

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **241183**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **434447**

(51) Int.Cl.
C11B 7/00 (2006.01)

(22) Data zgłoszenia: **25.06.2020**

(54)

Sposób wytwarzania zmodyfikowanego tłuszczu

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

27.12.2021 BUP 39/21

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

16.08.2022 WUP 33/22

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT NAFTY I GAZU-PAŃSTWOWY
INSTYTUT BADAWCZY, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**STEFAN PTAK, Gorlice, PL
WOJCIECH KRASODOMSKI, Kraków, PL
ARTUR ANTOSZ, Kraków, PL
ZYGMUNT BURNUS, Kraków, PL
WOJCIECH WILK, Świniary, PL
IWONA RYCAJ, Kraków, PL
MAŁGORZATA MAŚLANKA, Buk, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzecz. pat. Anna Doskoczyńska-Groyecka

PL 241183 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania zmodyfikowanego tłuszczu.

Zmodyfikowany tłuszcz może służyć do wytwarzania środków smarowych, a także może być surowcem do wytwarzania biopaliwa FAME, które może znaleźć zastosowanie jako samoistne paliwo lub jako komponent paliwa.

Proekologiczne trendy w wielu krajach na świecie powodują wprowadzanie produktów przyjaznych dla środowiska. Stymulatorem zmian jakości i rodzaju wytwarzanych produktów jest postęp techniczny oraz dążenia do redukcji negatywnego wpływu na środowisko i do optymalnego wykorzystania zasobów surowcowych.

Na świecie uzyskuje się z upraw roślin oraz z hodowli zwierząt wiele rodzajów produktów pochodzenia biologicznego. Oleje naturalne i tłuszcze są mieszaninami różnych glicerydów, co wynika z zawartości różnych reszt kwasów tłuszczowych w glicerydach. Czynnikiem decydującym o tym, czy produkty nazywane są tłuszczem czy olejem, jest jedynie jego temperatura topnienia.

Oleje roślinne są to trójglicerydy kwasów tłuszczowych, które na ogół zawierają zarówno nasycone jak i nienasycone reszty kwasów tłuszczowych, w proporcjach charakterystycznych dla określonych gatunków roślin oleistych. Występujące różnice w składzie kwasów tłuszczowych, zależą od warunków uprawy oraz są także związane z określonymi odmianami roślin.

Oleje roślinne stosowane jako oleje bazowe mają wiele zalet, włączając wysoką biodegradowalność, redukcję zanieczyszczenia środowiska, kompatybilność z dodatkami uszlachetniającymi, wysoką temperaturę zapłonu, niską lotność, wysoki wskaźnik lepkości, i bardzo dobre właściwości trybologiczne. Jednak oleje roślinne posiadają również pewne wady, takie jak stabilność termooksydacyjna i hydrolityczna jest ograniczona oraz, w niektórych przypadkach ze względu na wysokie temperatury mętnienia i płynięcia, w niskich temperaturach otoczenia, występuje ograniczenie płynności.

Oleje roślinne i tłuszcze obok głównego spożywczego zastosowania znajdują zastosowanie do wytwarzania biopaliwa do silników wysokoprężnych.

Również odpadowe oleje posmażalnicze są alternatywnym surowcem do produkcji FAME, stosuje się je zamiast jadalnych olejów roślinnych. Oleje posmażalnicze znane są pod nazwą oleju zużytego lub przyjętem z zachodniej Europy skrótem UCO (used cooking oil). Na całym świecie, szczególnie w krajach rozwiniętych dostępne są duże ilości odpadowych olejów kuchennych i tłuszczów zwierzęcych. W podwyższonych temperaturach oleje jadalne zmieniają się znacznie z powodu wielu zachodzących reakcji chemicznych i fizycznych, takich jak utlenianie, hydroliza, cyklizacja, izomeryzacja, oligomeryzacja i polimeryzacja.

W oleju podczas smażenia zachodzą zmiany właściwości fizycznych i chemicznych, które są konsekwencją reakcji chemicznych samego oleju i reakcji oleju z wodą i tlenem w podwyższonej temperaturze, co ma wpływ na odmienny skład chemiczny w porównaniu do olejów roślinnych.

Obecnie istnieją przede wszystkim dwie główne drogi produkcji odnawialnego biopaliwa z lipidów. Są to albo transestryfikacja do produkcji biodiesla (estry metylowe kwasów tłuszczowych) lub hydroprzetwarzanie w celu produkcji odnawialnego oleju napędowego (węglowodory).

W wersji normy europejskiej EN 14214:2012 i kolejnej EN 14214:2014 dotyczącej wymagań i metod badań estrów metylowych kwasów tłuszczowych (FAME) podniesiono problem właściwości niskotemperaturowych mieszanin oleju napędowego powiązanych z jakością FAME używanego jako komponent i stwierdzono, że istnieje negatywny wpływ monoacylogliceroli i glukozydów steroli, które występują w FAME, na właściwości niskotemperaturowe paliwa. W związku z tym tymczasowym skutecznym sposobem rozwiązania tego problemu jest wprowadzenie wymagań odnośnie do temperatury zablokowania zimnego filtra (z ang.: CFPP) oraz temperatury mętnienia.

Jak wspomniano wyżej, jednym z istotnych parametrów jakościowych komponentu paliwowego FAME są właściwości niskotemperaturowe.

Znane paliwa estrowe według PL 163001 posiadają pewne ograniczenia i niedoskonałości, m.in. niekorzystne temperatury zablokowania zimnego filtra i temperatury krzepnięcia, co ogranicza zakres stosowania ich w temperaturach ujemnych.

Autorzy Mohanan A, Bouzidi L, Li SJ, Narine SS. w artykule "Mitigating crystallization of saturated fames in biodiesel: 1. Lowering crystallization temperatures via addition of metathesized soybean oil" – Energy 2016; 96: s. 335–45, wykazują, że FAME mają wyższe temperatury mętnienia i krzepnięcia od paliwa naftowego, co powoduje ograniczone ich zastosowanie w niskich temperaturach. W związku

z tym stosowanie biodiesla jest zwykle ograniczone do mieszanek z olejem napędowym pochodzenia naftowego, zawierającym zazwyczaj 20% wagowych biodiesla (B20) lub mniej.

Autorzy Sierra-Cantor JF, Guerrero-Fajardo CA artykułu pt.: "Methods for improving the cold flow properties of biodiesel with high saturated fatty acids content: A review"; *Renew Sustain Energy Rev.* 2017;72: s. 774–90, podają, że temperatura krzepnięcia różnych FAME zwykle zawiera się między 263 K (-10°C) a 298 K (+25°C), i są one wyższe w porównaniu do 246 K (-25°C) do 258 K (-15°C) dla oleju napędowego pochodzącego z ropy naftowej.

Według autorów artykułów: „Biodiesel fuels” *Prog. Energy Combust. Sci.* 2017;58: s. 36–59 i “Methods for improving the cold flow properties of biodiesel with high saturated fatty acids content: A review”; *Renew Sustain Energy Rev.* 2017;72: pp. 774–900 oraz “Thermodynamic selection of effective additives to improve the cloud point of biodiesel fuels”; *Fuel* 2016; 171: s. 94–100, temperatura mętnienia biopaliw (CP) jest często uważana za najważniejszy parametr mający wpływ na jakość biopaliwa w niskich temperaturach.

Według autora Harrow G. artykułu: „E85 and biodiesel deployment”; *National Renewable Energy Laboratory*; 2007, w temperaturze mętnienia powstają kryształy „wosku stałego”, które mają średnicę co najmniej 0,5 μm, powodując, że roztwór paliwa staje się nieprzejrzysty i "mętny". Tak więc, CP to temperatura, w której zaczynają występować problemy z pracą silnika z powodu tworzenia się ciał stałych w biopaliwach.

W artykule autorów Patrick A. Leggieri, Michael Senra, Lindsay Soh „Cloud point and crystallization in fatty acid ethyl ester biodiesel mixtures with and without additives” *Fuel* 222 (2018); s. 243–249 zawarto stwierdzenie, że biopaliwa, złożone z estrów alkilowych nasyconych kwasów tłuszczowych (FAAE), mają stosunkowo wysokie temperatury mętnienia (CP), które ograniczają ich komercyjne zastosowanie.

