



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00416**

(22) Data de depozit: **18/06/2015**

(41) Data publicării cererii:
26/02/2016 BOPI nr. **2/2016**

(71) Solicitant:
• **UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN
TIMIȘOARA, PIAȚA VICTORIEI NR.2,
TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:
• **POPA SIMONA ALINA ANA,
CALEA MARTIRILOR NR. 1989 NR. 57,
TIMIȘOARA, TM, RO;**

• **BORAN SORINA, STR. ORIZONT NR. 6,
SC. A, AP. 3, TIMIȘOARA, JUDEȚUL TIMIȘ,
TM, RO**

(74) Mandatar:
**CABINET DE PROPRIETATE
INDUSTRIALĂ TUDOR ICLĂNZAN,
PIAȚA VICTORIEI NR.5, SC.D, AP.2,
TIMIȘOARA**

(54) **COMPOZIȚIE PE BAZĂ DE ESTERI ȘI PROCEDEU DE
OBTINERE**

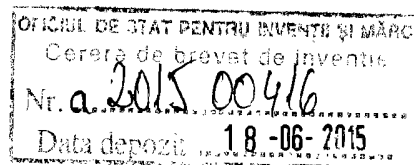
(57) Rezumat:

Invenția se referă la o compoziție pe bază de esteri, și la un procedeu de obținere a acesteia, cu utilizare ca plastifiant și lubrifiant în procesarea polimerilor. Compoziția conform invenției este constituită din: 1 mol acid benzoic sau anhidridă ftalică, 1...2 moli etilenglicol sau propilenglicol, 1 mol alcoolii alifatici C3-C5 și un catalizator acid de tip acid *p*-toluen sulfonic. Procedeu conform invenției constă din esterificarea, într-o singură

fază, a acidului benzoic, respectiv, anhidridă ftalică, cu etilenglicol, propilenglicol, respectiv, cu alcoolii alifatici C3-C5, în prezența catalizatorului acid la o temperatură de 108...128°C, într-un reactor tip coloană cu barbotare, din care rezultă esteri cu puritate avansată.

Revendicări: 2





COMPOZIȚIE PE BAZA DE ESTERI ȘI PROCEDEU DE OBTINERE

Invenția se referă la obținerea unor esteri, cu calități de plastifiant și lubrefiant în procesarea polimerilor având caracteristici specifice ale fluidelor folosite în tribologie și care sunt destinați obținerii de substanțe peliculogene, folosite în industria chimică.

Se cunosc o serie de esteri cum sunt cei ftalici, adipici, sebacici, fosforici, etc., care sunt utilizați ca și plastifianți sau ca și lubrifianți în procesarea polimerilor, respectiv pentru obținerea de substanțe peliculogene. Acești esteri se obțin prin procese clasice de sterificare. Esterii și procesele de mai sus prezintă o serie de dezavantaje: utilizarea solvenților toxici în sinteză, timp îndelungat precum și temperaturii mult mai ridicate de sinteză. Astfel de sinteze sunt prezentate în brevetele de mai jos.

Este cunoscută invenția EP 1533363 care se referă la compoziția unui lubrifiant ce cuprinde un ester obținut dintr-un amestec de alcool și un acid carboxilic mixt ca o componentă principală. Alcoolul amestecat cuprinde 65-99.95% mol pentaeritritol și 0.05-35% mol dipentaeritritol, acidul carboxilic mixt cuprinde 25-55% mol acid monocarboxilic având 5 până la 8 atomi de carbon și 45-75 %mol acid isononanoic și compoziția are un indice de hidroxil de 5,0 mg KOH / g sau mai puțin și un indice de aciditate de 0,05 mg KOH / g sau mai mică.

Este cunoscută invenția JP2005170998 care asigură o metodă simplă de obținere a unui ester utilizat ca și ulei lubrifiant prin eliminarea acidității și decolorare cu un decolorant utilizat în cantitate redusă. Metoda de fabricare a esterului pentru uleiurile lubrifiante cuprinde etapa (1), în care un alcool alifatic polihidric (A) și un acid monocarboxilic alifatic saturat (B) reacționează pentru a obține produse de reacție, inclusiv esteri urmată de etapa de eliminare a primului acid (2), în care acidul monocarboxilic alifatic saturat nereacționat este îndepărtat din produsele de reacție obținute în etapa (1). În etapa (3) produșii de reacție sunt supuși decolorării.

