



УКРАЇНА

(19) UA (11) 88969 (13) C2

(51) МПК (2009)

C07C 67/03 (2008.01)

C07C 69/52 (2008.01)

B01J 23/02

C11C 3/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИРОБНИЦТВА СКЛАДНИХ ЕФІРІВ КАРБОНОВИХ КИСЛОТ

1

(21) а200802439

(22) 24.07.2006

(24) 10.12.2009

(86) РСТ/АТ2006/000311, 24.07.2006

(31) А 1245/2005

(32) 25.07.2005

(33) АТ

(46) 10.12.2009, Бюл.№ 23, 2009 р.

(72) КОНКАР МІХАЕЛЬ, АТ, ГЛАСЛ ВОЛЬФГАНГ, АТ, МІТТЕЛЬБАХ МАРТИН, АТ, ЗІБЕНХОФФЕР МАТТЕУС, АТ, ЕЙТЛЕР ЕРІК, АТ, ХАММЕР ВІЛЬГЕЛЬМ, АТ, ГЬОССЛЕР ХЕЛЬМУТ, АТ

(73) БДІ БІОДІЗЕЛЬ ІНТЕРНАЦІОНАЛ АГ, АТ, КОНКАР МІХАЕЛЬ, АТ

(56) DE 19942541 A1, 08.03.2001

DE 2824782 A1, 07.12.1978

(57) 1. Спосіб виробництва складних ефірів карбонових кислот шляхом етерифікації карбонових кислот і/або переетерифікації складних ефірів карбонових кислот метанолом або етанолом в присутності рідкого металевого каталізатора, який відрізняється тим, що рідкий металевий каталіза-

2

тор є сіллю лужноземельного металу і карбонової кислоти, і тим, що по закінченні етерифікації або переетерифікації металевий каталізатор використовують для подальшої етерифікації або переетерифікації.

2. Спосіб за п. 1, який відрізняється тим, що лужноземельний метал є магнієм.

3. Спосіб за будь-яким з пп. 1 або 2, який відрізняється тим, що карбонова кислота є аліфатичною карбоновою кислотою.

4. Спосіб за п. 3, який відрізняється тим, що аліфатична карбонова кислота містить від 10 до 24 атомів вуглецю.

5. Спосіб за будь-яким з пп. 1-4, який відрізняється тим, що як етерифікований або перетерифікований ефір карбонової кислоти, відповідно, застосовують тригліцериди.

6. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, який відрізняється тим, що як тригліцериди застосовують олії і жири рослинного або тваринного походження, зокрема, харчові олії та відходи жирів, які були в користуванні.

Винахід стосується способів виробництва складних ефірів карбонових кислот шляхом етерифікації карбонових кислот або переетерифікації складних ефірів карбонових кислот спиртами в присутності рідкого металевого каталізатора.

Під переетерифікацією потрібно розуміти алкоголіз тригліцеридів, тобто взаємодію з нижчими спиртами, зокрема, метанолом і етанолом, причому як проміжні продукти утворюються ди- і моногліцериди складних моноефірів жирних кислот, а також гліцерин.

Під терміном "тригліцериди" розуміють складні ефіри вищих, насичених і/або ненасичених жирних кислот і гліцерину. Такі складні ефіри є, наприклад, основними компонентами олій і жирів рослинного або тваринного походження. Багато рослинних олій, а також відпрацьовані утильні і

відпрацьовані харчові масла містять вільні жирні кислоти в більшому чи меншому об'ємі. Так, ці жири є сумішшю тригліцеридів, вільних жирних кислот і інших компонентів, причому основним компонентом цієї суміші, як правило, є тригліцериди.

Складні ефіри жирних кислот, зокрема, метиловий ефір, є важливими проміжними продуктами в хімії масел. Тільки в Європі щорічно виробляється 200000 тон метилового ефіру з рослинних масел як сировини, перед усім для поверхнево-активних речовин. Поряд з цим, метиловий ефір жирних кислот набуває все більше значення як паливо для дизельних двигунів.

Як каталізатори переетерифікації можуть застосовуватись основні каталізатори (лужні гідроксиди, алкоголяти, оксиди, карбонати, аніонооб-

(13) C2

(11) 88969

(19) UA

мінні смоли), кислотні каталізатори(неорганічні кислоти, п-толуолсульфонова кислота, трифторид бора, катіонобмінні смоли) і ферменти (ліпази). В теперішній час в реакційній суміші переважно застосовуються розчинні каталізатори. Вони утворюють однорідну суміш і забезпечують високі швидкості перетворення і м'які реакційні умови. Найбільш часто каталізаторами, що застосовуються, є гідроксид натрію і калію, а також метилат натрію, спиртовий розчин якого змішують з рослинною олією. Подібний спосіб відомий з документу AT-B 386 222.