Arjun B. Chhetri i inni w artykule „Waste Cooking Oil as an Alternate Feedstock for Biodiesel Production” stwierdzają, że zawartość kwasów tłuszczowych w glicerydach jest głównym wskaźnikiem właściwości biodiesla. Ilość i rodzaj zawartości kwasów tłuszczowych w biodieslu są głównymi czynnikami, które określają lepkość biodiesla. Łańcuchy kwasów tłuszczowych, szczególnie łańcuchy nasyconych kwasów tłuszczowych, odgrywają ważną rolę w określaniu właściwości niskotemperaturowych biodiesla. W artykule Hilber, T.; Mittelbach, M.; Schmidt, E. “Animal fats perform well in biodiesel” opisują związek między zmianą właściwości niskotemperaturowych biodiesla i zawartością nasyconych kwasów tłuszczowych. Wynika, że wraz ze wzrostem zawartości nasyconych kwasów tłuszczowych temperatura zablokowania zimnego filtra (CFPP) biodiesla występuje w wyższej temperaturze. CFPP tłuszczów zwierzęcych występuje w przybliżeniu między 12°C – 1°C.

Jeśli biodiesel pochodzi z oleju rzepakowego, CFPP jest w granicach około od -7°C do -12°C. Podobnie, CFPP odpadowego oleju kuchennego, który ma średnio 10% nasyconych kwasów tłuszczowych, jest zawarta w granicach pomiędzy CFPP, biopaliwa uzyskanego z oleju rzepakowego i tłuszczu zwierzęcego. W wykonanych badaniach zawartość nasyconych kwasów tłuszczowych w odpadowym oleju kuchennym wynosiła około 8%, co odpowiada wartości CFPP wynoszącej około -10°C.

Istnieje szereg wynalazków traktujących o poprawie właściwości niskotemperaturowych olejów roślinnych. Poniżej zostały przedstawione niektóre opisy takich rozwiązań technologicznych.

W opisie zgłoszenia US 2982692 przedstawiono koncepcję procesu polegającego na tym, że stosuje się enzymy zawarte w drożdżach i produktach fermentacji do zmiany niektórych nienasyconych wiązań niższych alkoholi w wosku oleju roślinnego. Taka reakcja może zmienić strukturę krystaliczną składników wosku, a wtedy w związkach o wyższej masie cząsteczkowej kryształy mogą stać się gęstsze i cięższe. Proces odparafinowania oleju zawierającego składniki woskowe, obejmujący dodanie żywych drożdży i węglowodanów jako pożywki, które drożdże zaakceptują jako pokarm, pozwala na fizyczny rozdział co najmniej części woskowej z oleju roślinnego. Sposób fizycznego usuwania wosku obejmuje pozostawienie wytworzonego wosku do czasu opadnięcia na dół, a następnie zdekantowanie z nad niego oleju.

Opis zgłoszenia US3943155 ujawnia sposób, według którego surowe oleje roślinne są jednocześnie rafinowane i odparafinowane przez schłodzenie olejów roślinnych do temperatury wystarczającej do krystalizacji wosków roślinnych i oddzielenia ich od pożądaných olejów glicerydowych. Schłodzony olej delikatnie wstrząsa się, a następnie dodaje się wstępnie schłodzony wodny alkaliczny środek rafinujący i miesza się z olejem tworząc emulsję składników hydrofitowych i woskowych; następnie dodaje się roztwór kwasu fosforowego w celu rozbicia tej emulsji na układ dwufazowy, co pozwala na oddzielenie fazy olejowej od fazy wodnej.

Zgłoszenie US 3994943 opisuje sposób, według którego surowy olej roślinny odparafinowuje się przez zmieszanie z mieszaniną środków powierzchniowo czynnych zawierających wodny roztwór mniej niż 100 ppm estru alkilowego sulfobursztynianu, np. takiego jak sulfobursztynian dioktylu sodu oraz 0,01 do 0,5% siarczanu kwasu tłuszczowego, np. takiego jak laurylosiarczan sodu. W wyniku mieszania dwufazowego układu olejowo-wodnego następuje wytworzenie emulsji, którą następnie odwirowuje się i przemywa w celu oddzielenia fazy wodnej zawierającej wosk od oleju. Olej można jednocześnie odśluzować przez dodanie do obrabianej mieszaniny związku fosforanowego.

Zgłoszenie US 4545940 szeroko opisuje problematykę jakości olejów roślinnych do celów spożywczych. Surowy olej roślinny zawiera wosk, fosfolipidy, wolne kwasy tłuszczowe, pigmenty, wodę i inne śladowe związki. Wosk powoduje zmętnienie oleju i degraduje jego smak; fosfolipidy również zmętniają olej, degradują jego smak i wytwarzają niepożądany zapach; wolne kwasy tłuszczowe degradują smak oleju i wytwarzają niepożądany zapach; pigmenty powodują niepożądany wygląd, a woda przyspiesza utlenianie oleju, co z kolei obniża jego smak i wytwarza niepożądany zapach. Dlatego przy wytwarzaniu jadalnego oleju roślinnego substancje te należy usunąć. Konwencjonalne, metody składają się z wielu etapów i mają wiele wad; dodatkowo najbardziej kłopotliwym etapem jest odparafinowanie oleju roślinnego. Dlatego też wymagane było uproszczenie etapów rafinacji oleju roślinnego. Według tego wynalazku opracowano sposób skutecznego usuwania wosku z oleju roślinnego stosując jako środek filtracyjny porowatą membranę o specyficznych właściwościach powierzchni, w wyniku czego z surowego oleju roślinnego usuwany jest wosk oraz fosfolipidy, wolne kwasy tłuszczowe, woda oraz naturalne zanieczyszczenia, takie jak związki siarki, peptydy, pigmenty, aldehydy i ketony. Dodatkowo środek filtracyjny, porowata membrana o specyficznych właściwościach powierzchni usuwa również większość substancji obcych wprowadzonych na etapie ekstrakcji oleju lub w procesie rafinacji, takich jak alkalia, kwasy, jony metali oraz drobne cząstki nieorganiczne i organiczne.

Wynalazek według zgłoszenia US 4981620 obejmuje połączony technologicznie proces bielienia i odparafinowania olejów roślinnych, który eliminuje etap filtracji, który zasadniczo następuje po operacji bielienia, w którym zużyty placek glinki bielącej jest usuwany. Zasadniczo omawiany wynalazek zapewnia proces rafinacji surowych olejów roślinnych przez wstępne odśluzowanie oleju lub alternatywnie poddanie go rafinacji alkalicznej, i następne bielienie, chłodzenie i utrzymywanie oleju w niskiej temperaturze podczas mieszania, po czym oddzielanie na zimno, np. filtrację zużytej glinki wybielającej, innych zanieczyszczeń oraz składników o wysokiej temperaturze topnienia.

Zgłoszenie patentowe WO 03/049832 A1 obejmuje sposób oczyszczania kompozycji lipidowej zawierającej głównie obojętne składniki lipidowe, która to kompozycja zawiera co najmniej jeden z 10 długołańcuchowych wielonienasyconych kwasów tłuszczowych (LCPUFA) i co najmniej jeden inny związek. Proces obejmuje kontaktowanie kompozycji lipidowej z polarnym rozpuszczalnikiem, a rozpuszczalnik dobiera się tak, aby inny związek był mniej rozpuszczalny w rozpuszczalniku niż LCPUFA. W wynalazku stosowano polarne rozpuszczalniki wybrane spośród acetonu, alkoholu izopropylowego, metanolu, etanolu, octanu etylu i ich mieszanin. Zaletą sposobu według tego wynalazku jest to, że traci się mniej pożądanego LCPUFA niż w dotychczas stosowanych podobnych metodach, np.: wykonanie według omawianego wynalazku (tj. ekstrakcja heksanem, a następnie wymrażanie [winteryzacja] acetonem), powoduje utratę tylko od 7% do około 10% wyjściowego ekstrahowanego lipidu.

Zgłoszenie patentowe WO 2006/004454 A1 dotyczy technologii usuwania wosku z olejów roślinnych przez zamrażanie lub schładzanie. Metoda usuwania wosku z olejów roślinnych, obejmuje schładzanie oleju roślinnego z dodatkiem pomocniczych proszków filtrujących, pomocnicze działanie oleju w niskiej temperaturze, oddzielanie zużytego proszku filtrującego od pozostałości zawierających wosk z rafinowanego oleju roślinnego i regeneracja oddzielonego zużytego proszku filtrującego.

