



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **102817** (13) **U**
(51) МПК (2015.01)
C11C 3/04 (2006.01)
C11C 1/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: u 2015 03877	(72) Винахідник(и): Сухенко Юрій Григорович (UA), Муштрук Михайло Михайлович (UA), Сухенко Владислав Юрійович (UA)
(22) Дата подання заявки: 23.04.2015	
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 25.11.2015	(73) Власник(и): НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ БІОРЕСУРСІВ І ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ УКРАЇНИ, вул. Героїв Оборони, 15, м. Київ-41, 03041 (UA)
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 25.11.2015, Бюл.№ 22	

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ МЕТИЛОВИХ ЕФІРІВ З ОЛІЇ САВРОЛУ

(57) Реферат:

Спосіб отримання метилових ефірів з олії савролу включає процеси фільтрації з відділенням супутніх домішок, нейтралізації вільних жирних кислот, промивання олії сольовим розчином і водою, очищення від домішок та переестерифікації. Використовують олію савролу із вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г. Нейтралізацію здійснюють проведенням реакції естерифікації концентрованою сірчаною кислотою - 1,5 % до маси, протягом 2 год. за температури 60-65 °С при постійному перемішуванні з відділенням води і спирту. Метанол і сірчану кислоту беруть у молярному співвідношенні 6:1 та направляють на переестерифікацію з додаванням метанолу і каталізатора - КОН.

UA 102817 U

Корисна модель належить до галузі первинної переробки сільськогосподарської продукції, зокрема до способів одержання рідких біопалив з поновлювальної сировини.

Відомий спосіб (Патент № 30417А UA, опуб. 15.11.2000, бюл. № 6) отримання метилових ефірів жирних кислот ріпакової олії, який включає рафінацію олії сірчаною кислотою та розчином лугу, її відділення від суміші з подальшою відгонкою води, приготування розчину каталізатора в органічному розчиннику, переестерифікацію рафінованої олії при перемішуванні, видалення залишків каталізатора та осушування ефірів.

Недоліком даного способу є те, що при його реалізації переестерифікація здійснюється не в повному обсязі, оскільки отримане дизельне біопаливо містять у своєму складі залишкову кількість гліцерилів, що призводить до істотної зміни показників якості метилових ефірів. Також, зокрема, підвищується кислотне число палива та вміст вільного гліцерину, виникає необхідність проведення додаткових операцій очищення біопалива і призводить до підвищення енергетичних витрат та інвестицій в обладнання.

В основу корисної моделі поставлена задача, що полягає в удосконаленні способу отримання метилових ефірів з олії савролу із підвищеним вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г, зниження витрат і підвищення виходу палива з кращими експлуатаційними показниками та скорочення витрат на очищення дизельного біопалива з олії савролу.

Задача вирішується тим, що в способі отримання метилових ефірів з олії савролу, що включає процеси фільтрації з відділенням супутніх домішок, нейтралізації вільних жирних кислот, промивання олії сольовим розчином і водою, очищення від домішок та переестерифікації, згідно з запропонованою корисною моделлю, використовують олію савролу з вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г, а їх нейтралізацію здійснюють проведенням реакції естерифікації концентрованою сірчаною кислотою - 1,5 % до маси, протягом 2 год. за температури 60-65 °С при постійному перемішуванні з відділенням води і спирту, причому, метанол і сірчану кислоту беруть у молярному співвідношенні 6:1 та направляють на переестерифікацію з додаванням метанолу і каталізатора - КОН.

Спосіб здійснюють наступним чином, проводять багатоступеневу фільтрацію олії савролу від механічних домішок при тиску 1-2,5 атм., за температури від - 5 до + 65 °С, після чого проводять нейтралізацію вільних жирних кислот і переестерифікацію.

Обробка очищеної олії здійснюють в декілька етапів, перший з яких естерифікація - сировину змішують з концентрованою сірчаною кислотою для олії савролу з вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г, проводять одну естерифікацію H_2SO_4 в кількості 1,5 % до маси і метанолом протягом 2 год. При цьому процес ведуть за температури 60-65 °С протягом 120 хв. при механічному перемішуванні з швидкістю 100-300 об/хв. і атмосферному тиску. Причому, кожного змішування здійснюють відділення води і спирту. При цьому метанол і концентровану H_2SO_4 беруть у співвідношенні 6:1; другий - нейтралізації виділеного після естерифікації відпрацьованої олії, розчином КОН і води; третій - промивання олії 10 %-ним розчином хлориду натрію і водою з дотриманням співвідношень олія/вода 1:1, промивку 10 %-ним розчином хлориду натрію здійснюють один раз; четвертий - промивка водою 2 рази за температури 90-95 °С, загальною тривалістю 90 хв., при постійному механічному перемішуванні з швидкістю 150-200 об/хв. і атмосферному тиску; п'ятий - відокремлення промивних розчинів від залишків олії методом сепарування. Вихід олії становить 90-95 %. Очищену олію, звільнену від вмісту вільних жирних кислот і домішок, направляють на переестерифікацію; шостий етап - переестерифікацію тригліцеридів ведуть метанолом при молярному співвідношенні спирт/олія 6:1, у присутності гомогенного каталізатора у 1 % співвідношенні до об'єму олії, яку отримали після естерифікації. Процес ведуть за температури 55-65 °С протягом 60 хв. при механічному перемішуванні з швидкістю 100-400 об/хв. і атмосферному тиску. Потім проводять відділення гліцеролового шару, що утворився в ході реакції, метилові ефіри від залишків гліцерину звільняють в два прийоми, промиванням водою з температурою 20 °С, через 1 годину відстоювання суміш розділяється на дві фази за рахунок переходу гліцерину в нижню водну частину суміші, яка відділяється від метилових ефірів шляхом зливу нижньої частини.

Після завершення відділення промивних вод залишки спирту і води відокремлює методом відгону в роторній ректифікаційній установці при температурі 75-80 °С. Вихід метилових ефірів, тобто дизельного біопалива, становить 90-95 % від початкової маси спрямованої олії.

Як сировину використовують олію савролу з вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г, а як кислотний і гетерогенний каталізатор - сірчану кислоту і гідроксид калію, відповідно.

Таким чином, запропонований спосіб отримання метилових ефірів з олії савролу дозволяє підвищити ефективність і скоротити тривалість процесу та зменшити витрати хімічних реагентів при реалізації способу внаслідок підвищення глибини хімічних реакцій. Реалізація способу можлива лише за умови комплексного застосування усіх перелічених суттєвих ознак.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб отримання метилових ефірів з олії савролу, що включає процеси фільтрації з відділенням супутніх домішок, нейтралізації вільних жирних кислот, промивання олії сольовим розчином і водою, очищення від домішок та переестерифікації, який **відрізняється** тим, що використовують олію савролу із вмістом вільних жирних кислот 5-20 мг КОН/г, а їх нейтралізація здійснюють проведенням реакції естерифікації концентрованою сірчаною кислотою - 1,5 % до маси, протягом 2 год. за температури 60-65 °С при постійному перемішуванні з відділенням
- 10 води і спирту, причому метанол і сірчану кислоту беруть у молярному співвідношенні 6:1 та направляють на переестерифікацію з додаванням метанолу і каталізатора - КОН.

Комп'ютерна верстка О. Гергіль

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601