

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
№ 2826996

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БИОДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

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

Авторы: *Еремеева Анжелика Михайловна (RU), Ильюшин Юрий Валерьевич (RU)*

Заявка № 2024106664

Приоритет изобретения 14 марта 2024 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 19 сентября 2024 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 14 марта 2044 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C07C 67/03 (2024.08); C10L 1/02 (2024.08); C11C 3/04 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2024106664, 14.03.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
14.03.2024Дата регистрации:
19.09.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 14.03.2024

(45) Опубликовано: 19.09.2024 Бюл. № 26

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
ФГБОУ ВО "Санкт-Петербургский горный
университет императрицы Екатерины II",
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Еремеева Анжелика Михайловна (RU),
Ильющин Юрий Валерьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2631423 C2, 22.09.2017. RU
2775575 C2, 04.07.2022. UA 88409 C2, 12.10.2009.
DE 102008050935 A1, 15.04.2010. MX 2015017460
A1, 15.06.2017.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ БИОДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

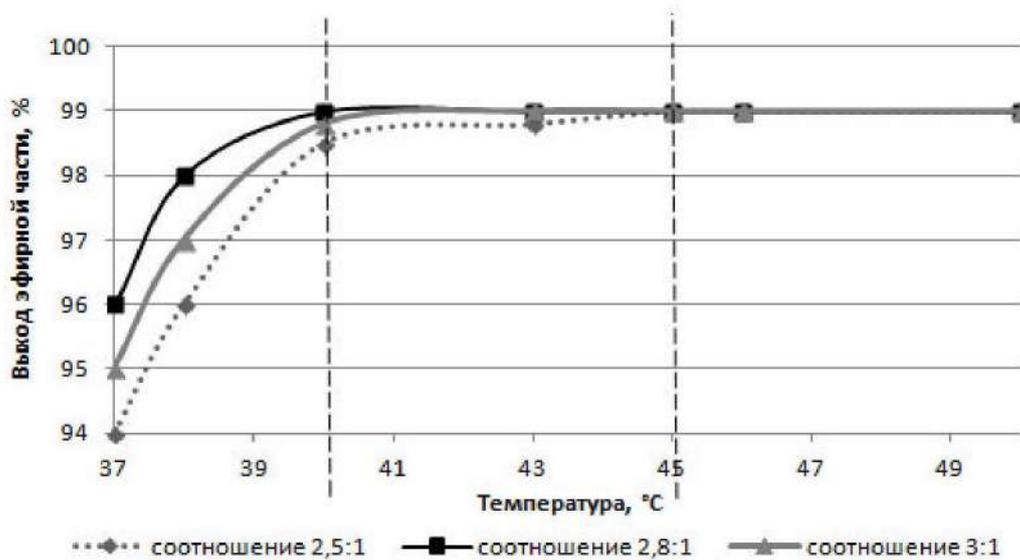
(57) Реферат:

Изобретение относится к способу получения биодизельного топлива, включающему подготовку сырья, нагревание и получение топлива при смешивании сырья со спиртом с добавлением катализатора, разделение на биодизельное топливо и глицерин, в качестве сырья используют растительное сырье масличных культур. Способ характеризуется тем, что в качестве сырья используется смесь растительного и предварительного очищенного отработанного растительного масел в соотношении от 2,5:1 до 3:1, которые подают одновременно двумя потоками в первый реактор переэтерификации, смешивают спирт со щелочным катализатором, подают в дозатор, где разделяют на две части, 80% смеси подают в верхнюю часть первого ректора переэтерификации, и 20% смеси подают в верхнюю часть второго ректора переэтерификации, реакция в реакторах проходит при температуре от 40 до 45 °С в период от 50 до 60 мин, при этом после окончания реакции из