Zużyty proszek filtrujący miesza się z dodatkowo wprowadzonym produktem tłuszczowym do uzyskania konsystencji pasty, wspomnianą pastę ogrzewa się mieszając do temperatury topnienia wszystkich składników woskowych i powstałą mieszaninę oddziela się przez wirowanie, otrzymując zregenerowany suchy proszek filtrujący i produkt tłuszczowy zawierający wosk. Regenerowany proszek filtrujący może być wielokrotnie zawracany jako pomocniczy proszek filtrujący w kolejnych cyklach roboczych obejmujących zimowanie nowych porcji oleju roślinnego, w którym po każdym cyklu roboczym następuje regeneracja zużytego proszku filtrującego.

Zgłoszenie patentowe WO 2006/096872 A2 ujawnia sposób obróbki strumienia oleju surowego zawierającego olej słonecznikowy, wosk słonecznikowy i wodę, obejmujący regulację pH strumienia zasilającego w celu utworzenia fazy lipofilowej i fazy wodnej, które to fazy są rozdzielane z wytworzeniem lipofilowego strumienia i strumienia wodnego. Ujawniono również sposoby obróbki strumienia

lipofilowego zawierającego wosk słonecznikowy i olej słonecznikowy z wytworzeniem stałego wosku i ekstraktu lub roztworu zawierającego olej polegające na :

- ekstrakcja strumienia lipofilowego rozpuszczalnikiem organicznym;
- dostosowanie zawartości rozpuszczalnika organicznego i wosku krystalizującego i odpowiednia regulacja temperatury strumienia lipofilowego i wosku krystalizującego;
- zastosowanie odparafinowania membranowego;
- rozpuszczalnikiem organicznym może być heksan lub rozpuszczalnik organiczny wybrany z grupy obejmującej etanol i węglowodory 4 do 8 atomów węgla.

Zgłoszenie US 4200509 wskazuje, że naturalne oleje z nasion roślinnych składają się nie tylko ze składników oleistych, ale także, zwykle, występujących w małym procencie naturalnych fosfatydów, wosków roślinnych, pigmentów i wielu innych związków. Składniki olejowe, a mianowicie estry glicerydowe długołańcuchowych kwasów tłuszczowych typu nasyconego i nienasyconego, stanowią największą frakcję olejów roślinnych. Takie materiały w dużej mierze determinują właściwości oleju, w tym jedno z niepożądanych zjawisk, jakim jest mętnienie olejów roślinnych.

Zgłoszenie US 4200509 opisuje sposób odparafinowania rafinowanego oleju roślinnego, polegający na schłodzeniu rafinowanego oleju roślinnego w wystarczająco niskiej temperaturze, aby rozpoczęła się krystalizacja wosków, gdy kryształy wosku będą wystarczająco duże, aby można je było oddzielić elektrostatycznie usuwa się je przez filtrację dielektroforetyczną, a więc przepuszczenie schłodzonego oleju przez elektrofiltr przy odpowiednim natężeniu przepływu wystarczającym do wychwylenia skryształizowanych wosków w elektrofiltrze, pozwala to na uzyskanie oleju roślinnego o doskonałej przejrzystości w niskiej temperaturze.

Istotą niniejszego wynalazku jest poddanie tłuszczów, którymi są oleje roślinne, uwodornione oleje roślinne, tłuszcze zwierzęce, oleje posmażalnicze, procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat – zmodyfikowany tłuszcz i osad w oparciu o zasady procesu rozpuszczalnikowego odparafinowania, który to proces jest stosowany standardowo do odparafinowania olejów węglowodorowych i odlejania gaczów – związków węglowodorowych.

Istotnym elementem tego klasycznego procesu dla surowców węglowodorowych jest krótki czas filtracji, wynoszący kilkanaście sekund do około 30 sekund; ponadto krótszy czas filtracji pozwala na osiągnięcie niższego temperaturowego gradientu odparafinowania, czyli uzyskania lepszej selektywności procesu. Dodatkowo podobne parametry jakościowe tłuszczów i wsadów węglowodorowych takie jak lepkość, gęstość, temperatura zapłonu, zakres destylacji pozwalają wprost, bez potrzeby modernizacji, na przeróbkę tłuszczów w instalacji odparafinowania rozpuszczalnikowego.

Przedmiotowy proces pozwala na uzyskanie jako filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu, charakteryzującego się polepszonymi właściwościami niskotemperaturowymi. Rozpuszczalnikami stosowanymi w przypadku rozdzielania rozpuszczalnikowego tłuszczów nie mogą być, jak wykazały badania, związki chlorowcopochodne, takie jak mieszaniny dichloroetanu z chlorkiem metylenu w różnych proporcjach, 1,2-dichloropropanu z chlorkiem metylenu w różnych proporcjach lub sam 1,2-dichloropropan. Nieoczekiwano stwierdzono, że rozpuszczalniki chlorowcopochodne wykazują niższą selektywność procesu oraz, co jest znamienne, czasy filtracji wynoszą od ponad 3 minut do ponad 5 minut, co dyskwalifikuje praktyczne zastosowanie tych rozpuszczalników w procesach przemysłowych.

Istotą wynalazku jest poddanie procesowi rozpuszczalnikowego rozdzielania na filtrat i osad surowca składającego się głównie z estrów acylowych glicerolu, zwyczajowo nazywanych glicerydami. Surowce te zawierają związki chemiczne inne niż wsady składające się z różnych grup związków węglowodorowych w klasycznym procesie odparafinowania, oraz wsady będące mieszaninami estrów metylowych kwasów tłuszczowych.

Nieoczekiwano okazuje się, że zastosowanie procesu rozpuszczalnikowego rozdzielania na filtrat i osad dla tłuszczów, którymi są oleje roślinne, uwodornione oleje roślinne, tłuszcze zwierzęce, oleje posmażalnicze zachowuje selektywność procesu z jednoczesnym uzyskaniem krótkich czasów filtracji, która jest pożądana w procesach przemysłowych i pozwala na obniżenie temperatury mętnienia, temperatury płynięcia i temperatury krzepnięcia, co ma wpływ na poprawienie właściwości niskotemperaturowych uzyskanego produktu, w tym reologicznych w niskich temperaturach.

Sposób wytwarzania zmodyfikowanego tłuszczu, polega według wynalazku na tym, że będący surowcem tłuszcz, którym jest olej roślinny lub uwodorniony olej roślinny lub tłuszcz zwierzęcy lub olej posmażalniczy, o temperaturze mętnienia równej lub wyższej niż -11°C , temperaturze płynięcia równej lub wyższej niż -18°C i temperaturze krzepnięcia równej lub wyższej niż -21°C poddaje się procesowi

rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat – zmodyfikowany tłuszcz i osad, obejmującemu etap krystalizacji i etap filtracji, przy czym w etapie krystalizacji surowiec poddaje się pierwszemu rozcieńczeniu rozpuszczalnikiem zawierającym 10% – 90% (m/m) metyloetyloketonu i odpowiednio 90% – 10% (m/m) toluenu, uzyskując mieszaninę surowca i rozpuszczalnika, którą następnie oziębia się z kontrolowaną prędkością, z równoczesnym doprowadzeniem oziębionego rozpuszczalnika w 1–6 porcjach – kolejne rozcieńczenia, przy szybkości schładzania w zakresie 0,20–6,0°C/min., aż do osiągnięcia temperatury od -15 do -30°C, przy czym stosunek sumarycznej ilości rozpuszczalnika do surowca zawiera się w przedziale od 1,4:1 do 7,0:1(m/m), a wielkość jednostkowych rozcieńczeń wyrażona stosunkiem masowym rozpuszczalnika do surowca wynosi od 0,2:1 do 3,4:1(m/m), po czym w zakresie temperatur od -15 do -30°C, odfiltrowuje się wydzielony osad, który przemywa się zimnym rozpuszczalnikiem o takim samym składzie jak rozpuszczalnik używany w etapie krystalizacji, stosowanym w ilości od 0,1:1 do 2:1 (m/m), wyrażonej stosunkiem masowym rozpuszczalnika do surowca, a następnie z roztworu filtratu oddestylowuje się rozpuszczalnik uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz o obniżonych: temperaturze mętnienia o 4–32°C, temperaturze płynięcia o 3–31°C i temperaturze krzepnięcia o 3–29°C, w stosunku do wartości tych temperatur przed poddaniem surowca procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad.

Korzystnie do surowca wprowadza się dodatkowo modyfikator krystalizacji, zawierający jako substancję aktywną polimetakrylany alkilu, w ilości od 50 do 5000 ppm (mg/kg), najkorzystniej 800–1200 ppm.

