

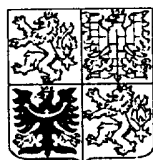
PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

285 119

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: **1998-93**

(22) Přihlášeno: **24. 09. 93**

(30) Právo přednosti:
25. 09. 92 FR 92/9211572

(40) Zveřejněno: **13. 07. 94**
(Věstník č. 7/94)

(47) Uděleno: **22. 03. 99**

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: **12. 05. 99**
(Věstník č. 5/99)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl.⁶:
C 11 C 3/04
C 11 B 13/02

(73) Majitel patentu:
INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE, Rueil
Malmaison, FR;

(72) Původce vynálezu:
Stern Robert ing., Paris, FR;
Hillion Gérard ing., Herblay, FR;
Rouxel Jean-Jacques ing., Vigny, FR;

(74) Zástupce:
Hořejš Milan JUDr. ing. advokát, Národní
32, Praha 1, 11000;

(54) Název vynálezu:
**Způsob výroby esterů z tuků přírodního
původu**

(57) Anotace:
Způsob výroby esterů z tuků přírodního původu, zejména z rostlinných nebo živočišných olejů, a alkoholů o nízké molekulové hmotnosti, recyklací mýdel a olejnatých sloučenin z alkalických fází. Tyto látky se po okyselení a odloučení uvedou do reakce s frakcí současně vzniklé glycerinové fáze za přítomnosti alkalického katalyzátoru. Tak se dosáhne vyššího kvantitativního výtěžku při přípravě alespoň jednoho triglyceridu, diglyceridu nebo monoglyceridu.

CZ 285 119 B6

Způsob výroby esterů z tuků přírodního původu

Oblast techniky

5

Předmětem vynálezu je způsob transesterifikace rostlinných nebo živočišných olejů. Jde tedy zejména o využití různých olejnatých fází, jež se obvykle nevyužívají nebo mají nepatrnou hodnotu, tj. fází, které lze po transformaci ještě recyklovat a přidat k oleji, jenž slouží jako surovina pro výrobu esterů.

10

Zařízení recyklace do obvyklých způsobů výroby umožňuje dosáhnout vyššího kvantitativního výtěžku zpracovávaného oleje, pokud jde o methyl-, ethyl-, propyl- a butylestery, kterých se užívá jako bází pro mazadla, ale také pro substituční mazadla, jako je např. gazol a pod. Je překvapující, že zařízení recyklovaných fází nejen nesnižuje kvalitu vyráběných esterů, ale vede k přípravě produktů o vyšší čistotě při prakticky kvantitativním výtěžku.

15

Dosavadní stav techniky

20

Výroba esterů z tuků je teoreticky a prakticky zpracována a uskutečňuje se tak, že se uvede do reakce neutrální olej a suchý alkohol o nízké molekulární hmotnosti. Molární výtěžek esteru se pohybuje od 97 do 98 %.

Problém je daleko obtížnější, když je surovinou kyselý olej a/nebo hydratovaný alkohol.

25

Aktuální stav techniky skýtá mnohá řešení; žádné z nich se však nezdá být ekonomicky a technicky uspokojivé, jestliže vezmeme v úvahu dosažené výsledky.

30

Základní potíže se vyskytují u kyselých olejů. Bylo navrženo neutralizovat kyselost a po dekantaci a centrifugaci uvést neutralizovaný olej do reakce se suchým alkoholem za přítomnosti alkalických katalyzátorů.

35

Jde o obvyklé technické řešení, která se nyní uplatňuje v olejářském průmyslu. Samozřejmě se zde nevyužívají mastné kyseliny, ale také olejnatá frakce z vodné fáze, přičemž tato frakce může být hmotnostně stejná jako frakce kyselin. Tato ztráta může být u určitých olejů, např. palmového nebo z kopry, dost vysoká, jelikož kyseliny tvoří téměř 10 % hmotn.

