

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2788732

СПОСОБ ОЧИСТКИ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ ОТ ЩЕЛОЧНОГО ГОМОГЕННОГО КАТАЛИЗАТОРА

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

Авторы: *Косолапова Софья Михайловна (RU), Качина Юлия Михайловна (RU), Рудко Вячеслав Алексеевич (RU), Пягай Игорь Николаевич (RU)*

Заявка № 2022119091

Приоритет изобретения 13 июля 2022 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 24 января 2023 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 13 июля 2042 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





(51) МПК
C11C 3/10 (2006.01)
C07C 69/003 (2006.01)
C07C 68/08 (2006.01)
C10L 1/08 (2006.01)

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C11C 3/10 (2022.08); *C07C 69/003* (2022.08); *C07C 68/08* (2022.08); *C10L 1/08* (2022.08)

(21)(22) Заявка: 2022119091, 13.07.2022

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.07.2022

Дата регистрации:
24.01.2023

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.07.2022

(45) Опубликовано: 24.01.2023 Бюл. № 3

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
 ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский ГУ",
 Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Косолапова Софья Михайловна (RU),
 Качина Юлия Михайловна (RU),
 Рудко Вячеслав Алексеевич (RU),
 Пягай Игорь Николаевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете
 о поиске: GB 2455900 A, 01.07.2009. US
 2005108921 A1, 26.05.2005. WO 2020176512 A1,
 03.09.2020. RU 2425024 C2, 27.07.2011.

(54) СПОСОБ ОЧИСТКИ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ ОТ ЩЕЛОЧНОГО ГОМОГЕННОГО КАТАЛИЗАТОРА

(57) Реферат:

Изобретение относится к производству биотоплива, конкретно к способу очистки эфиров жирных кислот от щелочного гомогенного катализатора, включающему выпаривание остаточного количества одноатомного спирта, содержащегося в количестве от 10 до 20 масс.%, из эфиров жирных кислот, промывку водой остатка от выпаривания и выделение сложных эфиров жирных кислот сушкой, характеризующемуся тем, что выпаривание смеси эфиров жирных кислот C_{16} - C_{22} проводят при нормальном атмосферном давлении и температуре от 55 до 70°C в течение от 4 до 6 часов, барботируют углекислым газом с расходом

газа от 20 до 40 мл/сек при температуре от 25 до 50°C в течение от 5 до 10 минут, затем промывают дистиллированной водой при температуре от 35 до 40°C в течение не менее 2 часов со скоростью подачи от 1,7 до 5,4 мл/мин с получением очищенной смеси эфиров жирных кислот с содержанием натрия, калия или их смеси не более 5 ppm и промывочной воды, содержащей карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, которую подвергают сорбционной очистке и возвращают в процесс. Техническим результатом изобретения является повышение степени очистки эфиров жирных кислот от щелочного катализатора. 3 табл., 10 пр.

RU 2 788 732 C1

RU 2 788 732 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C11C 3/10 (2006.01)
C07C 69/003 (2006.01)
C07C 68/08 (2006.01)
C10L 1/08 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C11C 3/10 (2022.08); C07C 69/003 (2022.08); C07C 68/08 (2022.08); C10L 1/08 (2022.08)(21)(22) Application: **2022119091, 13.07.2022**(24) Effective date for property rights:
13.07.2022Registration date:
24.01.2023

Priority:

(22) Date of filing: **13.07.2022**(45) Date of publication: **24.01.2023** Bull. № 3

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij GU", Patentno-
litsenzyonnyj otdel**

(72) Inventor(s):

**Kosolapova Sofia Mikhailovna (RU),
Kachina Iuliia Mikhailovna (RU),
Rudko Viacheslav Alekseevich (RU),
Piagai Igor Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet» (RU)**(54) **METHOD FOR PURIFYING FATTY ACID ETERS FROM ALKALINE HOMOGENEOUS CATALYST**

(57) Abstract:

FIELD: biofuels.

SUBSTANCE: invention relates to the production of biofuels, specifically to a method for purifying fatty acid esters from an alkaline homogeneous catalyst, which includes evaporating the residual amount of monohydric alcohol contained in an amount of 10 to 20 wt.% from fatty acid esters, washing the evaporation residue with water and isolating esters fatty acids by drying, characterized in that the evaporation of a mixture of C₁₆-C₂₂ fatty acid esters is carried out at normal atmospheric pressure and a temperature of 55 to 70 ° C for 4 to 6 hours, carbon dioxide is bubbled

with a gas flow rate of 20 to 40 ml/s at a temperature of 25 to 50°C for 5 to 10 minutes, then washed with distilled water at a temperature of 35 to 40°C for at least 2 hours with a flow rate of 1.7 to 5.4 ml/min to obtain a purified mixture of fatty acid esters containing sodium, potassium or a mixture of not more than 5 ppm and washing water containing carbonates and bicarbonates of alkali metals, which is subjected to sorption cleaning and return to the process.