Glicerydy są substancjami polimorficznymi i dodatkowo mają tendencję do tworzenia znacznie mniejszych kryształów, tworząc przestrzenie pomiędzy kryształami, w których zostaje uwięziony roztwór filtratu, co negatywnie wpływa na proces rozdzielenia roztworu filtratu od osadu. Wprowadzenie modyfikatorów krystalizacji w znaczący sposób wpływa na poprawę procesów filtracyjnych. W niniejszym wynalazku stwierdzono, że substancje polimerowe podobnego rodzaju jak stosowane w procesie odparafinowania rozpuszczalnikowego, korzystnie wpływają na proces krystalizacji wspomagając tworzenie się dużych regularnych kryształów, pomimo istotnych różnic w charakterze chemicznym pomiędzy glicerydami i węglowodorami. Modyfikatory krystalizacji poprawiają szybkość i efektywność procesu filtracji, wpływając na strukturę tworzącej się warstwy osadu na filtrze. Odpowiednio dobrane i stosowane modyfikatory krystalizacji – specjalnie opracowane do tego celu związki chemiczne wpływają na poprawę wydajności i efektywności całego procesu odparafinowania. Modyfikatory krystalizacji stosowane w procesach rozpuszczalnikowego odparafinowania w dużej mierze oparte są na polimetakrylanach alkilu (PAMA).

Korzystnie rozpuszczalnik stosowany w etapie krystalizacji i w etapie filtracji zawiera 45% – 55% (m/m) metyloetyloketonu i odpowiednio 55% – 45% (m/m) toluenu.

Korzystnie mieszaninę w etapie krystalizacji schładza się z szybkością 0,4–1,4°C/min. do wartości temperatury od -23 do -28°C.

Korzystnie stosunek sumarycznej ilości rozpuszczalnika do surowca zawiera się w przedziale od 2,2:1 do 4,0:1 (m/m).

Korzystnie liczba rozcieńczeń w etapie krystalizacji wynosi od 2 do 3.

Korzystnie wydzielone estry odfiltrowuje się w zakresie temperatur od -23 do -28°C i przemywa się zimnym rozpuszczalnikiem stosowanym w ilości od 0,3:1 do 1:1,0 (m/m).

Korzystnie w etapie krystalizacji temperatura rozpuszczalnika w punkcie dostrzyku do mieszaniny jest równa lub różni się maksymalnie o $\pm 3^\circ\text{C}$ od temperatury oziębianej mieszaniny. Ma to na celu zapobieżenie zakłóceniu procesu krystalizacji estrów w mieszaninie.

Korzystnie w etapie krystalizacji pierwszą porcję rozpuszczalnika do surowca wprowadza się w temperaturze, w której surowiec jest jednorodną fazą ciekłą nie zawierającą kryształów, najkorzystniej w temperaturze z przedziału 45–60°C.

Zmodyfikowany tłuszcz wytworzony sposobem według wynalazku, charakteryzuje się poprawionymi właściwościami niskotemperaturowymi, to jest obniżoną o 4–32°C temperaturą mętnienia, obniżoną o 3–31°C temperaturą płynięcia i obniżoną o 3–29°C temperaturą krzepnięcia, w stosunku do wartości tych temperatur przed poddaniem tłuszczu procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego. Zmodyfikowany tłuszcz według wynalazku może znaleźć zastosowanie jako biodegradowalny olej bazowy, do wytwarzania środków smarowych, gdy ma obniżoną poniżej -10°C temperaturę mętnienia, poniżej -14°C temperaturę płynięcia i poniżej -16°C temperaturę krzepnięcia, oraz jako surowiec, o obniżonej poniżej -2°C temperaturze mętnienia, poniżej -4°C temperaturze płynięcia i poniżej -5°C temperaturze krzepnięcia, do wytwarzania biopaliwa FAME, które może znaleźć zastosowanie jako samoistne paliwo lub jako komponent paliwa.

Sposób według wynalazku, polegający na zastosowaniu procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad dla surowców pochodzenia naturalnego, którymi są oleje roślinne, uwodornione oleje roślinne, tłuszcze zwierzęce, oleje posmażalnicze, daje korzyści polegające na uzyskaniu produktu cechującego się poprawionymi właściwościami niskotemperaturowymi, to jest obniżonymi o kilka do około 32 stopni Celsjusza temperaturami mętnienia, płynięcia i krzepnięcia w porównaniu do temperatur surowca użytego w procesie rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, co przełoży się na poprawę właściwości niskotemperaturowych, w tym reologicznych w niskich temperaturach oleju bazowego oraz docelowo wytworzonych w procesie transestryfikacji estrów metyloowych kwasów tłuszczowych (FAME).

Przedmiot wynalazku został objaśniony w przedstawionych poniżej przykładach wykonania, nieograniczających zakresu jego ochrony.

Przykład 1

Olej rzepakowy o parametrach jakościowych przedstawionych w tabeli 1 (ozn. TŁUSZCZ 1).

Tabela 1 Wyniki badań oleju rzepakowego (TŁUSZCZ 1)

Lp.	Oznaczana właściwość	Jednostka	TŁUSZCZ 1	Metoda badania
1	Lepkość kinematyczna w temp. 40°C	mm ² /s	35,88	PN-EN ISO 3104
2	Lepkość kinematyczna w temp. 100°C	mm ² /s	9,09	PN-EN ISO 3104
3	Wskaźnik lepkości	-	198	PN-ISO 2909:09
4	Temperatura mętnienia	°C	-11	PN ISO 3016
5	Temperatura płynięcia	°C	-18	PN ISO 3016
6	Temperatura krzepnięcia	°C	-21	ASTM D 7346
7	Temperatura zapłonu, w tyglu otwartym Cleveland	°C	324	ISO 2592
8	Liczba kwasowa	mg KOH/g	0,13	
9	Liczba jodowa	g J/100g	116	PN-EN 14111:2004
10	Gęstość w temperaturze 15°C	g/cm ³	0,920	PN-EN ISO 12185
11	Zawartość fosforu	ppm	12	PN-ISO 10540-3:2005

Tabela 1.1 Wynik badań profili kwasów tłuszczowych w oleju rzepakowym ozn. TŁUSZCZ 1

	Jednostka	TŁUSZCZ 1
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	-
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	4,2
C16:1	%(m/m)	0,2
C16 niezid	%(m/m)	0,3
C18:0	%(m/m)	1,6
C18:1	%(m/m)	63,7
C18:2	%(m/m)	19,1

	Jednostka	TŁUSZCZ 1
Składnik:		
C18 niezid	%(m/m)	-
C18:3	%(m/m)	8,1
C20:0	%(m/m)	0,5
C20:1	%(m/m)	1,3
C20 niezid	%(m/m)	0,2
C22:0	%(m/m)	0,3
C22 niezid	%(m/m)	0,3
C22:1	%(m/m)	-
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	0,1
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA	%(m/m)	100

Próbkę oleju rzepakowego (ozn. TŁUSZCZ 1) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL).

Krystalizację węglowodorów w laboratorium przeprowadzono metodą stopniowego oziębiania znajdującej się w krystalizatorze mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem. Krystalizator umieszczony był w łaźni chłodzącej, wyposażonej w programator cyklu chłodzenia, pozwalający na ustalenie końcowej temperatury krystalizacji oraz odpowiedniej szybkości schładzania w kolejnych etapach procesu. Do kriostatu podłączona była nuczka filtracyjna wyposażona w płaszcz, w którym krąży czynnik chłodzący.

Proces krystalizacji prowadzony był metodą rozcieńczeń, poprzez dodawanie do schładzanej mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem kolejnych porcji oziębionego rozpuszczalnika, w odpowiednich momentach cyklu schładzania.

W procesie krystalizacji stosowano ciągłe mieszanie zawartości krystalizatora za pomocą mieszadła z końcówką kotwiczną, o szybkości mieszania dostosowanej do zwiększającej się lepkości mieszaniny.

Po osiągnięciu końcowej temperatury krystalizacji na nuczce próżniowej odfiltrowano wydzielony osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, zawierający zaokludowany rozpuszczalnik, od roztworu filtratu. Roztwór filtratu gromadził się w odbieralniku. Odfiltrowany osad przemywano porcją zimnego rozpuszczalnika. Zebrany z nuczki osad, a także roztwór filtratu poddano procesowi regeneracji rozpuszczalnika uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz. Operację regeneracji rozpuszczalnika prowadzono metodą destylacji ze strippingiem azotem.