40

Další způsob zpracování kyselého oleje spočívá v úpravě oleje do stavu, kde je možno jej snadno transformovat v ester a tak snížit kyselost pomocí rafinace, která je ve srovnání s neutralizací méně nákladná, pokud jde o potřebné produkty, ale zase daleko více náročná na energii a investice. Rovněž při tomto způsobu se ztrácí váhové množství kyselin, obsažených v oleji.

45

U velmi kyselých olejů je možno uvažovat o esterifikaci těchto olejů pomocí alkoholu o nízké molekulární hmotnosti za přítomnosti kyselého katalyzátoru. Katalyzátorem je buď rozpustná kyselina nebo ionex. Pro dosažení oleje o nízké kyselosti však je také nutno odloučit kondenzační vodu, která vzniká v důsledku působení alkoholu na mastnou kyselinu. Za účelem odloučení vody se užívá externího sušiče, který je třeba regenerovat, tedy systému odloučení vody samotným alkoholem. To vede k hydrataci alkoholu, který není možné znovu užívat, jelikož stopy vody katalyzují zmýdelnění esterů, jestliže v následující etapě dochází k transesterifikaci olejů zásaditým katalyzátorem. Jestliže použijeme tento alkohol v etapě transesterifikace, pak ztratíme nezanedbatelná množství již vytvořených mýdel.

50

V dalším případě, který se dosti často vyskytuje v tropických zemích, se používá při transesterifikaci hydratovaného alkoholu, jako je tomu např. v případě ethylalkoholu o 96 % obj.

Rovněž se vyskytl návrh, spočívající v tom, že se využije kyselých katalyzátorů ve dvou variantách.

Podle první varianty, která je zejména popsána v dokumentu USA 4 652 406, se olej jednoduše uvede do neutrálního stavu esterifikací volných kyselin; ale tato esterifikace je o to nesnadnější, čím více vody obsažené v alkoholu je přítomno. Alkohol a voda si vzájemně konkurují a tedy nemůžeme dostatečně redukovat kyselost jinak, než že užijeme externí sušič nebo další rozpouštědlo.

Při aplikaci tohoto systému se redukuje ztráty, způsobené kyselostí výchozí suroviny, je však ještě třeba navíc redukovat ty ztráty, ke kterým dochází, když se provádí transesterifikace oleje za pomoci zásaditého katalyzátoru. Jelikož se obvykle musí konvertovat řádově 90 % hmotn. oleje, jde prakticky o případ neutrálního oleje, který se má transesterifikovat hydratovaným alkoholem. Ztráty mýdelnatých látek jsou v tomto případě značné.

Podle druhé varianty, která je zejména popsána v dokumentu USA 4 695 411 a která spočívá v kyselé katalýze za velice tvrdých podmínek, se 80 % oleje konvertuje na estery. Vzniklý a dekantovaný glycerin odnímá většinu vody. Esterová fáze, která je konvertována nedokonale, obsahuje vodu, alkohol a podstatné množství mastných kyselin. Za účelem snížení kyselosti můžeme esterifikovat vysoušením alkoholu. Nakonec dojde k úplné konverzi za přítomnosti zásaditého katalyzátoru a hydratovaného nebo nehydratovaného alkoholu. Rozdíl oproti předchozímu postupu, ve kterém se esterifikují pouze mastné kyseliny, spočívá v tom, že zde se konvertuje jen 10 až 15 % hmotn. oleje na estery. Avšak ztráty mýdelnatých látek mohou být rovněž značné, např. 5 až 8 % hmotn. v případě, kdy se užívá hydratovaný alkohol.

V prvním popsaném případě bychom mohli mastné kyseliny, přítomné v esterové fázi, neutralizovat namísto esterifikace a poté je dekantovat, což by vyloučilo nutné použití externího sušiče. Zde ovšem ztrácíme rovněž nezanedbatelnou frakci mýdel a esterů.

Nakonec můžeme uvést poslední případ, kdy se používá pro kyselý olej nebo olej bez kyselin hydratovaný alkohol a zásaditý katalyzátor. Ztráty jsou značné, protože zásaditý katalyzátor olej rychle zmýdelňuje. Mýdla nejsou ve skutečnosti katalyzátory při obvyklých teplotách.