первого реактора отводят смесь сложных эфиров с глицериновой частью в сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию, и эфирной части, которую направляют во второй реактор с получением смеси сложных эфиров с глицериновой частью, которую направляют во второй сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию, и неочищенное биодизельное топливо, которое направляют в первый скруббер, куда подают 50%-ную серную кислоту с получением продуктов нейтрализации, которые отправляют на переработку или утилизацию, и полуочищенного биодизельного топлива, которое отправляют во второй скруббер, в который подают чистую воду, с получением жидких отходов, направляемых на переработку или утилизацию, и биодизельного топлива, направляемого в первый испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну, и биодизельное

топливо с чистотой не менее 99,4%, которое направляют во второй испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну, и биодизельное топливо, которое охлаждают, а затем фильтруют с получением твердой фазы, которую отправляют на

утилизацию, и жидкой фазы – товарного биодизельного топлива с чистотой не менее 99,95%. Использование предлагаемого способа позволяет получить биодизельное топливо высокого качества и высокой степени очистки. 3 ил., 1 табл.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C07C 67/03 (2006.01)
C10L 1/02 (2006.01)
C11C 3/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

C07C 67/03 (2024.08); C10L 1/02 (2024.08); C11C 3/04 (2024.08)(21)(22) Application: **2024106664, 14.03.2024**(24) Effective date for property rights:
14.03.2024Registration date:
19.09.2024

Priority:

(22) Date of filing: **14.03.2024**(45) Date of publication: **19.09.2024** Bull. № 26

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, FGBOU
VO "Sankt-Peterburgskij gornyj universitet
imperatritsy Ekateriny II", Patentno-litsenziornyj
otdel**

(72) Inventor(s):

**Eremeeva Anzhelika Mikhailovna (RU),
Iliushin Iurii Valerevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet imperatritsy Ekateriny II» (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING BIODIESEL FUEL**

(57) Abstract:

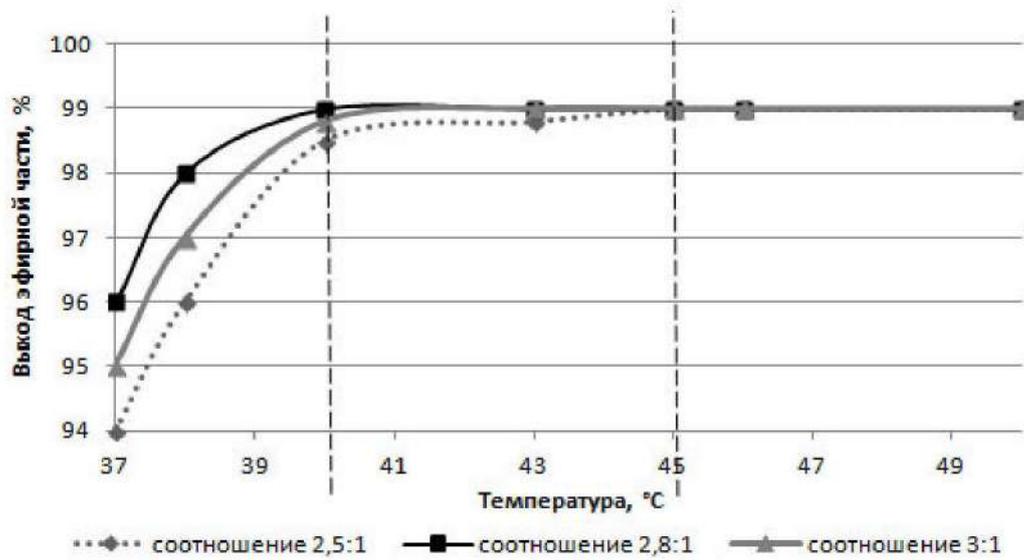
FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to a method of producing biodiesel fuel, which includes preparation of raw materials, heating and obtaining fuel when mixing raw materials with alcohol with the addition of a catalyst, separation into biodiesel fuel and glycerine; vegetable raw material of oil crops is used as raw material. Method is characterized by that raw material used is a mixture of vegetable and preliminary purified vegetable oils in ratio of 2.5:1 to 3:1, which are fed simultaneously in two streams into a first re-esterification reactor, mixing alcohol with an alkaline catalyst, fed into a batcher, where it is divided into two parts, 80% of the mixture is fed into the upper part of the first re-esterification reactor, and 20% of the mixture is fed into the upper part of the second re-esterification reactor, the reaction in the reactors takes place at temperature of 40 to 45 °C in period from 50 to 60 minutes, wherein after the end of the reaction, a mixture of esters with a glycerol part is discharged into a separator, to obtain a glycerine part, which is sent for further processing or recycling, and an ether part, which