EFFECT: increasing the degree of purification of fatty acid esters from an alkaline catalyst.

1 cl, 3 tbl, 10 ex

Изобретение относится к области получения жидкого биотоплива из отходов или продуктов растительного происхождения.

Известен способ обработки растительного масла (Патент РФ № 2365625, опубл. 27.08.2009), включающий очистки эфиров жирных кислот экстракцией диоксидом углерода в сверхкритических условиях при расходе диоксида углерода 40 л/ч при температуре 350°C и давлении 35 МПа, полученную гомогенную смесь подают в первый сепаратор для отделения глицерина от целевого продукта при давлении 0,5 МПа и температуре 20-30°C, целевой продукт подают во второй сепаратор для отделения этилового эфира жирной кислоты от диоксида углерода при давлении 0,2 МПа и температуре 15°C.

Недостатками данного способа является недостаточная фильтрация полученной смеси эфиров, а также повышенное давление диоксида углерода в процессе экстракции, которое усложняет технологическую схему процесса.

Известен способ получения биодизельного топлива (Заявка на патент США № 2005108927, опубл. 26.05.2005), включающий очистку эфиров жирных кислот от гомогенного катализатора. В качестве катализатора реакции переэтерификации используют гидроксид натрия или гидроксид калия в количестве 0,55 вес. %. Смесь сложного эфира и глицерина подвергают разделению в течение не менее 4 часов, а сложный эфир верхнего слоя очищают обычным способом в течение не менее 8 часов. Процесс разделения, а также очистки повторяют не менее трех раз подряд, чтобы получить биодизель.

Недостатком данного способа является высокая концентрация используемого катализатора, что приводит к более сложной степени очистки смеси сложного эфира.

Известен способ получения метиловых эфиров жирных кислот из триглицеридов жирных кислот (Патент США № 6712867, опубл. 30.03.2004), включающий очистку эфиров жирных кислот от щелочного гомогенного катализатора. После завершения реакции спирт отделяют дистилляцией, затем под действием силы тяжести или центрифугирования разделяют глицериновую фазу, а оставшиеся гидроксид-ионы нейтрализуют с помощью растворов кислот.

Недостатком данного способа является образование кислых стоков в процессе очистки.

Известен способ получения биодизельного топлива (Патент РФ № 2440416, опубл. 20.01.2012), включающий очистку эфиров жирных кислот от щелочного гомогенного катализатора, которую осуществляют сепарацией исходного сырья с образованием двух фракций - глицерина и смеси эфиров, смесь эфиров подвергают фильтрованию, сорбционной очистке и обезвоживанию.

Недостатком данного способа является наличие отходов отработанного сорбента, который образуется в процессе сорбционной очистки смеси эфиров.

Известен способ производства биодизельного топлива с улучшенными фильтрационными характеристиками (Патент Великобритании № GB2455900, опубл. 21.01.2009), взятый за прототип, включающий очистку от гомогенного щелочного катализатора, присутствующего в фазе смеси эфиров жирных кислот, которая осуществляется выпариванием остаточного количества одноатомного спирта из смеси эфиров жирных кислот при пониженном давлении, обработкой спиртовым раствором сильной кислотой, взятой в стехиометрическом избытке, удалением образовавшегося спирта, путем выпаривания при пониженном давлении, промывкой водой остатка от выпаривания и выделением сложных эфиров жирных кислот сушкой.

Недостатками данного способа является образование кислых стоков на стадии

обработки спиртовым раствором сильной кислоты смеси эфиров и многостадийность процесса, включая повторение стадии выпаривания спирта из-за применения спиртового раствора сильной кислоты в процессе очистки.

5 Техническим результатом является повышение степени очистки эфиров жирных кислот от щелочного катализатора.

Технический результат достигается тем, что что выпаривание смеси эфиров жирных кислот C_{16} - C_{22} проводят при нормальном атмосферном давлении и температуре от 55 до 70°C в течение от 4 до 6 часов, барботируют углекислым газом с расходом газа от 20 до 40 мл/сек при температуре от 25 до 50°C в течение от 5 до 10 минут, затем 10 промывают дистиллированной водой при температуре от 35 до 40°C в течении не менее 2 часов со скоростью подачи от 1,7 до 5,4 мл/мин с получением очищенной смеси эфиров жирных кислот с содержанием натрия, калия или их смеси не более 5 ppm, и промывочной воды, содержащей карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, которую подвергают сорбционной очистке и возвращают в процесс.

15 Способ осуществляется следующим образом. В качестве сырья используется продукт гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла - смесь эфиров жирных кислот C_{16} - C_{22} , содержащую остатки растворенного щелочного катализатора концентрацией от 3 до 10 г/л и одноатомного спирта в количестве от 10 до 20% массы смеси. Смесь эфиров жирных кислот помещают в реакционный аппарат и подвергают 20 выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при температуре от 50 до 70°C и нормальном атмосферном давлении в течение от 4 до 8 часов. Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор, барботируют углекислым газом при температуре от 25 до 50°C со скоростью подачи газа от 20 до 40 мл/сек в течение от 5 до 10 минут. В процессе барботажа углекислым газом происходит 25 карбонизация гидроксидов щелочных металлов, в результате которой получают смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов. Качество проведения реакции карбонизации определяют по установлению постоянных значений pH в интервале значений от 8,35 до 8,87 после барботажа.

30 Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую примеси карбонатов и гидрокарбонатов щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре от 35 до 40°C в течении не менее 2 часов со скоростью подачи воды от 1,7 до 5,4 мл/мин. В результате стадии промывки получают смесь эфиров жирных кислот с содержанием натрия, калия и их смеси не более 5 ppm и промывочную воду, 35 содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов и примеси эфиров жирных кислот. Качество очистки смеси эфиров жирных кислот от щелочного гомогенного катализатора определяют по содержанию не более 5 ppm натрия, калия или их смеси после промывки дистиллированной водой. Полученную промывочную воду направляют в емкостной аппарат на сорбционную очистку и возвращают в процесс. 40 Полученная смесь эфиров жирных кислот является итоговым продуктом и может быть использована в качестве основы жидкого биотоплива либо органической добавки к дизельному топливу для получения биодизельного топлива.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. Смесь эфиров жирных кислот C_{16} - C_{22} с начальной концентрацией КОН 45 3,0 г/л и содержанием спирта в количестве 5%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 45°C в течении 8 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую

растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 15 мл/сек при температуре 21°C в течение 11 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 1,62. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 30°C в течении 3,5 часа со скоростью подачи воды 1,5 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот 0,5 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 2. Смесь эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ с начальной концентрацией КОН 3,0 г/л и содержанием спирта в количестве 10%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 50°C в течении 7 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 45 мл/сек при температуре 55°C в течение 4 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,09. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 35°C в течении 2,5 часа со скоростью подачи воды 1,6 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 6,5 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 3. Смесь эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ с начальной концентрацией КОН 3,0 г/л и содержанием спирта в количестве 15%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 55°C в течении 6 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 20 мл/сек при температуре 24°C в течение 12 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,23. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 30°C в течении 2,5 часа со скоростью подачи воды 1,7 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 4,5 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 4. Смесь эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ с начальной концентрацией КОН 3,0 г/л и содержанием спирта в количестве 20%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 60°C в течении 5,5 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 40 мл/сек при температуре 23°C в течение 6 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,13. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 35°C в течении 2 часа со скоростью подачи воды 1,9 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 4,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 5. Смесь эфиров жирных кислот $C_{16}-C_{22}$ с начальной концентрацией КОН 6,4 г/л и содержанием спирта в количестве 25%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 65°C в течении 5 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 25 мл/сек при температуре 25°C в течение 7 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 1,98. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 40°C в течении 1,5 часа со скоростью подачи воды 3,4 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот 5,5 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 6. Смесь эфиров жирных кислот $C_{16}-C_{22}$ с начальной концентрацией КОН 4,6 г/л и содержанием спирта в количестве 20%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 70°C в течении 4 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 30 мл/сек при температуре 30°C в течение 8 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 1,95. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 35°C в течении 1 часа со скоростью подачи воды 5,4 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 2,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 7. Смесь эфиров жирных кислот $C_{16}-C_{22}$ с начальной концентрацией КОН 7,6 г/л и содержанием спирта в количестве 20%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 75°C в течении 3,5 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 20 мл/сек при температуре 35°C в течение 3 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 1,81. После барботажа смесь эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 40°C в течении 2 часа со скоростью подачи воды 1,8 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 1,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 8. Смесь эфиров жирных кислот $C_{16}-C_{22}$ с начальной концентрацией КОН 3,8 г/л и содержанием спирта в количестве 15%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 80°C в течении 3 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 35 мл/сек при температуре 40°C в течение 10 минут. В процессе барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний

pH составило 1,92. После барботажной смеси эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 40°C в течение 2 часа со скоростью подачи воды 1,9 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 0,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 9. Смесь эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ с начальной концентрацией КОН 3,3 г/л и содержанием спирта в количестве 20%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 70°C в течение 4 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 20 мл/сек при температуре 45°C в течение 5 минут. В процессе барботажной каждые от 10 до 20 секунд фиксируют pH. В процессе карбонизации падение показаний pH составило 1,68. После барботажной смеси эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 40°C в течение 2 часа со скоростью подачи воды 1,9 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот содержит 0,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Пример 10. Смесь эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ с начальной концентрацией КОН 3,6 г/л и содержанием спирта в количестве 20%, полученную методом гомогенной щелочной переэтерификации растительного масла, подвергают выпариванию от остаточного количества одноатомного спирта при атмосферном давлении и температуре 70°C в течение 4 часов (табл. 1). Полученную смесь эфиров жирных кислот, содержащую растворенный катализатор через диспергатор барботируют углекислым газом со скоростью 20 мл/сек при температуре 50°C в течение 5 минут. В процессе барботажной каждые от 10 до 20 секунд фиксируют pH. В процессе карбонизации падение показаний pH составило 1,85. После барботажной смеси эфиров жирных кислот, содержащую карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, промывают дистиллированной водой при температуре 40°C в течение 2 часа со скоростью подачи воды 1,9 мл/мин (табл. 2,3). Очищенная смесь эфиров жирных кислот 0,0 ppm смеси натрия и калия (табл. 3).

Таблица 1 - Параметры процесса выпаривания остаточного количества спирта

Пример	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Концентрация спирта в исходной смеси	5	10	15	20	25	20	20	15	20	20
Температура выпаривания спирта, °C	45	50	55	60	65	70	75	80	70	70
Время выпаривания, ч	8,0	7,0	6,0	5,5	5,0	4,0	3,5	3,0	4,0	4,0

Таблица 2 - Параметры процесса барботажной эфиров жирных кислот углекислым газом

Пример	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Концентрация КОН в исходной смеси, г/л	3,0	3,0	3,0	3,0	6,2	4,6	7,6	3,8	3,3	3,6
Температура барботажной, °C	21	55	24	23	25	30	35	40	45	50
Расход газа, мл/сек	15	45	20	40	25	30	20	35	20	20
Время барботажной	11	4	12	6	7	8	3	10	5	5
Падение значения pH при карбонизации	1,62	2,09	2,23	2,13	1,98	1,95	1,81	1,92	1,68	1,85
Расход CO ₂ , л/гКОН	13,3	5,0	11,5	7,5	4,1	5,1	3,0	5,9	4,2	4,2

Таблица 3 - Параметры процесса промывки эфиров жирных кислот.

Пример	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Скорость подачи воды, мл/мин	1,5	1,6	1,7	1,9	3,4	5,4	1,8	1,9	1,9	1,9
Время промывки, ч	3,0	2,5	2,5	2,0	1,5	1,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Содержание натрия и калия в очищенной смеси, ppm	0,5	6,5	4,5	4,0	5,5	2,0	1,0	0,0	0,0	0,0

Таким образом, предлагаемый способ очистки от щелочного катализатора позволяет повысить степень очистки эфиров жирных кислот и достичь содержания натрия, калия или их смеси, не превышающего 5 ppm в соответствии с международным стандартом ASTM D 6751-15a.

(57) Формула изобретения

Способ очистки эфиров жирных кислот от щелочного гомогенного катализатора, включающий выпаривание остаточного количества одноатомного спирта, содержащегося в количестве от 10 до 20 масс.%, из эфиров жирных кислот, промывку водой остатка от выпаривания и выделение сложных эфиров жирных кислот сушкой, отличающийся тем, что выпаривание смеси эфиров жирных кислот C₁₆-C₂₂ проводят при нормальном атмосферном давлении и температуре от 55 до 70°C в течение от 4 до 6 часов, барботируют углекислым газом с расходом газа от 20 до 40 мл/сек при температуре от 25 до 50°C в течение от 5 до 10 минут, затем промывают дистиллированной водой при температуре от 35 до 40°C в течение не менее 2 часов со скоростью подачи от 1,7 до 5,4 мл/мин с получением очищенной смеси эфиров жирных кислот с содержанием натрия, калия или их смеси не более 5 ppm и промывочной воды, содержащей карбонаты и гидрокарбонаты щелочных металлов, которую подвергают сорбционной очистке и возвращают в процесс.