W tabeli 2 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego.

T a b e l a 2 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego (TŁUSZCZ 1)

Nr próby	PR 01
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	60:40
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-28
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	2,8 : 1

Nr próby	PR 01
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	1,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	0,6 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	-
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,6 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,2 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	94,7
Wydajność osadu, %(m/m)	3,2
Straty, %(m/m)	2,1
Czas sączenia, sekundy	22
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	35,97
Temperatura mętnienia, °C	-16
Temperatura płynięcia, °C	-22
Temperatura krzepnięcia, °C	-24

Przykład 2

Próbkę oleju rzepakowego (ozn. TŁUSZCZ 1) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 1, z tą różnicą, że przed krystalizacją do surowca dodano modyfikator krystalizacji w ilości 1000 ppm.

W tabeli 3 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego.

Tabela 3 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego (TŁUSZCZ 1)

Nr próby	PR 02
<i>Modyfikator krystalizacji</i>	<i>Viscoplex 9 - 327</i>
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	60:40
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-28
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	1,8 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	0,8 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	0,4 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	-

Nr próby	PR 02
Rozcieńczenie IV, temp. -11°C, (m/m)	0,4 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,2 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	91,8
Wydajność osadu, %(m/m)	4,5
Straty, %(m/m)	3,7
Czas sączenia, sekundy	23
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	35,95
Temperatura mętnienia, °C	-15
Temperatura płynięcia, °C	-21
Temperatura krzepnięcia °C	-24

T a b e l a 3.1 Wynik badań profili kwasów tłuszczowych w filtracie – zmodyfikowanym tłuszczu ozn. (141/ol)

Nr ewidencyjny	Jednostka	Filtrat (141/ol)
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	-
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	4,0
C16:1	%(m/m)	0,2
C16 niezid	%(m/m)	0,2
C18:0	%(m/m)	1,3
C18:1	%(m/m)	64,1
C18:2	%(m/m)	19,3
C18 niezid	%(m/m)	-
C18:3	%(m/m)	8,3
C20:0	%(m/m)	0,4
C20:1	%(m/m)	1,3
C20 niezid	%(m/m)	0,1
C22:0	%(m/m)	0,3
C22 niezid	%(m/m)	0,3
C22:1	%(m/m)	-
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	0,1
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA		100

T a b e l a 3.2 Wynik badań profili kwasów tłuszczowych w osadzie ozn. (141/g)

	Jednostka	Osad (141/g)
Nr ewidencyjny		
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	-
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	4,9
C16:1	%(m/m)	-
C16 niezid	%(m/m)	0,2
C18:0	%(m/m)	18,7
C18:1	%(m/m)	4,6
C18:2	%(m/m)	-
C18 niezid	%(m/m)	0,1
C18:3	%(m/m)	0,1
C20:0	%(m/m)	26,4
C20:1	%(m/m)	-
C20 niezid	%(m/m)	1,8
C22:0	%(m/m)	26,0
C22 niezid	%(m/m)	-
C22:1	%(m/m)	2,9
C24:0	%(m/m)	4,9
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	2,0
SUMA		100

Przykład 3

Próbkę oleju rzepakowego (ozn. TŁUSZCZ 1) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 1.

W tabeli 4 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego.

T a b e l a 4 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego (TŁUSZCZ 1)

Nr próby	PR 03
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	85:15
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-28
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	5,5:1

Nr próby	PR 03
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	1,8 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,2 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	1,0 : 1
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	1,0 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,5 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	92,3
Wydajność osadu, %(m/m)	5,4
Straty, %(m/m)	2,3
Czas sączenia, sekundy	28
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	36,02
Temperatura mętnienia, °C	-17
Temperatura płynięcia, °C	-23
Temperatura krzepnięcia, °C	-25

Przykład 4

Próbkę oleju rzepakowego (ozn. TŁUSZCZ 1) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników dichloroetanu (DI) i chlorku metylenu (ME) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 1.

W tabeli 5 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego.

Tabela 5 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego (TŁUSZCZ 1)

Nr próby	PR 04
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik DI-ME, stosunek mas.	30:70
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-30
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	6,0:1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	2,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,0 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	1,0 : 1
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,8 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,8 : 1

Nr próby	PR 04
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	93,0
Wydajność osadu, %(m/m)	2,5
Straty, %(m/m)	4,5
Czas sączenia, sekundy	223
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	36,04
Temperatura mętnienia, °C	-12
Temperatura płynięcia, °C	-20
Temperatura krzepnięcia, °C	-21

Przykład 5

Olej słonecznikowy o parametrach jakościowych przedstawionych w tabeli 6 (ozn. TŁUSZCZ 2)

Tabela 6 Wyniki badań oleju słonecznikowego (ozn. TŁUSZCZ 2).

Lp.	Oznaczana właściwość	Jednostka	TŁUSZCZ 2	Metoda badania
1	Lepkość kinematyczna w temp. 40°C	mm ² /s	39,84	PN-EN ISO 3104
2	Lepkość kinematyczna w temp. 100°C	mm ² /s	8,50	PN-EN ISO 3104
3	Wskaźnik lepkości	-	202	PN-ISO 2909:09
4	Temperatura mętnienia	°C	-4	PN ISO 3016
5	Temperatura płynięcia	°C	-16	PN ISO 3016
6	Temperatura krzepnięcia	°C	-18	ASTM D 7346
7	Temperatura zapłonu, w tyglu otwartym Cleveland	°C	39,19	ISO 2592
8	Liczba kwasowa	mg KOH/g	0,15	
9	Liczba jodowa	g J/100g	112	PN-EN 14111:2004
10	Gęstość w temperaturze 15°C	g/cm ³	0,914	PN-EN ISO 12185
11	Zawartość fosforu	ppm	-	PN-ISO 10540-3:2005

Próbkę oleju słonecznikowego (ozn. TŁUSZCZ 2) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL).

Krystalizację węglowodorów w laboratorium przeprowadzono metodą stopniowego oziębiania znajdującej się w krystalizatorze mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem. Krystalizator umieszczony był w łaźni chłodzącej, wyposażonej w programator cyklu chłodzenia, pozwalający na ustalenie końcowej temperatury krystalizacji oraz odpowiedniej szybkości schładzania w kolejnych etapach procesu. Do kriostatu podłączona była nuczka filtracyjna wyposażona w płaszcz, w którym krąży czynnik chłodzący.

Proces krystalizacji prowadzony był metodą rozcieńczeń, poprzez dodawanie do schładzanej mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem kolejnych porcji oziębionego rozpuszczalnika, w odpowiednich momentach cyklu schładzania.

W procesie krystalizacji stosowano ciągłe mieszanie zawartości krystalizatora za pomocą mieszadła z końcówką kotwiczną, o szybkości mieszania dostosowanej do zwiększającej się lepkości mieszaniny.

Po osiągnięciu końcowej temperatury krystalizacji na nucy próżniowej odfiltrowano wydzielony osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, zawierający zaokludowany rozpuszczalnik, od roztworu filtratu. Roztwór filtratu gromadził się w odbieralniku. Odfiltrowany osad przemywano porcją zimnego rozpuszczalnika. Zebrany z nucy osad, a także roztwór filtratu poddano procesowi regeneracji rozpuszczalnika uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz.

Operację regeneracji rozpuszczalnika prowadzono metodą destylacji ze strippingiem azotem.

W tabeli 7 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego.

T a b e l a 7 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju słonecznikowego (TŁUSZCZ 2)

Nr próby	PR 05
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	30:70
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-28
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	6,0:1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	2,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,0 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	1,0 : 1
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,8 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,8 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	92,3
Wydajność osadu, %(m/m)	4,5
Straty, %(m/m)	3,2
Czas sączenia, sekundy	22
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	40,11
Temperatura mętnienia, °C	-13
Temperatura płynięcia, °C	-20
Temperatura krzepnięcia °C	-24

Przykład 6

Olej roślinny posmażalniczy UCO o parametrach jakościowych przedstawionych w tabeli 8 (ozn. TŁUSZCZ 3).