is sent to a second reactor to obtain a mixture of esters with a glycerine part, which is sent to a second separator, to obtain a glycerine part, which is sent for further processing or recycling, and crude biodiesel fuel, which is sent to a first scrubber, where 50% sulphuric acid is supplied to obtain neutralization products, which are sent for processing or recycling, and semi-purified biodiesel fuel, which is sent to a second scrubber, into which pure water is supplied, to obtain liquid wastes sent for processing or recycling, and biodiesel fuel, which is sent to a first evaporator to obtain water, which is sent to a distillation column, and biodiesel with purity of not less than 99.4%, which is sent to a second evaporator to obtain water, which is sent to a distillation column, and biodiesel fuel, which is cooled and then filtered to obtain a solid phase, which is sent for recycling, and a liquid phase – commercial biodiesel fuel with purity of not less than 99.95%.

EFFECT: use of the proposed method enables to obtain biodiesel fuel of high quality and high degree of purity.

1 cl, 3 dwg, 1 tbl



Фиг. 1

Изобретение относится к способам получения биодизельного топлива, которое применяется в качестве компонента экологически чистого вида топлива для дизельных двигателей.

Известен способ получения биодизельного топлива (патент РФ № 2393006, опубл. 27.06.2010), который включает смешивание растительного масла, спирта и катализатора, кавитационную обработку смеси до получения однородной эмульсии и разделение эмульсии на биодизель и глицерин, осуществляемое воздействием центробежного поля, затем полученный биодизель смешивают с дизельным топливом и отработанным моторным маслом в следующем объемном соотношении: биодизель до 50 %, дизельное топливо до 65 %, отработанное моторное масло до 5 %, а для получения биодизельного топлива смесь повторно подвергают кавитационной обработке, полученное биодизельное топливо очищают от механических примесей воздействием центробежного поля.

Недостатками данного способа является длительность процесса более 2 часов, несоответствие потребительских характеристик полученного биодизельного топлива стандартам для дизельного топлива.

Известен способ получения биодизельного топлива (патент РФ № 2440416, опубл. 20.01.2012), включающий подготовку растительного масла с нагревом до 80°C, так, что перед нагревом растительное масло смешивают с 1%-ным водным раствором энзимопробиотического препарата серии «Экофрэнд» и выдерживают полученную смесь в течение 24 ч при температуре 23-27°C, затем по истечении 24 ч выдерживания смесь растительного масла с этим препаратом нагревают до вышеуказанной температуры нагрева, причем продукты берут в следующем соотношении, мас./ч.: растительное масло, 1 %-ный водный раствор энзимопробиотического препарата серии «Экофрэнд», гидроокись калия в этаноле; проведение щелочного этанолиза при помощи гидроокиси калия в этаноле молярной концентрации 2 моль/дм³ с получением эфирно-глицериновой смеси, которую сепарируют с образованием двух фракций - глицерина и смеси эфиров, смесь эфиров (биодизельное топливо) подвергают фильтрованию, сорбционной очистке и обезвоживанию, полученное биодизельное топливо складывают.

Недостатком способа является недостаточная фильтрация полученной смеси эфиров биодизельного топлива, необходимость выдержки компонентов смеси в течение 24 ч, а также использование дополнительного препарата серии «Экофрэнд».

Известен способ получения биодизельного топлива из растительных масел (патент РФ № 2346027, опубл. 10.07.2008), включающий смешивание растительных масел с водородосодержащим газом, нагрев смеси в трубной печи, подачу в реактор гидрокрекинга.

