

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-
litsenzionnyj 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 барботажки каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 1,62. После барботажки 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 барботажки каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,09. После барботажки 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 барботажки каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,23. После барботажки 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 барботажки каждые от 10 до 20 секунд фиксируют рН. В процессе карбонизации падение показаний рН составило 2,13. После барботажки 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 барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют pH. В процессе карбонизации падение показаний pH составило 1,68. После барботажа смесь 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 барботажа каждые от 10 до 20 секунд фиксируют pH. В процессе карбонизации падение показаний pH составило 1,85. После барботажа смесь 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 барботажа 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 барботажа, °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 барботажа	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.