrohm Ranzimat. Je udána indukční perioda, to je čas, potřebný k nástupu vodivosti.

- 5 Srovnání technických dat ukazuje jasné výhody co se týče bodu zákalu, bodu skápnutí, oxidační stability a schopnosti deemulgace esterů podle vynálezu.

Estery s decylalkoholem

10 (Příklad 2 a srovnávací příklad 2)

561 g (2 mol) směsi mastných kyselin bylo esterifikováno 364,6 g (2,3 mol) směsi C_{10} až C_{18} mastných alkoholů (hydroxylové číslo = 354) za přídavku 0,032 g oxidu cínatého v míchaném zařízení s odlučovačem vody za přivádění dusíku při teplotě 200 až 220 °C, až
15 číslo kyselosti pokleslo na hodnotu 0,17.

Potom byl produkt čištěn destilací.

Teplota varu je 226 až 230 °C při tlaku 9 až 10 Pa.

Při použití směsi mastných kyselin ze slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové se
20 získá ester s následujícími vlastnostmi:

číslo kyselosti: 0,3; číslo zmýdelnění: 131; hydroxylové číslo: 3,5;

jódové číslo: 59

bod zákalu je 0 až - 1 °C.

Analogicky získaný ester z oleje Edenor® TiO5 má bod zákalu + 5 °C.

Estery s 2-ethylhexanolem

(Příklad 3 a srovnávací příklad 3)

283,3 g (1 mol) směsi mastných kyselin bylo esterifikováno
143,2 g (1,1 mol) 2-ethylhexanolu za přídavku 0,013 g oxidu cínatého
5 v míchaném zařízení s odlučovačem vody za přivádění dusíku při
teplotě 200 až 220 °C, až číslo kyselosti pokleslo na hodnotu 0,8.

Potom byl produkt čištěn destilací.

Teplota varu je 167 až 186 °C při tlaku 9 až 10 Pa.

Při použití směsi mastných kyselin ze slunečnice s vysokým
10 obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové se
získá ester s následujícími vlastnostmi:

číslo kyselosti: 0,2; číslo zmýdelnění: 142; hydroxylové číslo: 3,7;

jódové číslo: 65

bod zákalu je - 27 °C.

15 Analogicky získaný ester z oleje Edenor® TiO5 má bod zákalu - 16 °C.

Estery s neopentylglykolem

(Příklad 4)

425 g (1,5 mol) směsi mastných kyselin oleje ze slunečnice s
20 vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny
stearové bylo esterifikováno 87,2 g (0,837 mol) neopentylglykolu za
přídavku 0,05 g oxidu cínatého v míchaném zařízení s odlučovačem
vody za přivádění dusíku při teplotě 200 až 240 °C, až číslo kyselosti
pokleslo na hodnotu < 3. Potom byla ještě reakce ponechána probíhat
25 3 hodiny při vakuu 2660 Pa a teplotě 240 °C.

Potom bylo přidáno 5,3 g bělicí hlínky (Tonsil Standard), směs
byla 1 hodinu míchána při teplotě 90 °C a zfiltrována.

Komplexní estery

(Příklad 5)

566,6 g (2 mol) směsi mastných kyselin oleje ze slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny
5 stearové bylo esterifikováno 108,5 g (0,81 mol) 98 %
trimethylolpropanu a 92,9 g (0,159 mol) dimerní mastné kyseliny (M.h.
584,4) za přídavku 0,22 g šťavelanu cínatého v míchaném zařízení s
odlučovačem vody za přivádění dusíku při teplotě 200 až 240 °C, až
číslo kyselosti pokleslo na hodnotu < 2 . Potom byla ještě reakce
10 ponechána probíhat 3 hodiny při vakuu 2660 až 266 Pa a teplotě 240
°C, až číslo kyselosti pokleslo na hodnotu 0,5.

Potom bylo přidáno 3,2 g bělicí hlínky (Tonsil Standard), směs
byla 1 hodinu míchána při teplotě 90 °C a zfiltrována.