Недостатками способа являются получение дизельного топлива с недостаточными низкотемпературными свойствами, большой длительностью процесса, высокие температуры процесса, многостадийность процесса из-за предварительного этапа получения водородосодержащего газа.

Известен способ производства биотоплива на основе рапсового масла для дизельных автотракторных двигателей (патент РФ № 2393209, опубл. 27.06.2010), включающий нейтрализацию жирных кислот рапсового масла, отделение выпавшего осадка, смешивание очищенного рапсового масла с дизельным топливом, использующий для нейтрализации жирных кислот рапсового масла 20%-ный раствор едкого кали в количестве 0,25% от объема рапсового масла, а соотношение очищенного рапсового масла с дизельным топливом - 2,5:1 соответственно.

Недостатком способа является наличие в продукте нежелательных примесей, в том

числе восковых веществ; смесевое топливо на основе нейтрализованного рапсового масла, полученное по известному способу можно использовать только при положительных температурах окружающего воздуха; более высокая вязкость масла по сравнению с вязкостью дизельного топлива не позволяет полностью сгорать ему в двигателях транспортного средства.

Известен способ производства биодизельного топлива на основе рапсового масла для дизельных автотракторных двигателей (патент РФ № 2735081, опубл. 28.10.2020), который включает отделение выпавшего осадка в рапсовом масле методом кларификации, тонкую очистку рапсового масла путем фильтрации, добавление в него дизельного топлива в соотношении 2:1 и проведение кавитационного диспергирования продолжительностью 30-40 минут при температуре 70°C, контроль качества перемешивания, если перемешивание равномерное, то биодизельное топливо отправляют на хранение, если неравномерное, то его дополнительно перемешивают, затем происходит смешивание очищенного рапсового масла с дизельным топливом.

Недостатками способа является низкая степень очистки биодизельного топлива, несоответствие качества биодизельного топлива стандартам для дизельного топлива, многостадийность процесса, большое количество выбросов при сжигании данного топлива.

Известен способ получения биодизельного топлива (патент РФ № 2412236, опубл. 20.02.2011) путем переэтерификации растительного масла спиртом, разделения полученных продуктов экстракцией в сверхкритических условиях диоксидом углерода, при этом используют рапсовое масло и этиловый спирт, которые смешивают в объемном соотношении 0,5-1,0:10-15 до гомогенного состояния, полученную смесь подвергают переэтерификации при температуре 250-280°C, давлении 15-20 МПа, в течение 5-10 мин, охлаждают смесь и подают в экстрактор, где проводят экстракцию диоксидом углерода при расходе диоксида углерода 20-35 л/ч, температуре 250-280°C, давлении 15-20 МПа, полученную гомогенную смесь подают в первый сепаратор для отделения глицерина при давлении 0,2-0,3 МПа и температуре 5-10°C, затем во второй сепаратор для отделения целевого продукта от диоксида углерода при давлении 0,1-0,15 МПа и температуре 15-20°C.

Недостатком способа является использование дополнительно большого объема диоксида углерода, и сверхкритических условий.

Известен способ получения жидкого биотоплива (патент РФ № 2385900, опубл. 10.04.2010), принятый за прототип, включающий подготовку сырья, нагревание с последующей обработкой и получение топлива, нагревание сырья ведут при температуре 55-56°C с последующим отделением влаги и примеси, обработку сырья проводят в реакционном котле при смешивании сырья со спиртом с добавлением катализатора, при этом процесс ведут при температуре 120-150°C, разделяют биодизельное топливо и глицерин, очищают биодизельное топливо силикатом магния.

Недостатками способа являются недостаточная степень очистки полученной смеси эфиров биодизельного топлива, качество биодизельного топлива не соответствует стандартам для дизельного топлива.

Технологическим результатом является получение биодизельного топлива высокого качества и высокой степени очистки.