Tak např. za použití ethylalkoholu o 95 % obj. u řepkového suchého oleje a 1,5 % hmotn. sodného louhu ve vztahu k oleji, je výtěžek esterů 83 % hmotn., zatímco teoreticky by beze ztrát měl být 105 % hmotn. a 94 % hmotn. vzhledem ke stechiometrii louhu, jestliže připustíme, že všechny louhy se přemění na mýdlo.

Žádný z uvedených postupů, ani postupy, které užívají suchý alkohol a neutralizovaný olej, se nejeví uspokojivým, jelikož vždy se vyskytují ztráty mezi 2 až 3 % hmotn.

Všechny ostatní postupy vykazují ještě vyšší ztráty, jestliže vezmeme v úvahu teoretický výtěžek esterů, a někdy jde i o ztráty, pohybující se okolo 30 % hmotn. vzhledem k oleji.

Je tedy opravdu s podivem, že jsme mohli dosáhnout ve všech případech kvantitativních výtěžků esterů v případě, že dojde k transformaci oleje na estery a nebylo přitom zapotřebí aplikovat komplikovanou technologii.

50 Podstata vynálezu

Vynález předpokládá, že se k etapám obvyklým při výrobě esterů z tuků, a to z oleje a alkoholu o nízké molekulární hmotnosti, zařadí ještě etapa recyklace všech tuků, unášených glycerinovou a esteronovou fází, promývacími vodami a neutralizačními prostředky. Recyklace je možná díky

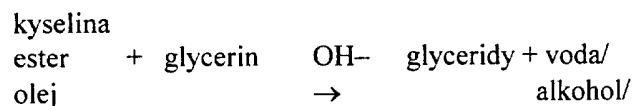
transformaci těchto tukových látek na glyceridy, tedy monoglyceridy, diglyceridy a s výhodou triglyceridy, což umožňuje navrátit tyto látky k výchozímu oleji a tak je uvést do oběhu.

Tato transformace je jednoduchá a nevyžaduje žádné další činidlo.

5

Uvedeme do reakce mastné kyseliny a estery a/nebo mastné kyseliny a olej po okyselení mýdel s částí nebo veškerým glycerinem za takových podmínek, že kyselost zmizí a vytvoří se směs glyceridů.

10 Reakci lze schematicky vyjádřit touto rovnicí:



15

Fáze mastných kyselin a tuků se separuje po okyselení buď neutralizačními prostředky nebo zásaditým glycerinem, který se vytváří ve všech postupech, využívajících zásaditého katalyzátoru, nebo okyselením mýdel, která se vytvořila při neutralizaci frakce ester + mastné kyseliny po kyselé katalýze a nebo nakonec z tuků, obsažených v promývacích vodách esterů.

20

Vzhledem k dalším recyklačním postupům, při nichž by se mohlo využívat kyselého katalyzátoru, je popisovaný postup výhodnější, a to ze dvou důvodů.

V případě použití kyselého katalyzátoru nesmějí maximální teploty přesáhnout 120 °C, jelikož by se jinak riskoval vznik polyglycerolů a také dimerizace mastných kyselin. Navíc frakce mastných kyselin, která vznikla po okyselení mýdel, musí být velice pečlivě promyta tak, aby bylo možno vyloučit co nejnepatrnější alkalické stopy. Za tímto účelem se tedy použije kyselý katalyzátor, který je pak nutno odstranit, a rovněž nádoby, jichž se používá, musejí být odolné proti korozi systému, jenž pracuje za teploty 120 až 130 °C. Reakce probíhá tedy pomalu a velice snadno se blokuje před svým dokončením.

30

Systém, ve kterém se uvede do reakce mastná kyselina a/nebo olej nebo ester s glycerinem za přítomnosti alkalického katalyzátoru, má nespornou výhodu oproti postupům s kyselou katalýzou, jelikož se bez problémů může glycerin zahřívat za přítomnosti alkálií za podmínky, že teplota nepřesáhne 230 °C. Ve skutečnosti probíhá reakce mezi 165 °C a 230 °C, tedy při teplotách, kdy jakékoli mýdlo nebo sůl slabé kyseliny a kationty alkálií nebo kationty kovů alkalických zemin jsou kondenzačními katalyzátory glycerinu a mastné kyseliny nebo glycerinu s esterem.

35

Voda a alkohol, které se při reakci vytvářejí nebo jsou přítomny již na jejím počátku, mohou být snadno odloučeny za předpokladu, že je k dispozici destilační kolona s minimálním počtem stupňů a kondenzátorem.

40

Případy, kdy je možno využít recyklace mýdel podle vynálezu, je celá řada. Při postupech se zásaditou katalýzou nebo kyselou katalýzou je možno uvést průměrné výtěžky esterů takto:

45

suchý alkohol + neutrální olej:	výtěžek 2 až 3 % hmotn.
suchý alkohol + kyselý olej:	výtěžek 5 až 8 % hmotn.
hydratovaný alkohol + neutrální olej:	výtěžek 10 až 30 % hmotn.
hydratovaný alkohol + kyselý olej:	výtěžek může být 5 až 10 % hmotn.
(kyselý + zásaditý katalyzátor)	

50

V každém případě je celková výtěžnost esterů po zavedení recyklace kvantitativně vyšší. Charakteristiky připravených esterů jsou stejné jako nejlepší charakteristiky, kterých lze dosáhnout za nižší výtěžnosti, když se nevyužije recyklace podle vynálezu.

- 5 Lze tedy shrnout, že uskutečnění způsobu spočívá v realizaci obvyklé transesterifikace podle známého postupu. Veškeré glycerinové fáze, vodné fáze nebo neutralizační prostředky se shromáždí a okyslí. Oddělí se mastné kyseliny a neutrální tuky od glycerinu nebo vody a uvedou se do reakce s částí glycerinu.
- 10 Katalyzátorem této reakce je na jedné straně nezneutralizovaný, tedy zásaditý glycerin nebo promývací vody esterů v případě, že jsou alkalické, tedy ze zásad nebo zásaditých solí, jako je alkalický uhličitán, které se do směsi zavedou. Důležité je, že je třeba si dobře ověřit, že jde o zásadité prostředí. Při určité teplotě a po určité době, následující po zavedení činidel, se vytvoří glycerid, jehož kyselost je slabá a který lze bez promytí nebo filtrace přidat k oleji,
- 15 uživanému jako výchozí surovina.

I když jsou všechny tyto etapy známy, není podle dosavadního stavu techniky znám systém recyklace alkalických fází postupu transesterifikace tak, že se využijí jako katalyzátory mýdla nebo alkalická zásada, přičemž katalyzátory umožňují kondenzovat glycerin s kyselinou od

20 teploty 170 °C bez problému.

Důležitým význakem této syntézy glyceridů je také skutečnost, že objem recyklace je slabý vzhledem k množství oleje, používaného jako výchozí surovina. V příznivém případě neutrálního oleje a suchého alkoholu můžeme dosáhnout kvantitativní výtěžnosti při recyklaci 20 až

25 30 dávek mýdel v reaktoru, jehož objem bude ekvivalentní objemu při základní transformaci. Může se tedy využít reaktor asi 25 krát menší pro recyklaci mýdel, než je reaktor pro hlavní operaci, jestliže se recyklace provádí po ukončení každé operace.

Přesné podmínky pro uskutečnění této transformace nebo konverze mastných kyselin nebo esterů v glyceridy jsou tyto:

30

- molární poměr glycerin/mastná kyselina + estery musí být s výhodou 1/3. Vyšší poměry, např. 1/2 : 1, jsou samozřejmě možné, ale nejsou nutné;
- při poměru 1/3 obdržíme v zásadě triglycerid, při jiných poměrech směs glyceridů;
- 35 - na začátku je katalyzátorem frakce mýdel nebo zásad, přítomných v glycerinu, ať jde o hydroxid sodný nebo draselný, nebo alkoholát, nebo sůl slabé kyseliny nebo silné zásady. (Můžeme si jako katalyzátor přestavit směs alkalických kovů a kovů alkalických zemin, která je zásaditá. Jako příklad lze uvést vápno, baryt, magnezit nebo všechny další, již uvedené alkalické sloučeniny.)
- 40 - koncentrace katalyzátorů, vypočítaných v % louhu v poměru k celku mastných kyselin + esterů, je 0,1 až 1,0 % hmotn., s výhodou 0,2 až 0,4 % hmotn.

Určitý obsah vody nebo alkoholu v činidlech není na závadu za podmínky, že se před kondenzací odpaří.

45

Používá se s výhodou glycerin, připravený přímo hlavní reakcí transesterifikace v zásaditém prostředí a poté dekantovaný, který tedy mýdla obsahuje. Tento glycerin se často používá jen z části a většina se okyslí, takže se oddělí mastné kyseliny.

50 Je rovněž možno okyselit celou glycerinovou fází i vodnou fází z promývání esterů a připojit alkalickou sloučeninu poté, když se mastné kyseliny a část tohoto glycerinu, jenž obsahuje minerální soli nebo organické soli, smíchaly.

Kyseliny, používané při neutralizaci glycerinu, nebo jiné neutralizační prostředky nebo obojí jsou obvyklé minerální kyseliny, jako je kyselina chlorovodíková, sírová, fosforečná, nebo organické kyseliny, jako kyselina octová, citronová nebo mléčná.

- 5 Jelikož při kondenzaci dochází k vytvoření vody a alkoholu, je třeba počítat obvykle s jejich kondenzací.

Reakci lze provádět ve filmové odparce, což představuje ideální systém pro odloučení alkoholu nebo vody.

10

Minimální teplota je 165 °C. Reakce může snadno probíhat mezi 165 až 230 °C. Obvykle postačí pracovat při teplotě 200 °C.

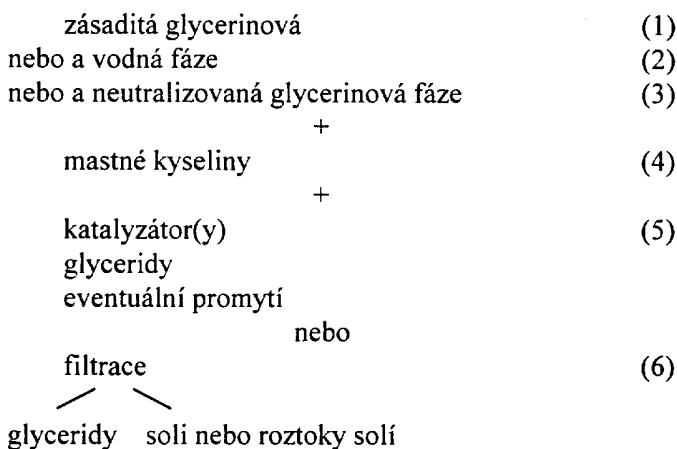
- 15 Cílem je dosáhnout kyselosti směsi řádu 2 až 5 % hmotn. ve vztahu na kyselinu olejovou. Tato kyselost je velmi slabá, jestliže zvážíme, že se do oleje přidává 2 až 20 % hmotn. glyceridu.

Zvláště je důležité eliminovat veškerou kyselost ve směsi mastných kyselin a glycerinu před zahřátím, jinak se riskuje rozklad glycerinu na akrolein.

- 20 Někdy je možno přidat glycerid nikoli k neutrálnímu oleji, ale k surovému oleji, což umožní zčásti odbarvit glycerid, jestliže se použije odbarvovací hlinky. Surový olej se často podrobuje odsazení a filtraci přes hlinku.

Neintegrované schéma je možno takto znázornit:

25



- 40 (1) Zásaditý glycerin, připravený postupy transesterifikace olejů, použitelný částečně jako pramen katalyzátoru a glycerinu.
- (2) Vodná fáze po neutralizaci, promytí esterů nebo neutralizaci esterů.
- (3) Neutralizovaná fáze glycerinu.
- (4) Mastné kyseliny, pocházející z již uvedených fází po neutralizaci.
- 45 (5) Alkalické katalyzátory nebo katalyzátory kovů alkalických zemin, které se přidávají nebo jsou přítomny v užívaných fázích.

Doporučuje se nepromývat, ale filtrovat solí typu síranu, chloridu nebo acetátu.

- 50 Kondenzaci lze provádět v kontinuálním systému, např. ve filmové odparce.

Příklady provedení vynálezu

Dále uváděné příklady ilustrují vynález, nikterak však neomezuji jeho rozsah. Příklad 5 je uveden pro srovnání.

5

Příklad 1

1000 g oleje z kopry o 0,2 % hmotn. kyseliny olejové, 250 g suchého metanolu a louh (4 g rozpuštěné v alkoholu) se uvedou do reakce. Po jedné hodině vzniknou dvě fáze. Glycerinová fáze a esterová fáze se separují. Po pročištění esterové fáze obdržíme 970 g suchého esteru, jehož čistota je 98 % hmotn.

95 % glycerinové fáze se smíchá s vodnou fází z promývání esterů a neutralizuje se kyselinou sírovou. Odfiltruje se síran sodný a odpaří se alkohol. Separují se mastné kyseliny, které rovněž obsahují ester a tato fáze se uvede do reakce s glycerinovou fází, která nebyla neutralizována. Po kondenzaci vody a alkoholu dostaneme za 2 hodiny při 200 °C výtěžek o váze 32 g glyceridu, který přidáme k další zpracovávané dávce. Kyselost glyceridu je 3,2 % hmotn.

Charakteristiky esteru, připraveného působením methanolu na směs „výchozí olej + glycerid“, jsou tyto:

objemové množství	880 ml
bod vzplanutí	185 °C
neutralizační index	0,5 mg KOH/g
bod tečení	- 12 °C
limitní teplota pro možnost filtrace	- 18 °C
obsah methylesteru	98 %
celkový glycerin (volný i vázaný)	0,3 %

30

Příklad 2

Stejný postup se opakuje s koprovým olejem, obsahujícím 1,2 % hmotn. kyseliny olejové, ale množství katalyzátoru je 5 g. Po jedné a půl hodině vzniknou dvě fáze. Vyčištěný ester váží 961 g. Glycerinová fáze se neutralizuje kyselinou chlorovodíkovou po přidání vodných fází z promývání esteru. 5 % hmotn. glycerinové fáze se uvede do reakce s izolovanou mastnou kyselinou a 0,1 g přidaného louhu. Po 3 hodinách při 200 °C je kyselost 5,8 % hmotn. Glycerid váží 43 g. Tato kyselost přispívá malým podílem k celkové kyselosti, protože přidává pouze 0,2 % hmotn. Konečný výtěžek je 99,9 % hmotn. esterů ve vztahu k oleji.

40

Příklad 3

Smícháme 400 g málo kyselého oleje s kopry
100 g směsi glyceridů o kyselosti 2,9 %
125 g suchého methylalkoholu
2,7 g louhu, rozpuštěného v alkoholu.

Po vyčištění esteru obdržíme 485 g esteru, jehož čistota je 97,5 % hmotn. a obsahuje 0,45 % hmotn. monoglyceridu, přičemž zbytek je směs esterů sterolu a diglyceridů.

50

Takto se vrátilo do oběhu množství, odpovídající 10 dávkám.

Příklad 4

Reakce se provádí jako v příkladu 1, ale s methanolem o 1 % hmotn. vody. Po recyklaci kyselých fází je výtěžek esterů po přidání glyceridů 99,8 % hmotn. Skutečný výtěžek první reakce transesterifikace bez recyklace byl pouze 95 % hmotn. esteru.

Příklad 5 (pro srovnání)

15 g glycerinu, 100 g mastný kyseliny, 0,5 g kyseliny sírové se zahřeje na 110 °C. Po třech hodinách je kyselost ještě 35 % hmotn. a reakce se zdá být blokována.