Este cunoscută invenția RO 121.112 care se referă la esteri ftalici micști cu structură simetrică și asimetrică, și la procedeul de obținere a acestora. Conform invenției, procedeul de obținere a esterilor ftalici cuprinde esterificarea anhidridei ftalice cu un alcool de tip alifatic-aromatic, cu structură complexă, într-o singură etapă, cu componente alcoolice în exces, în prezența unui solvent organic, în cataliză acidă, la reflux.

Este cunoscută invenția RO 122.453 se referă la diesteri adipici folosiți în prelucrarea polimerilor și la procedeul de obținere a acestuia. Conform invenției, diesterii adipici sunt definiți prin formula generală $R_1OOC-(CH_2)_4-COOR_2$ unde R_1 este un radical de tip: n-butil, n-hexil, 2-etil-hexil, izodecil și izotridecil, iar R_2 este un radical alifatic-aromatic obținuți în două etape succesive, în soluție în cataliză.



Soluțiile de mai sus au în general următoarele dezavantaje: utilizarea solvenților toxici în sinteză, timp îndelungat precum și temperaturi mult mai ridicate de sinteză.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție este realizarea unei compoziții și a unui procedeu care să ducă la obținerea unor esteri cu caracteristici superioare, fără utilizarea solvenților toxici în sinteză, cu timp mult mai redus de reacție, cu temperaturi mult mai scăzute de sinteză, pentru substanțele peliculogene folosite ca plastifianți și lubrifianți.

Compoziția pe baza de esteri conform invenției pe bază de acid benzoic și anhidridă ftalică, cu conținut de etilen glicol, propilen glicol, respectiv cu alcooli alifatici de la C3 la C5, folosind un catalizator acid pe bază de acid p-toluensulfonic, este constituită din:

- 1,0 moli (122,12 g) acid benzoic
- 2,0 moli (152,18 g) propilenglicol
- 1,37 g catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic,

respectiv:

- 1,0 moli (148,1 g) anhidrida ftalică
- 1,0 moli (62,07 g) etilenglicol
- 1,0 moli (60,09 g) n-propanol
- 2,7 g un catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic

Procedeul de obținere a compoziției pe baza de esteri este următorul: amestecul de substanțe format din etilen glicol, propilen glicol, alcooli alifatici de la C3 la C5, este supus esterificării într-o singură fază într-un reactor tip coloană cu barbotare, cu raportul înălțime / diametru de 10/1.....14/1, prevăzut cu un orificiu care are diametrul 0.6 mm, pentru barbotarea argonului pe la partea inferioară, condensator de reflux, manta de încălzire-răcire, sistem de urmărire a temperaturii, care constă din următoarele etape:

- compoziția mai sus amintită se încălzește până la temperaturi cuprinse între 108 - 128°C,
- se menține amestecul sub agitare prin barbotare de argon sub presiune de 12.....121 Pa, la temperatura de reflux, urmărind conversia prin măsurarea indicelui de aciditate,
- se răcește la temperatura ambiantă, și se determină indicii de aciditate,
- masa brută este purificată prin distilare.

Compoziția pe bază de esteri și procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:



- permite obținerea unor esteri cu puritate avansată,
- asigură randament de sinteză ridicat, fără utilizarea solvenților toxici în procesul tehnologic,
- conduce la eliminarea unor etape de purificare a produsului final,
- se realizează în timp mai scăzut precum și la temperatură mai mică de reacție, ceea ce duce la un consum mult mai redus de energie.

Compoziția pe baza de esteri conform invenției este următoarea: acid benzoic și anhidridă ftalică, cu conținut de etilen glicol, propilen glicol, respectiv cu alcooli alifatici de la C3 la C5, folosind un catalizator acid pe bază de acid p-toluensulfonic. Procedul conform invenției constă în aceea că amestecul de reacție care este supus esterificării într-un reactor tip coloană cu barbotare, cu un raport înălțime/diametru de 10/1.....14/1, se încălzește până la temperaturi cuprinse între 108 - 128°C, și se menține amestecul sub agitare prin barbotare de argon sub presiune de 12.....121 Pa și în final se răcește la temperatura ambiantă, urmărind conversia prin măsurarea indicelui de aciditate.

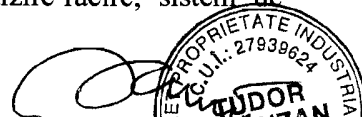
În continuare se dau 2 exemple de realizare a invenției.