Технический результат достигается тем, что в качестве сырья используется смесь растительного и предварительного очищенного отработанного растительного масел в соотношении от 2,5:1 до 3:1, которые подают одновременно двумя потоками в первый реактор переэтерификации, смешивают спирт с щелочным катализатором, подают в

дозатор, где разделяют на две части, 80% смеси подают в верхнюю часть первого ректора переэтерификации, и 20% смеси подают в верхнюю часть второго ректора переэтерификации, реакция в реакторах проходит при температуре от 40 до 45°C в период от 50 до 60 минут, при этом после окончания реакции из первого реактора отводят смесь сложных эфиров с глицериновой частью в сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию и эфирной части, которую направляют во второй реактор с получением смеси сложных эфиров с глицериновой частью, которую направляют во второй сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию, и неочищенное биодизельное топливо, которое направляют в первый скруббер, куда подают 50%-ную серную кислоту с получением продуктов нейтрализации, которые отправляют на переработку или утилизацию, и очищенного биодизельного топлива, которое отправляют во второй скруббер, в который подают чистую воду, с получением жидких отходов, направляемых на переработку или утилизацию, и биодизельного топлива, направляемого в первый испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну и биодизельное топливо с чистотой не менее 99,4%, которое направляют во второй испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну и биодизельное топливо, которое охлаждают, а затем фильтруют с получением твердой фазы, которую отправляют на утилизацию, и жидкой фазы - товарного биодизельного топлива с чистотой не менее 99,95%.

Способ поясняется следующими фигурами:

фиг. 1 - график зависимости выхода биодизельного топлива от температуры реакции;

фиг. 2 - график зависимости выхода биодизельного топлива от времени реакции переэтерификации;

фиг. 3 - график зависимости чистоты биодизельного топлива от температуры выпаривания.

Способ осуществляется следующим образом. Растительное масло и предварительно очищенное от примесей отработанное растительное масло, являющееся отходом пищевой промышленности, подают одновременно двумя потоками в соотношении от 2,5:1 до 3:1 сверху в первый реактор переэтерификации. Поток любого одноатомного, двухатомного и трехатомного спирта предварительно смешивают со щелочным катализатором в смесителе и подают в дозатор, где разделяют на две части - 80 % и 20 %. 80 % спиртовой смеси подают в верхнюю часть первого ректора переэтерификации. Реакция в первом реакторе переэтерификации протекает при температуре от 40 до 45°C, атмосферном давлении, от 50 до 60 минут (фиг. 2). Снизу первого реактора отводят смесь сложных эфиров с глицериновой частью, затем подают в первый сепаратор для отделения эфирной фазы от глицериновой фазы с примесями. Снизу первого сепаратора отводят глицериновую часть на дальнейшую переработку или утилизацию. С боковой части сепаратора отводят эфирную часть, которую подают сверху во второй реактор переэтерификации. Одновременно с эфирной частью оставшиеся 20 % спиртовой смеси подают в верхнюю часть второго ректора переэтерификации. Реакция во втором реакторе переэтерификации протекает при температуре от 40 до 45°C (фиг. 1), атмосферном давлении, от 50 до 60 минут (фиг. 2). Снизу второго реактора отводят смесь сложных эфиров с глицериновой частью, которую подают во второй сепаратор для отделения эфирной фазы от глицериновой фазы с примесями. Снизу второго сепаратора отводят глицериновую часть на дальнейшую переработку или утилизацию. С боковой части второго сепаратора отводят неочищенное биодизельное топливо и направляют в верхнюю часть в первый скруббер. Сверху подают 50%-ную серную