T a b e l a 8 Wyniki badań oleju posmażalniczego, UCO (ozn. TŁUSZCZ 3)

Lp.	Oznaczana właściwość	Jednostka	TŁUSZCZ 3	Metoda badania
1	Lepkość kinematyczna w temp. 40°C	mm ² /s	41,06	PN-EN ISO 3104
2	Temperatura mętnienia	°C	+12	PN ISO 3016
3	Temperatura płynięcia	°C	-6	PN ISO 3016
4	Temperatura krzepnięcia	°C	-7	ASTM D 7364

T a b e l a 8.1 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w oleju posmażalniczym ozn. TŁUSZCZ 3

	Jednostka	TŁUSZCZ 3
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	0,1
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	0,3
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	11,0
C16:1	%(m/m)	0,4
C16 niezid	%(m/m)	0,3
C18:0	%(m/m)	3,6
C18:1	%(m/m)	52,7
C18:2	%(m/m)	26,1
C18 niezid	%(m/m)	0,1
C18:3	%(m/m)	2,4
C20:0	%(m/m)	0,4
C20:1	%(m/m)	0,6
C20 niezid	%(m/m)	-
C22:0	%(m/m)	0,5
C22 niezid	%(m/m)	0,1
C22:1	%(m/m)	0,2
C24:0	%(m/m)	0,2
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	1,0
SUMA	%(m/m)	100,0

Próbkę oleju posmażalniczego (ozn. TŁUSZCZ 1) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL).

Krystalizację węglowodorów w laboratorium przeprowadzono metodą stopniowego oziębiania znajdującej się w krystalizatorze mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem. Krystalizator umieszczony był w łaźni chłodzącej, wyposażonej w programator cyklu chłodzenia, pozwalający na ustalenie końcowej temperatury krystalizacji oraz odpowiedniej szybkości schładzania w kolejnych etapach procesu. Do kriostatu podłączona była nuczka filtracyjna wyposażona w płaszcz, w którym krąży czynnik chłodzący.

Proces krystalizacji prowadzony był metodą rozcieńczeń, poprzez dodawanie do schładzanej mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem kolejnych porcji oziębionego rozpuszczalnika, w odpowiednich momentach cyklu schładzania.

W procesie krystalizacji stosowano ciągłe mieszanie zawartości krystalizatora za pomocą mieszadła z końcówką kotwiczną, o szybkości mieszania dostosowanej do zwiększającej się lepkości mieszaniny.

Po osiągnięciu końcowej temperatury krystalizacji na nucy próżniowej odfiltrowano wydzielony osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, zawierający zaokludowany rozpuszczalnik, od roztworu filtratu. Roztwór filtratu gromadził się w odbieralniku. Odfiltrowany osad przemywano porcją zimnego rozpuszczalnika. Zebrany z nucy osad, a także roztwór filtratu poddano procesowi regeneracji rozpuszczalnika uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz. Operację regeneracji rozpuszczalnika prowadzono metodą destylacji ze strippingiem azotem.

W tabeli 9 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu oleju posmażalniczego – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju posmażalniczego.

T a b e l a 9 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju posmażalniczego (TŁUSZCZ 3)

Nr próby	PR 06
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	60:40
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-28
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca. (m/m)	2,8 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	1,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	0,6 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	-
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,6 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,2 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	86,5
Wydajność osadu, %(m/m)	10,1
Straty, %(m/m)	3,4
Czas sączenia, sekundy	24
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	41,36
Temperatura mętnienia, °C	-8
Temperatura płynięcia, °C	-9
Temperatura krzepnięcia, °C	-10

T a b e l a 9.1 Wynik badań profili kwasów tłuszczowych w filtracie – zmodyfikowanym tłuszczu ozn.(144/ol)

	Jednostka	Filtrat
Nr ewidencyjny		144/ ol
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	0,1
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	0,2
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	8,7
C16:1	%(m/m)	0,4
C16 niezid	%(m/m)	0,2
C18:0	%(m/m)	2,7
C18:1	%(m/m)	55,9
C18:2	%(m/m)	27,6
C18 niezid	%(m/m)	-
C18:3	%(m/m)	2,6
C20:0	%(m/m)	0,3
C20:1	%(m/m)	0,6
C20 niezid	%(m/m)	-
C22:0	%(m/m)	0,4
C22 niezid	%(m/m)	0,1
C22:1	%(m/m)	0,1
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	1,0
SUMA	%(m/m)	100,0

T a b e l a 9.2 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w osadzie ozn. (144/g)

	Jednostka	Osad
Nr ewidencyjny		144/g
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	0,2
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	1,1
C14 niezid	%(m/m)	0,2
C16:0	%(m/m)	43,4
C16:1	%(m/m)	0,4
C16 niezid	%(m/m)	0,7
C18:0	%(m/m)	15,6

	Jednostka	Osad
Nr ewidencyjny		144/g
Składnik:		
C18:1	%(m/m)	26,1
C18:2	%(m/m)	7,7
C18 niezid	%(m/m)	0,4
C18:3	%(m/m)	0,8
C20:0	%(m/m)	1,1
C20:1	%(m/m)	0,3
C20 niezid	%(m/m)	-
C22:0	%(m/m)	1,2
C22 niezid	%(m/m)	-
C22:1	%(m/m)	0,2
C24:0	%(m/m)	0,5
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	1,0
SUMA	%(m/m)	100,0

Przykład 7

Próbkę oleju posmażalniczego (ozn. TŁUSZCZ 3) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 5 z tą różnicą, że przed krystalizacją do surowca dodano modyfikator krystalizacji w ilości 1000 ppm.

W tabeli 10 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu z oleju posmażalniczego.

T a b e l a 10 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju posmażalniczego (TŁUSZCZ 3)

Nr próby	PR 07
<i>Modyfikator krystalizacji</i>	<i>Viscoplex 9 - 327</i>
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	50:50
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-22
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	5,5:1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	2,8 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	1 : 1
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,5 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,2 : 1

Nr próby	PR 07
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	87,4
Wydajność osadu, %(m/m)	9,4
Straty, %(m/m)	3,2
Czas sączenia, sekundy	21
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40 ^o C, mm ² /s	41,45
Temperatura mętnienia, °C	-10
Temperatura płynięcia, °C	12
Temperatura krzepnięcia, °C	-13

Przykład 8

Próbkę oleju posmażalniczego (ozn. TŁUSZCZ 3) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników 1,2-dichloropropanu (PDC) i chlorku metylenu (ME) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 5 z tą różnicą, że przed krystalizacją do surowca dodano modyfikator krystalizacji w ilości 1000 ppm.

W tabeli 11 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju posmażalniczego.

T a b e l a 11 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju posmażalniczego (TŁUSZCZ 3)

Nr próby	PR 08
<i>Modyfikator krystalizacji</i>	<i>Viscoplex 9 - 327</i>
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik PDC-ME, stosunek mas.	40:60
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-22
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	2,8 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	1,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	0,6 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	-
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	0,6 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,2 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	86,6
Wydajność osadu, %(m/m)	7,9

Nr próby	PR 08
Straty, %(m/m)	4,9
Czas sączenia, sekundy	143
Właściwości filtratu	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	41,28
Temperatura mętnienia, °C	-7
Temperatura płynięcia, °C	-8
Temperatura krzepnięcia, °C	-10

Przykład 9

Tłuszcz zwierzęcy (smalec) o parametrach jakościowych przedstawionych w tabeli 10 (ozn. TŁUSZCZ 4)

T a b e l a 12 Wyniki badań tłuszczu zwierzęcego (ozn. TŁUSZCZ 4)

Lp.	Oznaczana właściwość	Jednostka	Tłuszcz	Metoda badania
	Nr ewidencyjny	-	81/BI	-
1	Lepkość kinematyczna w temp. 40°C	mm ² /s	38,04	PN-EN ISO 3104
2	Temperatura mętnienia	°C	+30	PN ISO 3016
3	Temperatura płynięcia	°C	+27	PN ISO 3016
4	Temperatura krzepnięcia	°C	+24	ASTM D 7364

T a b e l a 12.1 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w tłuszczu zwierzęcym ozn. TŁUSZCZ 4

	Jednostka	TŁUSZCZ 4
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	0,1
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	0,1
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	1,5
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	27,8
C16:1	%(m/m)	2,4
C16 niezid	%(m/m)	0,6
C18:0	%(m/m)	17,2
C18:1	%(m/m)	36,5
C18:2	%(m/m)	10,8
C18 niezid	%(m/m)	0,6
C18:3	%(m/m)	0,8

	Jednostka	TŁUSZCZ 4
Składnik:		
C20:0	%(m/m)	0,2
C20:1	%(m/m)	0,6
C20 niezid	%(m/m)	0,6
C22:0	%(m/m)	-
C22 niezid	%(m/m)	-
C22:1	%(m/m)	0,1
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA	%(m/m)	100,0

Próbkę tłuszczu zwierzęcego – smalcu, (ozn. TŁUSZCZ 4) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL).

