

**Proiect Bridge Grant – Transfer de Cunoaștere la Agentul Economic, cod PN-III-P2-2.1-BG-2016-0324**

**Titlul:** *Fluxanți pentru bitum obținuți prin dezvoltarea tehnologiei de fabricare a solvenților ecologici existentă la S.C, ICPAO Mediaș*

**Contract de finanțare** 80BG/2016; Valoare totală 460 000 lei

**Durata proiectului:** 24 luni (octombrie 2016-septembrie 2018)

**Parteneri:** *Universitatea Politehnica București, coordonator și Institutul National de Cercetare - Dezvoltare pentru Chimie si Petrochimie (ICECHIM) București*

Beneficiar : *Institutul de Cercetari Produse Auxiliare Organice (ICPAO), Mediaș.*

## **Rezumatul etapei I**

Obiectivul principal al acestei prime etape a proiectului este elaborarea unui procedeu de condiționare a glicerinei brute, în vederea utilizării pentru reacții de esterificare cu acizi organici inferiori. Este prevăzută, de asemenea, testarea glicerinei condiționate în reacția de esterificare cu acid acetic în cataliză omogenă. Conform planului de realizare a proiectului, în această etapă sunt prevăzute trei activități, al căror conținut va fi rezumat în continuare.

### *A1.1. Elaborarea procedurii de condiționare a glicerinei brute rezultată din procesul existent la agentul economic*

Întrucât esterificarea glicerinei se realizează în prezență de catalizatori acizi, este necesară înlăturarea compușilor cu caracter bazic, ce reduc activitatea catalizatorului. Având în vedere această cerință, dintre componentii glicerinei brute, se recomandă a fi înlăturați săpunurile acizilor grași, metoxidul alcalin și respectiv hidroxizii corespunzători (de sodiu sau potasiu) ce constituie catalizatorul de transesterificare. Un alt component ce se recomandă a fi înlăturat este metanolul, care se esterifică, la rândul său cu acizii organici în cataliză acidă. Ceilalți componenți ai glicerinei brute (fosfatidele, esterii acizilor grași sau acizii grași liberi), la concentrațiile mici în care se găsesc în amestec, nu afectează în mod semnificativ procesul de esterificare a glicerinei.

Având în vedere aceste considerente, procedeul de condiționare propus include două etape, prima de separare a metanolului, urmată de neutralizarea compușilor bazici, cu acid fosforic.

Separarea metanolului se realizează prin distilare sub vid de 700 mbar, la temperatura ambiantă. Glicerina rezultată după eliminarea metanolului este neutralizată cu acid fosforic de concentrație 85 % (masic), în raport masic de 1:30 fata de glicerina brută, într-un vas sub agitare. Fosfatul alcalin rezultat se filtrează din glicerina brută, care se trimite la esterificare.

Deoarece la realizarea reacțiilor de esterificare, se utilizează toluen drept agent de antrenare a apei formată în reacție, micile cantități de apă introduse în sistem cu acidul fosforic nu se separă înainte de esterificare.

*A1.2. Validarea procedurii propus, prin teste pe glicerina brută rezultată din diferite tipuri de fabricatii. Testele vor fi efectuate prin esterificare in cataliza omogena.*

O primă etapă în realizarea acestei activități a constituit-o punerea la punct a unei metode de analiză cantitativă a compoziției amestecului de reacție. S-a adoptat în acest scop metoda gaz-cromatografică, dezvoltându-se o metodă cu asistență tehnică de la firma furnizoare a aparatului (Mecro System). Testele de esterificare a glicerinei s-au făcut cu acid acetic, utilizând drept catalizator acidul sulfuric. Reacția s-a efectuat cu acid acetic glacial, în sistem semicontinuu, cu îndepărtarea continuă a apei prin antrenare cu toluen, la temperatura de fierbere a amestecului.

A fost efectuate teste de esterificare mai întâi cu glicerină pură comercială, iar apoi cu glicerină condiționată prin procedeul descris mai sus. În condițiile de lucru menționate, lucrând cu un exces de 20 % acid acetic, la o conversie practic totală a glicerinei, se obțin randamente în diacetină de peste 90 %. Rezultatele obținute au evidențiat adecvanța metodei de condiționare propusă.

*A1.3. Transfer de cunostinte la agentul economic, referitor la procedeul propus de conditionare a glicerinei brute*

Au fost transmise date referitoare la substanțele utilizate, aparatura folosită, procedeul de analiză de compoziție, metodele de lucru și detalii referitoare la principalele rezultate obținute. Realizarea activității a fost consemnată printr-un document semnat de către cei trei parteneri din proiect.