кислоту для реакции нейтрализации спирта и остатков катализатора. Продукты
нейтрализации выводят снизу скруббера и отправляют на дальнейшую ректификацию
или утилизацию. Сбоку нижней части скруббера выводят полуочищенное биодизельное
топливо, и направляют в верхнюю часть второго скруббера, а сверху скруббера подают
5 чистую воду. Биодизельное топливо выводят сбоку с нижней части скруббера и подают
в первый испаритель с падающей пленкой при абсолютном давлении от 240 до 250
мбар и температуре от 130 до 135°C. Сбоку верхней части первого испарителя отводят
воду, которую отправляют в дистилляционную колонну. Снизу первого испарителя
10 выводят биодизельное топливо с чистотой не менее 99,4% и направляют в верхнюю
часть второго испарителя с падающей пленкой при абсолютном давлении от 20 до 25
мбар и температуре от 130 до 135°C. Из верхней части второго испарителя отводят
воду, которую отправляют в дистилляционную колонну. Снизу второго испарителя
15 выводят биодизельное топливо, которое направляют в теплообменник для охлаждения
до температуры в интервале от 35 до 40°C. Далее охлажденное биодизельное топливо
фильтруют с получением твердой фазы, которую отправляют на утилизацию, и жидкой
фазы - товарное биодизельное топливо с чистотой не менее 99,95%.

Способ поясняется следующими примерами. Рапсовое масло с предварительно
очищенным отработанным подсолнечным маслом в соотношении 2,5:1 одновременно
подается в первый реактор переэтерификации, где осуществляется синтез метанолом,
20 предварительно смешанным с гидроксидом калия. Соотношение растительного масла
к отработанному подсолнечному маслу поясняется в (таблице 1), при увеличении доли
отработанного масла увеличивается количество примесей, степень очистки
биодизельного топлива значительно снижается, например, при соотношении 1:1 -
чистота топлива составляет 94 %. Реакция в обоих реакторах проходит при температуре
25 40°C, атмосферном давлении в течение 50 минут. Выбранный температурный диапазон
поясняется (фиг. 1), при снижении температуры ниже 40°C селективность процесса резко
падает, реакция проходит частично, выход биодизельного топлива снижается. При
увеличении температуры выше 45°C выход дизельного топлива не изменяется. Временной
диапазон поясняется (фиг. 2), при уменьшении времени менее 50 минут реакции
30 селективность процесса падает, реакция проходит частично, выход биодизельного
топлива снижается. При увеличении времени более 60 минут выход дизельного топлива
не изменяется. Первый испаритель работает при абсолютном давлении 240 мбар и
температуре 130°C, чистота биодизельного топлива составляет 99,45 %. Температурный
режим в испарителях поясняется (фиг. 3) При понижении температуры ниже 130°C
35 эффективность выпаривания резко снижается, при повышении температуры 135°C - не
изменяется. Второй испаритель работает при абсолютном давлении 20 мбар и
температуре 130°C, чистота биодизельного топлива составляет 99,95 %. После второго
испарителя биодизельное топливо охлаждают до 40°C. При температуре выше 40°C
фильтр не используется. Зависимость результатов чистоты биодизельного топлива от
40 температуры реакторов и соотношения подачи объема растительного масла к объему
отработанного растительного масла приведена в таблице 1.

Таблица 1 - Результаты способа получения биодизельного топлива

№	Соотношение растительного масла и отработанного масла	Выход биодизельного топлива после реактора 2	Чистота топлива
1	1:1	95,0 %	94,00 %
2	2:1	97,0 %	99,80 %
3	2,5:1	99,0 %	99,95 %
4	2,8:1	99,0 %	99,96 %
5	3:1	99,0 %	99,95 %

6	3,2:1	98,0 %	99,85 %
---	-------	--------	---------

Предлагаемый способ позволяет получить биодизельное топливо высокого качества со степенью чистоты 99,95% из смеси растительного и отработанного масел за счет использования двухступенчатого реакторного блока, работающего при температуре от 40 до 45°C, и четырехступенчатой линии очистки готового продукта.