15

Zastupuje:

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Syntetické estery, obsahující

5

a) směsi mastných kyselin

b) alkoholy, a

c) popřípadě polyfunkční karboxylové kyseliny,

10

v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e směsi mastných kyselin obsahují alespoň 85 % hmotnostních kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostních kyseliny stearové, vztaženo vždy na směs jako celek.

2. Syntetické estery podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e obsah kyseliny stearové ve směsích mastných kyselin je v rozmezí mezi 0,5 a 1,5 % hmotnostními, vztaženo na směs jako celek.

15

3. Syntetické estery podle nároku 1 a 2, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e olejnatým semenem pro získání směsi mastných kyselin je semeno slunečnice s vysokým obsahem kyseliny olejové a nízkým obsahem kyseliny stearové, „High Oleic, Low Stearic Sunflower“.

20

4. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 3, v y z n a č u j í c í s e t í m , ž e obsahují alespoň 50 % hmotnostních, s výhodou alespoň 90 % hmotnostních směsí mastných kyselin podle vynálezu.

25

5. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 4, vyznačující se tím, že alkoholy jsou polyoly.
- 5 6. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 5, vyznačující se tím, že polyoly obsahují 2 až 6 hydroxylových skupin.
- 10 7. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 6, vyznačující se tím, že atom uhlíku polyolů, který sousedí s atomem uhlíku, nesoucím hydroxylovou skupinu, je prostý atomu vodíku.
- 15 8. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 7, vyznačující se tím, že polyoly jsou neopentylglykol, trimethylolethan, trimethylolpropan, ditrimethylolpropan, pentaerythrit, dipentaerythrit nebo tripentaerythrit nebo jejich směsi.
- 20 9. Syntetické estery podle některého z nároků 5 až 8, vyznačující se tím, že estery polyolů jsou parciální estery, ve kterých je esterifikováno v průměru 16 až 80 % molárních hydroxylových skupin polyolu.
- 25 10. Syntetické estery podle některého z nároků 1 až 8, vyznačující se tím, že polyfunkčními karboxylovými kyselinami jsou di- nebo trikarboxylové kyseliny s 2 až 54 atomy uhlíku

- 5 11. Syntetické estery podle nároku 10, vyznačující se tím, že di- nebo trikarboxylovými kyselinami jsou kyselina jantarová, adipová, sebaková, izomery kyseliny ftalové, dimerní mastné kyseliny nebo trimerní mastné kyseliny nebo jejich směsi.
- 10 12. Syntetické estery podle nároků 10 a 11, vyznačující se tím, že ekvivalentní poměr $\text{OH} : \text{COOH}$ je v rozmezí 1,2 : 1 až 0,9 : 1, s výhodou v rozmezí 1,05 : 1 až 0,95 : 1.
- 15 13. Syntetické estery podle některého z nároků 10 až 12, vyznačující se tím, že poměr COOH polyfunkčních karboxylových kyselin k COOH monofunkčních karboxylových kyselin je v rozmezí 0,005 až 0,5, s výhodou v rozmezí 0,01 až 0,2 a nejvýhodněji v rozmezí 0,05 až 0,15.
- 20 14. Hydraulické oleje, obsahující syntetické estery s obsahem
- a) směsí mastných kyselin
- b) alkoholů, a
- c) popřípadě polyfunkčních karboxylových kyselin,
- 25 vyznačující se tím, že směsi mastných kyselin obsahují alespoň 85 % hmotnostních kyseliny olejové a 0,5 až 2,5 % hmotnostních kyseliny stearové, vztaženo vždy na směs jako celek.

15. Použití syntetických esterů podle některého z nároků 1 až 8 a 10 až 13 jako mazacích prostředků.
16. Použití syntetických esterů podle některého z nároků 1 až 8 a 10 až 13 jako hydraulických olejů.
17. Použití syntetických esterů podle některého z nároků 1 až 8 a 10 až 13 pro kosmetické účely, s výhodou jako olejových základů.

Zastupuje: