

# РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2616297

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТОГО ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

Патентообладатель: *федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет" (RU)*

Авторы: *Кондрашева Наталья Константиновна (RU), Еремеева Анжелика Михайловна (RU), Олейник Иван Леонидович (RU)*

Заявка № 2015145928

Приоритет изобретения 26 октября 2015 г.

Дата государственной регистрации в  
Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 14 апреля 2017 г.

Срок действия исключительного права  
на изобретение истекает 26 октября 2035 г.

Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





(51) МПК  
*C10L 1/08* (2006.01)  
*C10L 1/00* (2006.01)  
*C10L 1/182* (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2015145928, 26.10.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
 26.10.2015

Дата регистрации:  
 14.04.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 26.10.2015

(45) Опубликовано: 14.04.2017 Бюл. № 11

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,  
 ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный  
 университет", отдел интеллектуальной  
 собственности и трансфера технологий (отдел  
 ИС и ТТ)

(72) Автор(ы):

Кондрашева Наталья Константиновна (RU),  
 Еремеева Анжелика Михайловна (RU),  
 Олейник Иван Леонидович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное  
 образовательное учреждение высшего  
 образования "Санкт-Петербургский горный  
 университет" (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2426770 C1 20.08.2011. US  
 5730029 A1 24.03.1998. RU 2428460 C2  
 10.09.2011. US 20080202021 A1 28.08.2008. RU  
 2360950 C2 10.07.2009. EA 12177 B1 28.08.2009.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТОГО ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

(57) Реферат:

Изобретение описывает способ получения экологически чистого дизельного топлива (ЭЧДТ) путем смешения исходного дизельного топлива с биодобавкой - продуктом перэтерификации растительного масла нормальным бутиловым спиртом в присутствии концентрированной серной кислоты, характеризующийся тем, что в качестве биодобавки используют бутиловый эфир рыжикового масла, количество которого в смеси с гидроочищенным дизельным топливом достигает 10 мас.%, при этом массовое

соотношение при компаундировании полученных компонентов составляет:

Гидроочищенное дизельное топливо	90-99
Биодобавка (бутиловые эфиры рыжикового масла)	1-10

Технический результат заключается в получении экологически чистого дизельного топлива для двигателей внутреннего сгорания с улучшенной смазывающей способностью и низким содержанием общей серы. 2 ил., 3 пр.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C10L 1/08* (2006.01)  
*C10L 1/00* (2006.01)  
*C10L 1/182* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015145928, 26.10.2015**(24) Effective date for property rights:  
**26.10.2015**Registration date:  
**14.04.2017**

Priority:

(22) Date of filing: **26.10.2015**(45) Date of publication: **14.04.2017** Bull. № 11

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU  
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet", otdel  
intellektualnoj sobstvennosti i transfera tekhnologij  
(otdel IS i TT)

(72) Inventor(s):

**Kondrasheva Natalya Konstantinovna (RU),  
Eremeeva Anzhelika Mikhajlovna (RU),  
Olejnik Ivan Leonidovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Sankt-Peterburgskij gornyj  
universitet" (RU)**

(54) **METHOD FOR ECOLOGICALLY PURE DIESEL FUEL PRODUCTION**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention describes a method for environmentally friendly diesel fuel (EFDT) production by mixing of the original diesel fuel with a supplement - product of vegetable oil transesterification by normal butyl alcohol in the presence of concentrated sulfuric acid, characterized by camelina oil butyl ether application as the supplement, the amount of which

together with the hydrotreated diesel fuel is 10 wt %. Weight ratio for compounding is as follows: 90-99 of hydrotreated diesel fuel; 1-10 of supplement (camelina oil butyl esthers).

EFFECT: obtaining of pure diesel fuel for internal combustion engines with improved lubricity and low total sulfur content.

2 dwg, 3 ex

Изобретение относится к способам получения экологически чистых дизельных топлив для двигателей внутреннего сгорания с улучшенными смазочными свойствами на основе продуктов процессов глубокой гидроочистки дизельных топлив и переэтерификации растительных масел.

5 Известен способ получения ЭЧДТ путем глубокого гидрирования дизельной фракции (Каминский Э.Ф., Хавкин В.А. Глубокая переработка нефти. - М.: Изд-во «Техника», 2001, стр. 46-50), выделяемой из нефти при прямой перегонке на установке атмосферно-вакуумной перегонки.

10 Недостатком данного способа является получение гидроочищенного дизельного топлива (Г/О ДТ), имеющего низкую смазывающую способность, что создает затруднения при работе топливной системы автомобиля из-за повышенного износа топливного насоса.

15 Известен способ производства биотоплива на основе рапсового масла для дизельных автотракторных двигателей (патент РФ №2393209, опубл. 27.06.2010 г.), где при нейтрализации жирных кислот в рапсовом масле едким калием получают метиловые эфиры рапсового масла и определяют оптимальное количество едкого калия, используемого в эксперименте.

К недостаткам данного вида топлива относится принадлежность метилового эфира рапсового масла (МЭРМ) к химически агрессивным жидкостям, производство которого 20 не является экологически чистым. К тому же, теплотворная способность МЭРМ на 10-12% ниже, чем у дизельного топлива, что приводит к увеличению расхода топлива в двигателе и повышению затрат при его эксплуатации.

25 Известна биотопливная композиция (патент РФ №2544239, опубл. 20.03.2015), которая представляет собой смесь нефтяного дизельного топлива (98-60 об.%) и биодобавки (2-40 об.%), состоящей из диэтилформала 35-40 об.% и глицеридов ненасыщенных жирных кислот. В качестве глицеридов используют любые растительные масла.

30 Недостатком данной биотопливной композиции является недостаточно высокая степень улучшения смазывающей способности вещества, меньшая теплота сгорания топлива (на 7-10%) за счет содержания в нем высококипящих растительных масел, более высокая вязкость (в 2-10 раз) и температура застывания, повышенная склонность к нагарообразованию, а также возможность загрязнения моторного масла продуктами полимеризации.

35 Известен способ получения экологически чистого дизельного топлива (патент РФ №2426770, опубл. 20.08.2011), принятый за прототип, в котором рапсовое масло подвергают процессу переэтерификации нормальным бутиловым спиртом с использованием концентрированной серной кислоты в количестве 2 мас.%, температура процесса составляет 115°C. Очистку продукта проводят отстаиванием и ректификацией. Затем смешивают 95-99 мас.% малосернистого дизельного топлива, 1-5 мас.% бутиловых эфиров рапсового масла и 0,1 мас.% антиокислительной добавки и получают образцы 40 ЭЧДТ. Наименьший диаметр пятна износа равен 216 мкм при количестве биодобавки 5%.

45 Недостатком данного способа является низкая смазывающая способность, а также достаточно высокое содержание общей серы, поэтому эффект при применении данной биодобавки достигается в том числе и за счет высокого содержания серы в топливе, что не отвечает требованиям российских и зарубежных стандартов, а также перспективам развития и улучшения качества дизельного топлива.

Техническим результатом является улучшение смазывающей способности ЭЧДТ, что повышает ресурс дизельного двигателя, предотвращает преждевременный износ

деталей топливной аппаратуры, а также снижает содержание токсичных выхлопов с отработанными газами. Данный способ позволяет получить биодобавки с высоким выходом продукта и низкой себестоимостью и конечное топливо, соответствующее действующему ГОСТ Р 52368, а также расширить сырьевую базу и ассортимент товарной продукции нефтеперерабатывающего предприятия.

Технический результат достигается тем, что в качестве биодобавки используют бутиловый эфир рыжикового масла, количество которого в смеси с гидроочищенным дизельным топливом достигает 10 мас.%, при этом массовое соотношение при компаундировании полученных компонентов составляет:

10	Гидроочищенное дизельное топливо	90-99
	Биодобавка (бутиловые эфиры рыжикового масла)	1-10

Способ поясняется следующими фигурами:

фиг. 1 - физико-химические характеристики базового компонента ЭЧДТ - гидроочищенного дизельного топлива и биодобавки по предлагаемому изобретению;  
фиг. 2 - физико-химические свойства ЭЧДТ по прототипу и предлагаемому изобретению.

Способ осуществляется следующим образом.

Для получения биодобавки (фиг. 1) осуществляют синтез эфира путем проведения реакции переэтерификации триглицеридов рыжикового масла нормальным бутиловым спиртом. Процесс переэтерификации рыжикового масла нормальным бутиловым спиртом проводят следующим образом. В трехгорлой колбе объемом 250 мл готовят смесь реагентов: нормальный бутиловый спирт и рыжиковое масло. Мольное соотношение спирт: масло составляет 6:1, массовое - 1:2,06. В трехгорлую колбу помещают мешалку, устанавливают обратный водяной холодильник и ртутный термометр. Колбу ставят на песчаную баню. Интенсивность перемешивания регулируют на мешалке, устанавливают 250 оборотов в минуту. Нагревают до 115°C и одновременно начинают перемешивание. После нагревания масла к нему добавляют спирт и катализатор - концентрированную серную кислоту, отмеренную пипеткой в количестве 2 мас.%. По окончании опытов смесь продуктов остужают, отстаивают в течение 2 дней, затем разделяют на фазы - эфирную и глицериновую. После для лучшего разделения проводят ректификацию.

Полученную эфирную биодобавку компаундируют с гидроочищенным дизельным топливом в соотношениях 1-99%, 5-95% и 10-90% соответственно. Диаметр пятна износа исходного топлива равен 443 мкм.

Пример 1. Гидроочищенное дизельное топливо получают на установке глубокой гидроочистки с содержанием серы не выше 10 ppm (фиг. 1). Биодобавку получают в процессе переэтерификации рыжикового масла нормальным бутиловым спиртом в присутствии катализатора - концентрированной 98% серной кислоты. После окончания синтеза проводят тщательную очистку полученных групп эфиров от глицерина и катализатора и смешивают их с базовым гидроочищенным дизельным топливом в соотношении 1:99 мас.% соответственно.

По физико-химическим показателям (плотность при 20°C, кинематическая вязкость при 40°C, температура застывания) данная смесь с соотношением компонентов 1:99 мас.% (биодобавка: дизельное топливо) удовлетворяет российскому стандарту ГОСТ Р 52368 (фиг. 2).

При введении данного количества экологически чистой биодобавки содержание серы в дизельном топливе снижается до 9 ppm (3 вид), что подтверждает хорошие

экологические свойства топлива. При этом диаметр пятна износа уменьшается до 281 мкм, это на 36,6% меньше чем у исходного топлива (фиг. 2).

Пример 2. Гидроочищенное дизельное топливо получают на установке глубокой гидроочистки с содержанием серы не выше 10 ppm (фиг. 1). Биодобавку получают в процессе переэтерификации рыжикового масла нормальным бутиловым спиртом в присутствии катализатора - концентрированной 98% серной кислоты. После окончания синтеза проводят тщательную очистку полученных групп эфиров от глицерина и катализатора и смешивают их с базовым гидроочищенным дизельным топливом в соотношении 5:95 мас.% соответственно.

По физико-химическим показателям (плотность при 20°C, кинематическая вязкость при 40°C, температура застывания) данная смесь с соотношением компонентов 5:95 мас.% (биодобавка: дизельное топливо) удовлетворяет российскому стандарту ГОСТ Р 52368 (фиг. 2).

При введении данного количества экологически чистой биодобавки содержание серы в дизельном топливе снижается до 16 ppm (2 вид), что подтверждает хорошие экологические свойства топлива. При этом диаметр пятна износа уменьшается до 174 мкм, это на 60,7% меньше чем у исходного топлива (фиг. 2).

Пример 3. Гидроочищенное дизельное топливо получают на установке глубокой гидроочистки с содержанием серы не выше 10 ppm (фиг. 1). Биодобавку получают в процессе переэтерификации рыжикового масла нормальным бутиловым спиртом в присутствии катализатора - концентрированной 98% серной кислоты. После окончания синтеза проводят тщательную очистку полученных групп эфиров от глицерина и катализатора и смешивают их с базовым гидроочищенным дизельным топливом в соотношении 10:90 мас.% соответственно.

По физико-химическим показателям (плотность при 20°C, кинематическая вязкость при 40°C, температура застывания) данная смесь с соотношением компонентов 10:90 мас.% (биодобавка: дизельное топливо) удовлетворяет российскому стандарту ГОСТ Р 52368 (фиг. 2).

При введении данного количества экологически чистой добавки содержание серы в дизельном топливе равно до 24 ppm (2 вид). При этом диаметр пятна износа уменьшается до 269 мкм, это на 39,3% меньше чем у исходного топлива (фиг. 2).

Таким образом, предлагаемая технология позволяет получить экологически чистое дизельное топливо с улучшенной смазывающей способностью и низким содержанием общей серы.

#### (57) Формула изобретения

Способ получения экологически чистого дизельного топлива (ЭЧДТ) путем смешения исходного дизельного топлива с биодобавкой - продуктом переэтерификации растительного масла нормальным бутиловым спиртом в присутствии концентрированной серной кислоты, отличающийся тем, что в качестве биодобавки используют бутиловый эфир рыжикового масла, количество которого в смеси с гидроочищенным дизельным топливом достигает 10 мас.%, при этом массовое соотношение при компаундировании полученных компонентов составляет:

Гидроочищенное дизельное топливо

90-99

Биодобавка (бутиловые эфиры рыжикового масла)

1-10

**СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭКОЛОГИЧЕСКИ ЧИСТОГО  
ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА**

	Плотность при 20°C, г/см <sup>3</sup>	Кинематическая вязкость при 40°C, мм <sup>2</sup> /с	Температура застывания, °C	Содержание серы, ppm	Диаметр пятна износа, мкм
Г/О ДТ	0,8340	2,79	- 17	7,5	443
Биодобавка (эфир)	0,8766	4,57	- 10	172,0	553

Фиг.1

	Плотность при 20°C, г/см <sup>3</sup>	Кинематическая вязкость при 40°C, мм <sup>2</sup> /с	Температура застывания, °C	Содержание серы, ppm	Диаметр пятна износа, мкм
Прототип	0,8350	-	- 11	325	216
<b>Образец 1</b> (пример 1)	0,8340	2,80	-17	9	281
<b>Образец 2</b> (пример 2)	0,8360	2,86	-16	16	174
<b>Образец 3</b> (пример 3)	0,8380	2, 93	-15	24	269
<b>ГОСТ Р 52368</b>	0,8160 – 0,8417	2,00 – 4,50		Не более 10 (3 вид) Не более 50 (2 вид) Не более 350 (1 вид)	<460

Фиг.2