Krystalizację węglowodorów w laboratorium przeprowadzono metodą stopniowego oziębiania znajdującej się w krystalizatorze mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem. Krystalizator umieszczony był w łaźni chłodzącej, wyposażonej w programator cyklu chłodzenia, pozwalający na ustalenie końcowej temperatury krystalizacji oraz odpowiedniej szybkości schładzania w kolejnych etapach procesu. Do kriostatu podłączona była nuczka filtracyjna wyposażona w płaszcz, w którym krąży czynnik chłodzący.

Proces krystalizacji prowadzony był metodą rozcieńczeń, poprzez dodawanie do schładzanej mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem kolejnych porcji oziębionego rozpuszczalnika, w odpowiednich momentach cyklu schładzania.

W procesie krystalizacji stosowano ciągle mieszanie zawartości krystalizatora za pomocą mieszadła z końcówką kotwiczną, o szybkości mieszania dostosowanej do zwiększającej się lepkości mieszaniny.

Po osiągnięciu końcowej temperatury krystalizacji na nuczy próżniowej odfiltrowano wydzielony osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, zawierający zaokludowany rozpuszczalnik, od roztworu filtratu. Roztwór filtratu gromadził się w odbieralniku. Odfiltrowany osad przemywano porcją zimnego rozpuszczalnika. Zebrany z nuczy osad, a także roztwór filtratu poddano procesowi regeneracji rozpuszczalnika uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz. Operację regeneracji rozpuszczalnika prowadzono metodą destylacji ze strippingiem azotem.

W tabeli 13 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu, zmodyfikowanego tłuszczu ze smalcu.

T a b e l a 13 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, smalcu (TŁUSZCZ 4)

Nr próby	PR 09
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	40:60
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-15
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	3,4 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	1,4 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,0 : 1

Nr próby	PR 09
Rozcieńczenie III, temp. 4°C, (m/m)	-
Rozcieńczenie IV, temp. -11°C, (m/m)	0,7 : 1
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,3 : 1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	50,1
Wydajność osadu, %(m/m)	46,3
Straty, %(m/m)	3,6
Czas sączenia, sekundy	24
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	38,29
Temperatura mętnienia, °C	-2
Temperatura płynięcia, °C	-4
Temperatura krzepnięcia, °C	-5

T a b e l a 13.1 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w filtracie – zmodyfikowanym tłuszczu ozn. (154/ol)

	Jednostka	Filtrat
Nr ewidencyjny		154/ol
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	0,1
C12:0	%(m/m)	0,1
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	1,5
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	20,7
C16:1	%(m/m)	3,4
C16 niezid	%(m/m)	0,6
C18:0	%(m/m)	5,2
C18:1	%(m/m)	49,6
C18:2	%(m/m)	14,8
C18 niezid	%(m/m)	0,9
C18:3	%(m/m)	1,2
C20:0	%(m/m)	0,2
C20:1	%(m/m)	0,9
C20 niezid	%(m/m)	0,7

	Jednostka	Filtrat
Nr ewidencyjny		154/ol
Składnik:		
C22:0	%(m/m)	-
C22 niezid	%(m/m)	-
C22:1	%(m/m)	0,1
C24:0	%(m/m)	-
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA	%(m/m)	100,0

T a b e l a 13.2 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w osadzie 154/ g

	Jednostka	Osad
Nr ewidencyjny		154/g
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	1,1
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	34,3
C16:1	%(m/m)	1,1
C16 niezid	%(m/m)	0,6
C18:0	%(m/m)	30,6
C18:1	%(m/m)	24,4
C18:2	%(m/m)	5,9
C18 niezid	%(m/m)	0,5
C18:3	%(m/m)	0,4
C20:0	%(m/m)	0,3
C20:1	%(m/m)	0,4
C20 niezid	%(m/m)	0,3
C22:0	%(m/m)	-
C22 niezid	%(m/m)	0,1
C22:1	%(m/m)	-
C24:0	%(m/m)	-
C24:1	%(m/m)	-
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA	%(m/m)	100,0

Przykład 10

Olej roślinny rzepakowy uwodorniony o parametrach jakościowych przedstawionych w tabeli 14 (ozn. TŁUSZCZ 5).

T a b e l a 14 Wyniki badań oleju roślinnego rzepakowego uwodornionego (ozn. TŁUSZCZ 5)

Lp.	Oznaczana właściwość	Jednostka	TŁUSZCZ 5	Metoda badania
1	Lepkość kinematyczna w temp. 40°C	mm ² /s	43,13	PN-EN ISO 3104
2	Lepkość kinematyczna w temp. 100°C	mm ² /s	8,993	PN-EN ISO 3104
3	Temperatura mętnienia	°C	+6	PN ISO 3016
4	Temperatura płynięcia	°C	0	PN ISO 3016
5	Temperatura krzepnięcia; Temp. brak przepływu.	°C	-2	ASTM D 7346
6	Liczba kwasowa	mg KOH/g	0,05	
7	Liczba jodowa	g J/100g	88,4	PN-EN 14111:2004
8	Gęstość w temperaturze 15°C	g/cm ³	0,9160	PN-EN ISO 12185

T a b e l a 14.1 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w oleju rzepakowym uwodornionym (ozn. TŁUSZCZ 5)

	Jednostka	TŁUSZCZ 5
Składnik:		
<C12 niezid	%(m/m)	-
C12:0	%(m/m)	-
C12 niezid	%(m/m)	-
<C14 niezid	%(m/m)	-
C14:0	%(m/m)	0,1
C14 niezid	%(m/m)	-
C16:0	%(m/m)	5,7
C16:1	%(m/m)	0,3
C16 niezid	%(m/m)	0,2
C18:0	%(m/m)	2,4
C18:1	%(m/m)	77,7
C18:2	%(m/m)	4,4
C18 niezid	%(m/m)	5,3
C18:3	%(m/m)	0,3
C20:0	%(m/m)	0,6
C20:1	%(m/m)	1,4
C20 niezid	%(m/m)	0,6
C22:0	%(m/m)	0,3
C22 niezid	%(m/m)	0,1
C22:1	%(m/m)	0,3
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	0,2
Wyższe niezid	%(m/m)	-
SUMA	%(m/m)	100,0
Zawartość kwasu elaidynowego (trans-9) - w tym trans-11	%(m/m)	15,8

Próbkę oleju rzepakowego uwodornionego (ozn. TŁUSZCZ 5) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, mieszaniną rozpuszczalników metyloetyloketonu (MEK) i toluenu (TOL).

Krystalizację węglowodorów w laboratorium przeprowadzono metodą stopniowego oziębiania znajdującej się w krystalizatorze mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem. Krystalizator umieszczony był w łaźni chłodzącej, wyposażonej w programator cyklu chłodzenia, pozwalający na ustalenie końcowej temperatury krystalizacji oraz odpowiedniej szybkości schładzania w kolejnych etapach procesu. Do kriostatu podłączona była nuczka filtracyjna wyposażona w płaszcz, w którym krąży czynnik chłodzący.

Proces krystalizacji prowadzony był metodą rozcieńczeń, poprzez dodawanie do schładzanej mieszaniny surowca z rozpuszczalnikiem kolejnych porcji oziębionego rozpuszczalnika, w odpowiednich momentach cyklu schładzania.

W procesie krystalizacji stosowano ciągle mieszanie zawartości krystalizatora za pomocą mieszadła z końcówką kotwiczną, o szybkości mieszania dostosowanej do zwiększającej się lepkości mieszaniny.

Po osiągnięciu końcowej temperatury krystalizacji na nuczki próżniowej odfiltrowano wydzielony osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, zawierający zaokludowany rozpuszczalnik, od roztworu filtratu. Roztwór filtratu gromadził się w odbieralniku. Odfiltrowany osad przemywano porcją zimnego rozpuszczalnika. Zebrany z nuczki osad, a także roztwór filtratu poddano procesowi regeneracji rozpuszczalnika uzyskując produkt końcowy, którym jest filtrat – zmodyfikowany tłuszcz. Operację regeneracji rozpuszczalnika prowadzono metodą destylacji ze strippingiem azotem.

W tabeli 15 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu - zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego uwodornionego.