Příklad 6

Z neutrálního slunečnicového oleje a ethylalkoholu 95 % hmotn. dostaneme 83,8 % hmotn. esteru, a to z 1000 g oleje ze zásadité katalýzy. Po rekuperaci kyselé fáze a reakci s neutralizovaným glycerinem a ne-neutralizovaným glycerinem, který slouží jako katalyzátor, dostaneme při 200 °C 185 g glyceridu, jehož kyselost je 2,37 % hmotn. po 3 hod. při 200 °C.

Celková získaná hmotnost: 838 g + 185 g = 1023 g. Teoreticky bylo možno získat 1050 g esteru.

Díky této recyklaci je možno připravit estery s alkoholem, obsahujícím vodu, za dosti obtížných podmínek.

Příklad 7

1000 g palmového oleje o kyselosti 7 % hmotn. 300 g methanolu a 1,2 % hmotn. louhu, rozpuštěného v alkoholu, smícháme. Esterová fáze obsahuje po usušení 860 g methylesterů. Uvedeme do reakce mastné kyseliny z glycerinové fáze po okyselení kyselinou chlorovodíkovou s 20 % hmotn. odpařeného neutralizovaného glycerinu a 0,5 g louhu. Dostaneme více než 130 g glyceridu.

Příklad 8

Uvedeme do reakce mastné kyseliny, pocházející z neutralizačních prostředků, avšak neobsahující fosfolipidy, a mastné kyseliny, pocházející ze zásaditého glycerinu v důsledku transesterifikace, a neutralizovaný glycerin z této transesterifikace.

Přidáme 0,2 % hmotn. hydroxidu draselného a zahřejeme na 200 °C. Obdržíme málo kyselý glycerid, který lze přidat k neutralizovanému oleji z kopry. Tak se využijí nejen ztráty, vzniklé v důsledku transesterifikace, ale také ztráty, způsobené neutralizačními prostředky.

Je třeba dbát, aby nedošlo k příliš velké koncentraci fosforu v přídavných prostředcích, který by se pak mohl objevit v esterech.

PATENTOVÉ NÁROKY

5

1. Způsob výroby esterů z tuků přírodního původu, zejména z rostlinných nebo živočišných olejů, a alkoholů o nízké molekulové hmotnosti, **v y z n a ě n ý t í m**, že se k přípravě alespoň jednoho triglyceridu, alespoň jednoho diglyceridu nebo alespoň jednoho monoglyceridu recyklují mýdla a olejnaté sloučeniny z alkalických fází, jež se po okyselení a odloučení uvedou do reakce s frakcí současně vzniklé glycerinové fáze za přítomnosti alkalického katalyzátoru.

10

2. Způsob podle nároku 1, **v y z n a ě n ý t í m**, že molární poměr glycerinu/mastné kyseliny + esteru je minimálně 1/3.

15

3. Způsob podle jednoho z nároků 1 a 2, **v y z n a ě n ý t í m**, že reakční teplota se pohybuje od 165 °C do 230 °C.

4. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 3, **v y z n a ě n ý t í m**, že katalyzátorem je frakce zásaditého glycerinu.

20

5. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 4, **v y z n a ě n ý t í m**, že se recyklují mýdla, přítomná v glycerinu, neutralizačních prostředcích, nebo mýdla, přítomná ve vodné fázi z promývání esterů, nebo mýdla, vytvořená v neutralizovaných kyselých esterech.

25

6. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 4, **v y z n a ě n ý t í m**, že vytvořený glycerid se přidá k výchozímu oleji.

7. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 6, **v y z n a ě n ý t í m**, že glycerid se přidá k oleji před odsazením.

30

8. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 7, **v y z n a ě n ý t í m**, že se glycerid před přidáním k výchozí surovině promyje nebo profiltruje.

35

9. Způsob podle jednoho z nároků 1 až 8, **v y z n a ě n ý t í m**, že se recyklací alkoholů o nízké molekulové hmotnosti, jako je methanol, ethanol, propanol nebo butanol, získají methyl-, ethyl-, propyl- nebo butylestery o vyšší čistotě při prakticky kvantitativním výtěžku.

40

Konec dokumentu
