



MD 2382 F1 2004.02.29

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) **2382** ⁽¹³⁾ **F1**
(51) Int. Cl.⁷: C 11 C 3/10;
C 10 L 1/02

(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. depozit: a 2003 0130 (22) Data depozit: 2003.05.30	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2004.02.29, BOPI nr. 2/2004
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD (72) Inventatori: LUPAȘCU Tudor, MD; DRAGALIN Ion, MD; VLAD Pavel, MD; ȘERBAN Sever, RO; STEPAN Emil, RO (73) Titular: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de obținere a amestecului de esteri metilici ai acizilor grași din
grăsimi Biodiesel**

(57) Rezumat:

1 Invenția se referă la procedeele tehnologice de
obținere a surselor alternative de combustibil
ecologic pur.

Esența procedurii constă în aceea că se
efectuează transesterificarea gliceridelor la încăl-
zire până la 40°C cu alcool metilic luate în raport
stoechiometric, catalizate cu hidroxid de potasiu în

5 raport de 1,3...1,8% mas. față de substrat. Apoi se
separă faza supernatantă a amestecului de esteri
metilici și se efectuează neutralizarea reziduului de
catalizator prin barbotare cu dioxid de carbon până
la atingerea pH = 6,25...6,75.

10 Revendicări: 1

MD 2382 F1 2004.02.29

MD 2382 F1 2004.02.29

3

Descriere:

Invenția se referă la procedeele tehnologice de obținere a surselor alternative de combustibili ecologic inofensivi, în particular a așa-numitului „Biodiesel”, ce reprezintă un amestec de esteri ai acizilor grași obținut prin metanoliza catalitică a grăsimilor (gliceridelor) de origine animală sau vegetală.

Este cunoscut procedeul de obținere a esterilor acizilor grași cu alcooli ce conțin un număr redus de atomi de carbon (până la 5) prin transesterificarea gliceridelor diferitelor uleiuri vegetale, provenite din soia, floarea-soarelui, rapiță, în și alte surse, folosind în calitate de catalizatori bazici oxizi, hidroxizi, alcoolați, borați, carbonați sau silicați de Li, Na, K, Ca (0,5...5,0%) și în calitate de alcooli: metanol, etanol, butanol, monoeter metilic al etilenglicolului, monoeter metilic al 12-propandiolului etc. (1,1...3,0 moli la un mol-acid gras cuplat cu glicerina) [1]. Procesul decurge în două etape, la presiune atmosferică la 25...60°C, apoi se separă faza inferioară ce conține glicerina și surplusul de alcool, și în etapa a doua esterii obținuți se neutralizează cu acizi anorganici (H_3PO_4 , H_2SO_4 , HCl, HNO_3) sau cu acizi organici (formic, acetic, citric, lactic, oxalic) [1].

Este cunoscut un alt procedeu de obținere a amestecului de esteri ai acizilor grași prin transesterificarea deșeurilor ce conțin grăsimi de origine animală sau vegetală, folosind alcooli în cantitate stoechiometrică față de trigliceridele inițiale și catalizatori bazici (1,3...1,7% față de cantitatea grăsimilor) [2].

Spre exemplu: 8,9 kg ulei vegetal alterat se încălzesc la 40°C și se amestecă cu 170 g soluție de KOH în 1,2 L de alcool metilic timp de 30 min. După 6 ore de răcire se separă faza brună ce conține glicerina și surplusul de metanol cu apă. Faza esterilor metilici se trece printr-o coloană cu rășini schimbătoare de cationi (anhidre) și se obțin 7,9 kg de Biodiesel, care este utilizat fără alte procedee [2].

Dezavantajele acestui procedeu sunt necesitatea a câteva etape, folosirea schimbătorilor de ioni costisitori și dificili în utilizare (cationiții necesită o activitate înainte de reacție), precum și poluarea mediului ambiant cu deșeuri.

Rezultatul invenției constă în simplificarea procedurii prin reducerea numărului de etape, economisirea timpului și excluderea compușilor minerali ofensivi sau a cationiților costisitori utilizați la neutralizarea produsului finit. Bioxidul de carbon utilizat ca o alternativă la procesul de neutralizare este mai ieftin, mai accesibil și de asemenea inofensiv, deoarece exclude formarea deșeurilor și poluarea mediului ambiant.