Кислотний каталіз потребує підвищених температур і тиску реакції і проведення реакції. Кислотна переетерифікація відома з документу FR-A-85 02340.

Переетерифікація з допомогою основного каталізу проводиться, як правило, без застосування розчинника. Реакція починається в двофазній системі з тригліцериду і спирту, однак по мірі продовження реакції і утворення складного ефіру утворюється гомогенна фаза, яка з-за утворення і осаду гліцерину знову стає двофазною, причому легка фаза є неочищеним алкіловим ефіром жирної кислоти, а важка фаза є фазою, збагаченою гліцерином.

Із EP-A1 477 551 відомі гетерогенні каталітичні системи, які складаються з солей перехідних металів, зокрема, марганцю. Крім того, описана каталітична система з гідроксиду натрію/калію і натрієвого/калієвого мила.

В документі DE-A 19949718 описана переетерифікація в присутності мила перехідних металів. Також, в документі EP-A1 308 498 описуються реакції етерифікації і переетерифікації в присутності лужного мила. Як можливі каталізатори називається також цинкове мило.

Із US-A 6,818,026 відомий спосіб, при якому працюють в надкритичному стані в присутності твердих каталізаторів. Як каталізатор називають, серед інших, також оксид магнію. Однак ступінь переетерифікації, що проводиться, складає 91%.

В документі US-A 6,147,196 описаний трьох стадійний процес переетерифікації, причому дві стадії відносяться до переетерифікації, що каталізується гетерогенним каталізатором, а одна стадія до відгонки складного ефіру і відділенню кубового продукту і поверненню кубового продукту на першу стадію. Як каталізатор застосовують алюмінат цинку, однак цей каталізатор не доходить до перегонки і не повертається з кубовим продуктом.

В документі US-A 6,187,939, навпаки, описується спосіб без каталізатора в надкритичній області.

В документі DE-A 19942541 описується етерифікація і переетерифікація карбонових кислот і складних ефірів карбонових кислот в присутності з'єднань важких металів як каталізатора.

Способи рівня техніки мають, зокрема, той недолік, що реакція протікає з втратами, так як, крім іншого, в реакційній суміші ще є вільні жирні кислоти. Це привело до запропонованого винаходу, метою якого є усунути цей недолік.

Спосіб, згідно з винаходом, виробництва складних ефірів карбонових кислот шляхом етерифіка-

ції карбонових кислот або переетерифікації складних ефірів карбонових кислот спиртами в присутності рідкого металевого каталізатора відрізняється тим, що рідкий металевий каталізатор є сіллю лужноземельного металу карбонової кислоти.

Лужноземельний метал переважно є магнієм, а карбонова кислота, зокрема, з 10-24 атомами вуглецю в молекулі.

Як спирт переважно застосовують аліфатичний одноатомний спирт, зокрема, метанол або етанол.

Як складні ефіри карбонових кислот, що етерифікуються або переетерифікуються, застосовуються, зокрема, тригліцериди, які переважно є жирами і оліями рослинного або тваринного походження, зокрема, спрацьованими харчовими маслами і утильними жирами.

В способі, згідно з винаходом, карбонові кислоти і складні ефіри карбонових кислот, наприклад жири і/або олії рослинного і/або тваринного походження, етерифікуються і/або переетерифікуються спиртами, наприклад, з групи одноатомних C1-C4 спиртів, з одержанням алкілових ефірів карбонових кислот.

Каталізатори можуть бути утворені перед реакцією етерифікації або переетерифікації шляхом взаємодії неорганічних металевих з'єднань, наприклад, оксидів металів і/або гідрооксидів металів з карбоновими кислотами, наприклад, жирними кислотами.

Реакція проходить переважно при підвищеній температурі. Зокрема, при температурах вище 150°C, переважно вище 200°C. Тиск при реакції відповідає тиску парів суміші при вказаній температурі і при необхідності може також установлюватися вище цього тиску парів, наприклад, до 20 бар вище.