T a b e l a 15 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego uwodornionego (TŁUSZCZ 5)

Nr próby	PR 10
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik MEK-TOL, stosunek mas.	80:20
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-24
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca. (m/m)	4,4 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	2,0 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,5 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	0,7: 1
Rozcieńczenie IV, temp.-11°C, (m/m)	-
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,4:1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	89,1
Wydajność osadu, %(m/m)	7,7
Straty, %(m/m)	3,2
Czas sączenia, sekundy	24

Nr próby	PR 10
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	43,67
Temperatura mętnienia, °C	-6
Temperatura płynięcia, °C	-8
Temperatura krzepnięcia, °C	-10

T a b e l a 15.1 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w filtracie - zmodyfikowanym tłuszczu ozn.(68/ol)

Oznaczana cecha	Jednostka	Wynik badania
Kwas tłuszczowy	-	68/ol
C14:0	%(m/m)	0,1
C14 niezid	%(m/m)	0
C16:0	%(m/m)	3,8
C16:1	%(m/m)	0,4
C16 niezid	%(m/m)	0,1
C18:0	%(m/m)	1,3
C18:1	%(m/m)	80,3
C18:2	%(m/m)	4,4
C18 niezid	%(m/m)	5,7
C18:3	%(m/m)	0,4
C20:0	%(m/m)	0,4
C20:1	%(m/m)	1,5
C20 niezid	%(m/m)	0,9
C22:0	%(m/m)	0,2
C22:1	%(m/m)	0,3
C22 niezid	%(m/m)	0
C24:0	%(m/m)	0,1
C24:1	%(m/m)	0,1
Suma	%(m/m)	100

T a b e l a 15.2 Wyniki badań profili kwasów tłuszczowych w osadzie 68/g

Oznaczana cecha	Jednostka	Wynik badania
Kwas tłuszczowy	-	68/g
C14:0	%(m/m)	0,1
C14 niezid	%(m/m)	0

Oznaczana cecha	Jednostka	Wynik badania
C16:0	%(m/m)	9,7
C16:1	%(m/m)	0,3
C16 niezid	%(m/m)	0,2
C18:0	%(m/m)	5,2
C18:1	%(m/m)	71
C18:2	%(m/m)	3,5
C18 niezid	%(m/m)	4,4
C18:3	%(m/m)	0,2
C20:0	%(m/m)	1,2
C20:1	%(m/m)	1,3
C20 niezid	%(m/m)	1,4
C22:0	%(m/m)	0,6
C22:1	%(m/m)	0,4
C22 niezid	%(m/m)	0,1
C24:0	%(m/m)	0,2
C24:1	%(m/m)	0,2
Suma	%(m/m)	100

Przykład 11

Próbkę oleju rzepakowego uwodornionego (ozn. TŁUSZCZ 5) w ilości 300 g poddano procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, rozpuszczalnikiem 1,2-dichloropropanem (PDC) według zasad postępowania opisanych w przykładzie 9.

W tabeli 16 przedstawione zostały: parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z oleju rzepakowego uwodornionego.

Tabela 16 Parametry technologiczne, bilans masowy oraz właściwości uzyskanego filtratu – zmodyfikowanego tłuszczu z surowca, oleju rzepakowego uwodornionego (TŁUSZCZ 5)

Nr próby	PR 11
<i>Parametry technologiczne procesu rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Rozpuszczalnik PDC, stosunek mas.	-
Temperatura krystalizacji/filtracji, °C	-23
Całkowity stosunek rozpuszczalnika do surowca, (m/m)	4,6 : 1
Rozcieńczenie I, temp.60°C, (m/m)	2,0 : 1
Rozcieńczenie II, temp.20°C, (m/m)	1,6 : 1
Rozcieńczenie III, temp.4°C, (m/m)	0,7 : 1

Nr próby	PR 11
Rozcieńczenie IV, temp. -11°C, (m/m)	-
Mycie w temperaturze sączenia, (m/m)	0,5:1
<i>Bilans masowy procesów rozdzielania rozpuszczalnikowego</i>	
Wydajność filtratu, %(m/m)	87,4
Wydajność osadu, %(m/m)	7,3
Straty, %(m/m)	5,3
Czas sączenia, sekundy	182
<i>Właściwości filtratu</i>	
Lepkość kinematyczna w temp. 40°C, mm ² /s	43,52
Temperatura mętnienia, °C	-4
Temperatura płynięcia, °C	-6
Temperatura krzepnięcia, °C	-7

Powyższe przykłady dowiodły, że wynalazek nadaje się do przemysłowego stosowania.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania zmodyfikowanego tłuszczu, **znamienny tym**, że będący surowcem tłuszcz, to jest oleje roślinne, uwodornione oleje roślinne, tłuszcze zwierzęce, oleje posmażalnicy o temperaturze mętnienia równej lub wyższej niż -11°C, temperaturze płynięcia równej lub wyższej niż -18°C i temperaturze krzepnięcia równej lub wyższej niż -21°C poddaje się procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat, będący zmodyfikowanym tłuszczem i osad, którego głównym składnikiem są stałe glicerydy, obejmującym etap krystalizacji i etap filtracji, przy czym w etapie krystalizacji surowiec poddaje się pierwszemu rozcieńczeniu rozpuszczalnikiem zawierającym 10% – 90% (m/m) metyloetyloketonu i odpowiednio 90% – 10% (m/m) toluenu, uzyskując mieszaninę surowca rozpuszczalnika, którą następnie oziębia się z kontrolowaną prędkością, z równoczesnym doprowadzeniem oziębionego rozpuszczalnika w 1–6 porcjach – kolejne rozcieńczenia, przy szybkości schładzania w zakresie 0,2–6,0°C/min., aż do osiągnięcia temperatury od -15 do -30°C, przy czym stosunek sumarycznej ilości rozpuszczalnika do surowca zawiera się w przedziale od 1,4:1 do 7,0:1 (m/m), a jednostkowa wielkość rozcieńczeń wyrażona stosunkiem masowym rozpuszczalnika do surowca wynosi od 0,2:1 do 3,4:1 (m/m), po czym w zakresie temperatur od -15 do -30°C, odfiltruje się wydzielony osad, który przemywa się zimnym rozpuszczalnikiem o takim samym składzie jak rozpuszczalnik używany w etapie krystalizacji, stosowanym w ilości od 0,1:1 do 2:1 (m/m) wyrażonej stosunkiem masowym rozpuszczalnika do surowca, a następnie z roztworu filtratu oddestylowuje się rozpuszczalnik uzyskując produkt końcowy, filtrat – zmodyfikowany tłuszcz o obniżonych: temperaturze mętnienia o 4–32°C, temperaturze płynięcia o 3–31°C i temperaturze krzepnięcia o 3–29°C, w stosunku do wartości tych temperatur przed poddaniem surowca procesowi rozdzielania rozpuszczalnikowego na filtrat i osad.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do surowca wprowadza się dodatkowo modyfikator krystalizacji, zawierający jako substancję aktywną polimetakrylany alkilu, w ilości od 50 do 5000 ppm (mg/kg), korzystnie 800–1200 ppm.

3. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że rozpuszczalnik stosowany w etapie krystalizacji i w etapie filtracji zawiera 45% – 55% (m/m) metyloetyloketonu i odpowiednio 55% – 45% (m/m) toluenu.
4. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że mieszaninę w etapie krystalizacji schładza się z szybkością 0,4–1,4°C/min. do wartości temperatury od -23 do -28°C.
5. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że stosunek sumarycznej ilości rozpuszczalnika do wsadu zawiera się w przedziale od 2,2:1 do 4,0:1 (m/m).
6. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że liczba rozcieńczeń w etapie krystalizacji wynosi od 2 do 3.
7. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że wydzielony osad odfiltrowuje się w zakresie temperatur od -23 do -28°C i przemywa się zimnym rozpuszczalnikiem stosowanym w ilości od 0,3:1 do 1:1,0 (m/m).
8. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że w etapie krystalizacji temperatura rozpuszczalnika w punkcie dostrzyku do mieszaniny jest równa lub różni się maksymalnie o $\pm 3^{\circ}\text{C}$ od temperatury oziębianej mieszaniny.
9. Sposób według zastrz. 1 albo 2, **znamienny tym**, że w etapie krystalizacji pierwszą porcję rozpuszczalnika do surowca wprowadza się w temperaturze, w której surowiec jest jednorodną fazą ciekłą nie zawierającą kryształów, korzystnie z przedziału 45–60°C.