Esența invenției constă în aceea că se efectuează transesterificarea gliceridelor la încălzire până la 40°C cu alcool metilic luate în raport stoechiometric, catalizate cu hidroxid de potasiu în raport de 1,3...1,8% mas. față de substrat. Apoi se separă faza supernatantă a amestecului de esteri metilici și se efectuează neutralizarea reziduului de catalizator prin barbotare cu dioxid de carbon până la atingerea pH = 6,25...6,75.

Combustibilul obținut cu un randament de 91% este ecologic pur și poate fi folosit fără tratament suplimentar, deoarece urmele de carbonați de potasiu nu afectează arderea lui. Din faza inferioară obținută, utilizând procedee cunoscute, se pot recupera glicerina tehnică, alcoolul metilic și sărurile de potasiu.

Exemplu

Într-un balon de sticlă cu două găuri (1 L) dotat cu agitator mecanic, refrigerent și termostat sau baie cu apă, se adaugă 0,502 kg de ulei de rapiță de toamnă, obținut prin presare și se încălzește prin agitare la 40°C, apoi se adaugă soluție ce conține 8,0 g KOH în 75 ml de alcool metilic uscat pe site moleculare 4Å, agitând continuu amestecul reactant timp de 90 min până se formează două faze, apoi se stratifică la răcire minimum 6 ore. Faza supernatantă a esterilor metilici cu pH 10,95 se decantează și prin ea se barbotează bioxid de carbon timp de 30 min pentru neutralizarea rămășițelor de bază KOH [(20,4 mg), determinate prin titrare cu soluție de 0,1 N HCl în apă folosind ca indicator soluție de 1% de fenolftaleină în alcool etilic]. Se obțin 0,455 kg de Biodiesel cu pH 6,75 (randament 91%), care după indicii fizico-chimici poate fi folosit ca combustibil pentru motoare diesel fără prelucrare suplimentară.

Indicii testați:

viscozitatea cinematică la 20°C, mm ² /s (GOST 33-82)	10,3
temperatura de congelare, °C, max (GOST 20287-91)	-12
punct de inflamabilitate în vas închis, °C, min (6356-75)	58
densitate la 20°C, kg/m ³ , max (GOST 3900-85)	886

MD 2382 F1 2004.02.29

4

(57) Revendicare:

5 Procedeu de obținere a amestecului de esteri metilici ai acizilor grași din grăsimi Biodiesel, care include transesterificarea gliceridelor prin încălzire până la 40°C cu alcool metilic luate în raport stoechiometric, catalizate cu hidroxid de potasiu, separarea după răcire a fazei supernatante a amestecului de esteri metilici și neutralizarea reziduului de catalizator, **caracterizat prin aceea că** hidroxidul de potasiu se ia în raport de 1,3...1,8% mas. față de trigliceride, iar neutralizarea se efectuează prin barbotare cu dioxid de carbon până la atingerea pH = 6,25...6,75.

10

(56) Referințe bibliografice:

1. AT 138690 1991.09.15
2. AT 388743 B 1989.08.25

Șef Secție:

EGOROVA Tamara

Examinator:

GROȘU Petru

Redactor:

CANȚER Svetlana

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2003 0130		
(22) Data depozit: 2003.05.30		
(51) ⁷ : C 11 C 3/10; C 10 L 1/02 Alți indici de clasificare: Titlul : Procedeu de obținere a amestecului de esteri metilici ai acizilor grași din grăsimi Biodiesel. (71) Solicitantul : INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD Termeni caracteristici : esteri metilici ai acizilor grași, combustibil Biodiesel		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7))		
Int. Cl. ⁷ C 11 C 3/10; C 10 L 1/02 MD 1994-2003 – baza de date EA 1995-2003 – Buletine Oficiale SU 1970-1991 – certificate de autor		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate și indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A A	1. AT 138690 1991.09.15 2. AT 388743 B 1989.08.25 3. EA200200341A1 31.10.2002	1 1 1
☐ Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		☐ Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria care conține baza invenției
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)		Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2003-12-11
Examinatorul		GROSU Petru