Exemplul nr.1. Într-un reactor tip coloană cu barbotare, cu raportul înălțime / diametru de 10/1, prevăzut cu un orificiu care are diametrul 0.6 mm, pentru barbotarea argonului pe la partea inferioară, condensator de reflux, manta de încălzire-răcire, sistem de urmărire a temperaturii, se introduc 1,0 moli (122,12 g) acid benzoic, 2,0 moli (152,18 g) propilenglicol, 1,37 g catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic, procedul având loc într-o singură fază. Esterificarea se realizează la temperatura de reflux de 120°C.

Procedul de esterificare desfășurat într-o singură fază, constă în

- introducerea în reactorul tip coloană, preîncălzit la temperatura de 60°C, a amestecului de reactanți și a catalizatorului.
- după aceasta se continuă încălzirea în manta și se pornește agitarea prin barbotare de argon cu presiunea de 30 Pa pe la partea inferioară a coloanei.
- după ce s-a ajuns la temperatura de reflux, acesta este menținut constant până la finalizarea sintezei. Atunci când indicele de aciditate se menține constant timp de 120 minute, sinteza se consideră finalizată. Conversia se urmărește pe tot parcursul sintezei prin măsurarea indicelui de aciditate.
- masa brută este apoi răcită și purificată prin distilare.

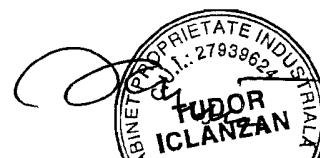
Exemplul nr.2. Într-un reactor tip coloană cu barbotare, cu raportul înălțime / diametru de 12/1, prevăzut cu un orificiu care are diametrul 0.6 mm, pentru barbotarea argonului pe la partea inferioară, condensator de reflux, manta de încălzire-răcire, sistem de



urmărire a temperaturii, se introduc 1,0 moli (148,1 g) anhidrida ftalică, 1,0 moli (62,07 g) etilenglicol, 1,0 moli (60,09 g) n-propanol, 2,7 g catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic, procedeul având loc într-o singură fază. Esterificarea se realizează la temperatura de reflux de 120°C.

Procedeul de esterificare desfășurat într-o singură fază, constă în :

- introducerea în reactorul tip coloană, preîncălzit la temperatura de 60°C, a amestecului de reactanți și a catalizatorului.
- după aceasta se continuă încălzirea în manta și se pornește agitarea prin barbotare de argon cu presiunea de 12 Pa pe la partea inferioară a coloanei.
- după ce s-a ajuns la temperatura de reflux, acesta este menținut constant până la finalizarea sintezei. Atunci când indicele de aciditate se menține constant timp de 120 minute, sinteza se consideră finalizată. Conversia se urmărește pe tot parcursul sintezei prin măsurarea indicelui de aciditate.
- masa brută este apoi răcită și purificată prin distilare.



REVENDICARI

1. Compoziții de esteri pe bază de acid benzoic și anhidridă ftalică, cu conținut de etilen glicol, propilen glicol, respectiv cu alcooli alifatici de la C3 la C5, folosind un catalizator acid pe bază de acid p-toluensulfonic, **caracterizată prin aceea că**, este constituită 1,0 moli (122,12 g) acid benzoic, 2,0 moli (152,18 g) propilenglicol, 1,37 g un catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic, respectiv 1,0 moli (148,1 g) anhidrida ftalică, 1,0 moli (62,07 g) etilenglicol, 1,0 moli (60,09 g) n-propanol, 2,7 g un catalizator acid, acidul p-toluen sulfonic.
2. Procedeu de obținere a compoziției pe baza de esteri, **caracterizat prin aceea că**, amestecul de substanțe este format din etilen glicol, propilen glicol, alcooli alifatici de la C3 la C5, este supus esterificării într-o singură fază într-un reactor tip coloană cu barbotare, cu raportul înălțime / diametru de 10/1.....14/1, prevăzut cu un orificiu care are diametrul 0.6 mm, pentru barbotarea argonului pe la partea inferioară, condensator de reflux, manta de încălzire-răcire, sistem de urmărire a temperaturii, în care compoziția mai sus amintită:
 - se încălzește până la temperaturi cuprinse între 108 - 128°C,
 - se menține amestecul sub agitare prin barbotare de argon sub presiune de 12.....121 Pa, la temperatura de reflux, urmărind conversia prin măsurarea indicelui de aciditate,
 - se răcește la temperatura ambiantă, și se determină indicele de aciditate,
 - masa brută este purificată prin distilare.