В способі, згідно з винаходом, ступені перетворення етерифікації і переетерифікації досягають більше 90%. Після реакційної стадії реакційну суміш розділяють, причому одержують наступні продукти: спирти, що не прореагували, карбонові кислоти і складні ефіри карбонових кислот, а також воду з похідних продуктів, спирти, що утворені в реакції, складні ефіри карбонових кислот і воду, а також каталізатор.

Етапи способу будуть описані на прикладах виробництва складних ефірів жирних кислот з олій і/або жирів, які можуть також містити вільні жирні кислоти і воду, шляхом етерифікації і переетерифікації спиртом, наприклад, з групи C1-C4 спиртів.

В реакції жири і олії під дією спирту, що використовується, перетворюються в результаті переетерифікації в складні ефіри жирних кислот і гліцерин. Вільні жирні кислоти реагують зі спиртом, що використовується, до складних ефірів жирних кислот і води. Після реакції спочатку з реакційної суміші виділяють надлишковий спирт і воду, що є в реакційній суміші. Це переважно відбувається шляхом розділення випарюванням спирту і води. Однак розділення може проводитись шляхом мембранного способу або шляхом адсорбційного і екстрактивного способів.

Після відділення води і спирту із суміші виділяються непрореаговані моно-, ди- або тригліцериди, каталізатор(наприклад, мила металів) і малолетучі домішки. Так як відділена таким чином суміш містить каталізатор, далі вона буде називатися каталітичною сумішшю. Це відділення може здійснюватися мембранним способом, способом кристалізації, способом адсорбції або способом екстракції. Можливо також відділення тільки каталізатора з допомогою іонообмінної смоли. Однак переважне відділення проводиться перегонкою. При цьому в перегінному апараті, переважно при тиску нижче атмосферного (0,1-10 абс. Мбар), фаза складного ефіру жирних кислот і фаза гліцерину як головна фракція відділяється від каталітичної суміші, яка збирається як кубовий продукт.

При необхідності перед відділенням каталітичної суміші від фази гліцерину і складного ефіру жирних кислот можна додавати суміш з етапу реакції, яка містить металеві з'єднання (наприклад, оксиди або гідроксиди), яка потім утворює мило металів.

При цьому вільні жирні кислоти, які присутні в реакційній суміші, омиляються, завдяки чому полегшується відділення каталітичної суміші від фази складного ефіру і гліцерину. Це додавання металевих з'єднань може проводитись також до або після відділення спирту і/або води. Завдяки цьому виникає також можливість ввести в процес каталізатор.

При необхідності перед відділенням каталітичної суміші можна провести розділення фази складних ефірів жирних кислот і фази гліцерину і відділення каталітичної суміші від фази складних ефірів жирних кислот і фази гліцерину. В такому випадку можна застосовувати ті ж методи, які зазначені вище, переважно перегонку.

Фаза складного ефіру жирних кислот з етапу розділення каталітичної суміші може проводитися далі до процесу очищення. Як спосіб очищення підходить промивка полярними рідинами, а також іонообмінний спосіб, абсорбційний спосіб, екстрактивний спосіб або додаткові етапи перегонки.

Очищена фаза складного ефіру жирних кислот може застосовуватися, наприклад, як пальне. Одержана після відділення каталітичної суміші фаза гліцерину може подаватися на наступні етапи очищення. Ці етапи очищення можуть включати процеси іонного обміну, абсорбційні процеси, екстрактивні процеси і процеси перегонки. Після перегонки і наступної обробки активованим вугіллям можна одержати, наприклад, фармацевтичний гліцерин.

Одержана каталітична суміш може без подальшої обробки знову повертатися на нову реакційну стадію (етерифікації або пере етерифікації) і там знову діяти як каталізатор реакції етерифікації і переетерифікації. Однак можна також виділити каталізатор із каталітичної суміші і повернути в чистій формі. Відділення каталізатора може проводитися з застосуванням способу осаду, кристалізації, мембранним способом, способом іонного обміну, адсорбційним, екстрактивним способом або способом перегонки. Особливою можливістю є осад з'єднань лужних/лужноземельних металів

водою. Окисненням каталітичної суміші можна розкласти органічні компоненти цієї суміші і повернути метали в вигляді неорганічних з'єднань на стадію реакції або до неї. Ці металеві з'єднання під дією карбонових кислот знову перетворюються в необхідні каталітичні з'єднання.

Одержану каталітичну суміш можна повернути, цілком або частково. Частковий відвід каталітичної суміші має ту перевагу, що тим самим з процесу виводяться також домішки.

Повернення може здійснюватися або одразу в реакційний об'єм, або в матеріал, що завантажуються, перед його подачею в реакційний об'єм.

За першим етапом етерифікації і переетерифікації можуть проходити наступні реакційні етапи, причому утворені побічні продукти(головним чином вода і утворені спирти) можуть відділятися переважно після кожного реакційного етапу, і при необхідності на кожному реакційному етапі в реакційну суміш додається новий каталізатор, а також новий спирт. Реакція може проводитися в періодичному або безперервному режимі, причому з точки зору економії енергії треба віддати перевагу безперервному проведенню процесу з рекуперацією тепла.

Спосіб, згідно з винаходом, дає великі переваги, насамперед при виробництві складних ефірів жирних кислот з рослинних і/або тваринних жирів і/або олій шляхом етерифікації і/або пере етерифікації спиртами, наприклад, з групи C1-C4 спиртів. На відміну від способу, описаного в документі DE-A 19942541, спосіб, згідно з винаходом, дає помітні більш високі швидкості перетворення. Порівняльні приклади показують також, що етерифікація протікає дуже добре насамперед з магнієвим милом, і в реакційній суміші майже не присутні ніякі вільні жирні кислоти. Це дає переваги при розділенні реакційної суміші, так як, наприклад, при перегонці вільні жирні кислоти частково виносяться в головний продукт зі складними ефірами жирних кислот, із-за чого якість складного ефіру жирних кислот погіршується.

Найбільш поширені способи виробництва складних ефірів жирних кислот із жирів і олій шляхом переетерифікації спиртом працюють з основними каталізаторами. Ці способи можуть йти тільки з сировиною, яка по суті не містить воду і жирні кислоти. В такому процесі каталізатор руйнується, постійно потрібно підводити новий каталізатор, при цьому затрати відповідно стають високими. Наприклад, для КОН потрібно очікувати затрат на каталізатор на рівні приблизно 7-9 євро на тону складного ефіру жирних кислот. А в способі згідно з винаходом, каталізатор регенерується, завдяки чому затрати на каталізатор в способі згідно з винаходом складають менше 1 євро на тону складного ефіру жирних кислот.

Даний спосіб має ту перевагу, що в похідній суміші вільні жирні кислоти можуть також бути присутні в будь-яких концентраціях. Ці вільні жирні кислоти в зазначеній реакції також етерифікуються до алкілових ефірів жирних кислот. Тим самим можна переробити також жири/масла низької якості. Інша вирішальна перевага способу полягає в тому, що реакція етерифікації/переетерифікації

може проводитися також в присутності води. Тим самим можна використати також водовмісну сировину, зокрема, спирт, що містять воду.

Непрореагувавши вільні жирні кислоти або гліцериди також повертаються на етерифікацію/переетерифікацію, завдяки чому не виникає ніяких втрат.

На відміну від процесів без каталізаторів, спосіб згідно з винаходом дає ту перевагу, що реакція може проходити при кількостях спирту, ледве перевищуючих стехіометричні, що знову ж помітно покращує рентабельність способу, так як затрати на діставання спирту менш значущі, ніж в способі без каталізатора.

З допомогою наступного прикладу більш докладно описуються переважні варіанти способу по винаходу.

Приклад 1

Проводилось порівняльне випробовування ряду різних каталізаторів етерифікації або переетерифікації складних ефірів карбонових кислот. Використовувалися наступні хімікати:

Рапсова олія з насіння рапсу сорту "00", рафіноване, нейтралізоване, дезодороване, висушене, олеїнова кислота, технічно чиста, метанол, технічно чистий, вода деіонізована, як каталізатори технічної чистоти: тетрабутилтитанат, дибутиловодилаурат, стеарат магнію, стеарат кальцію, стеарат натрію

З усіма зазначеними каталізаторами проводилися наступні досліді.

Кожний раз 150г рапсової олії, 37,5г олеїнової кислоти і 123г метанолу змішували з вказаною в Таблиці 1 кількістю каталізатора і проводили реакцію в лабораторному автоклаві при 210°C протягом 30 хвилин. Після реакції визначали концентрації метилового ефіру жирної кислоти (FS-метиловий ефір) в фазі складного ефіру.

Таблиця 1

Каталізатор	Каталізатор [моль кат./кг олії]	Кількість металу [г мет./кг олії]	Тригліцериди [ваг.%]	Дигліцериди [ваг.%]	Моногліцериди [ваг.%]	Вільні жирні кислоти [ваг.%]	FS-метиловий ефір [ваг.%]
Тетрабутилтитанат	0,066	3,2	5,5	9,7	11,3	4,8	69,0
Стеарат магнію	0,134	3,3	0,3	1,8	4,3	0,1	92,2
Дибутиловодилаурат	0,027	3,2	1,1	8,8	11,8	4,2	72,7
Стеарат кальцію	0,080	3,2	0,4	2,3	6,4	4,0	86,8
Стеарат натрію	0,138	3,2	9,9	14,2	13,1	6,2	56,
Тетрабутилтитанат	0,134	6,4	1,7	5,7	9,7	3,8	79,1
Дибутиловодилаурат	0,134	15,9	0,4	6,1	8,4	3,8	80,0

Очевидно, що при рівній кількості металу в суміші в випадку з'єднань лужноземельних металів могли бути досягнуті помітно кращі ступені перетворення. Це справедливо як для вагових співвідношень, так і для мольних співвідношень.

Сукупний продукт реакції розміщували в лабораторному перегінному апараті. В цьому перегінному апараті спочатку при нормальному тиску з реакційної суміші відганяли метанол і воду, далі

при тиску приблизно 0,5мбар фракціонували перегонкою основну кількість фази метилового ефіру і фази гліцерину. Металоорганічні з'єднання, які діють як каталізатор, залишалися при цій перегонці в кубовому залишку. Цей залишок знову змішували з рапсовою олією і олеїновою кислотою, а також з метанолом і знову проводили реакцію етерифікації/переетерифікації. Вибрані кількісні співвідношення можна бачити з Таблиці 2.

Таблиця 2

Каталізатор	Олія, жирні кислоти, каталітична суміш [г]	Метанол [г]	Склад фази складних ефірів після реакції				
			Тригліцериди [ваг.%]	Дигліцериди [ваг.%]	Моногліцериди [ваг.%]	Вільні жирні кислоти [ваг.%]	Складні ефіри жирних кислот [ваг.%]
Тетрабутилтитанат	190,79	124,0	1,6	5,9	9,5	4,7	78,2
Стеарат магнію	187,55	121,9	0,1	2,5	5,0	0,1	92,4
Дибутиловодилаурат	193,3	125,7	2,5	6,5	9,8	4,8	76,4
Стеарат кальцію	187,74	122,1	0,1	2,3	6,4	4,0	86,8
Стеарат натрію	182,76	118,8	1,8	7,2	14,2	4,0	72,8

Умови для другого реакційного етапу знову ж вибирали так, щоб продукт витримувався протягом 30 хвилин при температурі 210°C. Вміст ме-

тилового ефіру в фазі метилового ефіру після другого реакційного етапу також представлено в

Таблиці 2. Ясно видно більш високий вихід з каталізаторами на основі лужноземельних металів.

Після другої реакції суміш також фракціонували перегонкою (відділення метанолу і води) і потім проводили відгонку метилового ефіру і гліцерину. Фази складного ефіру з обох перегонки відділяли від фаз гліцерину (шляхом осаду під дією сили тяжіння) а потім промивали 0,5ваг.% води. Одержаний таким шляхом складний ефір відповідав вимогам якості норми EN 14214. Виходи, які можна було одержати з деякими каталізаторами, наведені в Таблиці 3. Ясно видно, що з каталізаторами на основі лужноземельних металів досягались набагато кращі виходи, ніж з каталізаторами на основі важких металів.

Таблиця 3

Вихід метилового ефіру жирних кислот в перерахунок на використану кількість олії і жирних кислот

Тетрабутилтитанат	74%
Стеарат магнію	94%
Дибутиловодилаурат	77%
Стеарат кальцію	88%
Стеарат натрію	68%

Приклад 2

В 2 серіях дослідів в працюючій в безперервному режимі пілотній установці кожний раз протягом 5 днів оброблялась наступна сировина: використане харчове масло з вмістом вільних жирних кислот близько 7% (використане харчове масло: відпрацьована побутова харчова олія і масло з підприємств громадського харчування містили суміш різних рослинних і тваринних жирів і олій, вільні жирні кислоти, воду, інші домішки, наприклад, з процесу приготування їжі в фритюрі), і тваринний жир з установок обробки туш тварин з вмістом вільних жирних кислот приблизно 14%.

Як каталізатор застосовували олеат магнію. Для виробництва каталізатора, проводили реакцію з 4кг оксиду магнію і 44кг олеїнової кислоти при 60°C протягом 2 годин і потім держали напотові для обробки масел і жирів.

Обробка включає наступні етапи: спочатку суміш масло/жир змішували з метанолом і каталізатором. Цю суміш перекачували з змішувального пристрою з допомогою насоса в приймальну ємність. Із приймальної ємності суміш з допомогою іншого насоса безперервно закачували в установ-

ку з продуктивністю 25л/год. Спочатку суміш проводили через теплообмінник і нагрівали до 215°C. Після теплообмінника суміш текла далі через реактор, час перебування в реакторі складав 30 хвилин, з допомогою розташованого після реактора дросельного клапана встановлювали тиск 50абс. Бар.

В теплообміннику і реакційному апараті протікали бажані реакції етерифікації (вільних жирних кислот і метанолу з утворенням метилового ефіру жирних кислот і води) і реакції переетерифікації (гліцеридів і метанолу в метиловий ефір жирних кислот і гліцерин). Через дросельний клапан тиск реакційної суміші знижувалося до атмосферного, причому метанол і вода випаровувались і відділялись в наступному апараті миттєвого випарювання. Суміш, що залишилася, проводили на наступний етап дегазації, який проводили при температурі 140°C і абсолютному тиску 50мбар, завдяки чому видалялися залишкові кількості води і метанолу.

Після цієї дегазації залишкову суміш в безперервному режимі розділяли в установці перегонки глибокого вакууму на кубовий продукт, який містив в основному непрореагувавши гліцериди, жирні кислоти, каталізатор і незначну кількість метилового ефіру, і головний продукт, який надходив в вигляді двох рідких фаз: фази метилового ефіру і фази гліцерину. Ці фази проводили через апарат гравітаційного осадження і таким чином відділяли одну від одної. Фаза гліцерину містила біля 99,5% гліцерину. Фазу метилового ефіру промивали 0,5ваг.% води в змішувачі, водну фазу відділяли в апараті гравітаційного осадження, а фазу складного ефіру сушили потім в пристрої сушки з миттєвим випарюванням при 120°C і абсолютному тиску приблизно 100бар. Після цього метиловий ефір мав якість відповідно стандарту EN 14214. Не вдалося тільки досягти потрібного значення CFPP (граничної температури холодної фільтрує мості) для зимових умов в випадку ефіру тваринного жиру і використовуваного харчового жиру. Кубовий продукт збирали в ємність і потім знову перемішували в змішувальному пристрої з наступною сировиною і, таким чином, знову використовували для каталізу зазначених реакцій.

Цей процес проводився безперервно для кожної сировини протягом 5 днів цілодобово. В наступній Таблиці 4 наведені кількості компонентів, які перероблялися або були одержані:

Таблиця 4

	Завантаження				Продукти					Метиловий ефір
	Масло/жир	Метанол	Каталізатор	Вода	Метиловий ефір	Гліцерин	Вода, що відходить	Метанол	Кубовий продукт	Вихід
Використане харчове масло	846,0	691,7	10,2	7,6	820,0	80,0	8,3	600,4	47,0	96,9%
Тваринний жир	842,0	615,4	10,4	7,2	827,0	81,5	7,9	534,3	31,0	98,2%

Використане харчове масло мало вміст полімеру 5,5%. Так як вихід метилового ефіру жирних кислот для використаного харчового масла складає майже 97%, ці полімери п в більшій частині також перетворились в метиловий ефір. В кубовому продукті концентрація полімеру складала менш 1%.

Порівняльний приклад

Зазначені в Прикладі 2 кількості вихідних матеріалів: використаного харчового масла і тваринного жиру змішували, згідно з рівнем техніки, з метанолатом калію і метанолом, щоб провести перетерифікацію до відповідного метилового ефіру. Для цього спочатку розчиняли гідроксид калію (т.ч. бл. 88%) в метанолі (т.ч.). кількості ви-

бирали так, щоб одержати розчин з концентрацією КОН 8%. Цей розчин змішували з зазначеними жирами в співвідношенні масло:розчин=10:1,5. Після 20 хвилин реакції при приблизно 40°C і наступного періоду седиментації 12 годин не відбувалося ніякого фазового розділення, каталізатор метилат калію ставав неактивним із-за реакції омилення з присутніми в сировині жирними кислотами. Після додавання в реакційну суміш концентрованої сірчаної кислоти до значення рН 4 відповідна реакційна суміш розділялася на масляну/жирову фазу і фазу метанолу/гліцерину. Вихід метилового ефіру в масляно/жировій фазі складав всього близько 15%.