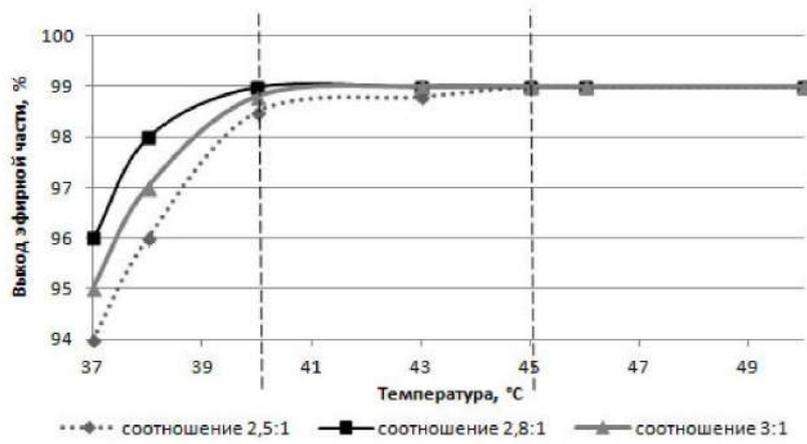
(57) Формула изобретения

Способ получения биодизельного топлива, включающий подготовку сырья, нагревание и получение топлива при смешивании сырья со спиртом с добавлением катализатора, разделение на биодизельное топливо и глицерин, в качестве сырья используют растительное сырье масленичных культур, отличающийся тем, что в качестве сырья используется смесь растительного и предварительного очищенного отработанного растительного масел в соотношении от 2,5:1 до 3:1, которые подают одновременно двумя потоками в первый реактор переэтерификации, смешивают спирт со щелочным катализатором, подают в дозатор, где разделяют на две части, 80% смеси подают в верхнюю часть первого ректора переэтерификации, и 20% смеси подают в верхнюю часть второго ректора переэтерификации, реакция в реакторах проходит при температуре от 40 до 45 °С в период от 50 до 60 мин, при этом после окончания реакции из первого реактора отводят смесь сложных эфиров с глицериновой частью в сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию, и эфирной части, которую направляют во второй реактор с получением смеси сложных эфиров с глицериновой частью, которую направляют во второй сепаратор, с получением глицериновой части, которую отправляют на дальнейшую переработку или утилизацию, и неочищенное биодизельное топливо, которое направляют в первый скруббер, куда подают 50%-ную серную кислоту с получением продуктов нейтрализации, которые отправляют на переработку или утилизацию, и полуочищенного биодизельного топлива, которое отправляют во второй скруббер, в который подают чистую воду, с получением жидких отходов, направляемых на переработку или утилизацию, и биодизельного топлива, направляемого в первый испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну, и биодизельное топливо с чистотой не менее 99,4%, которое направляют во второй испаритель с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну, и биодизельное топливо, которое охлаждают, а затем фильтруют с получением твердой фазы, которую отправляют на утилизацию, и жидкой фазы – товарного биодизельного топлива с чистотой не менее 99,95%.

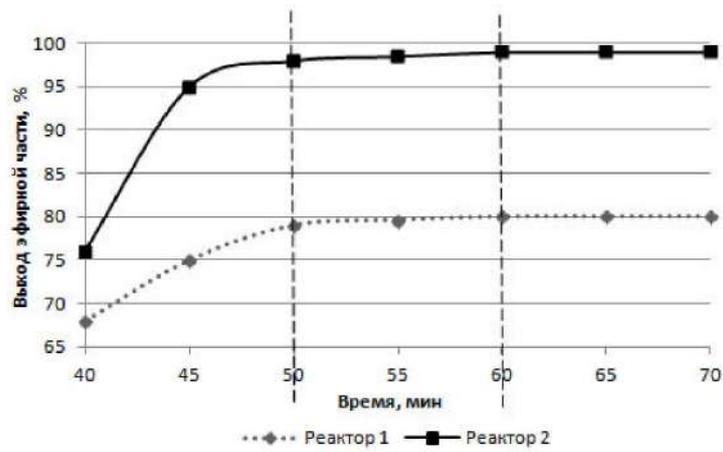
40

45

1

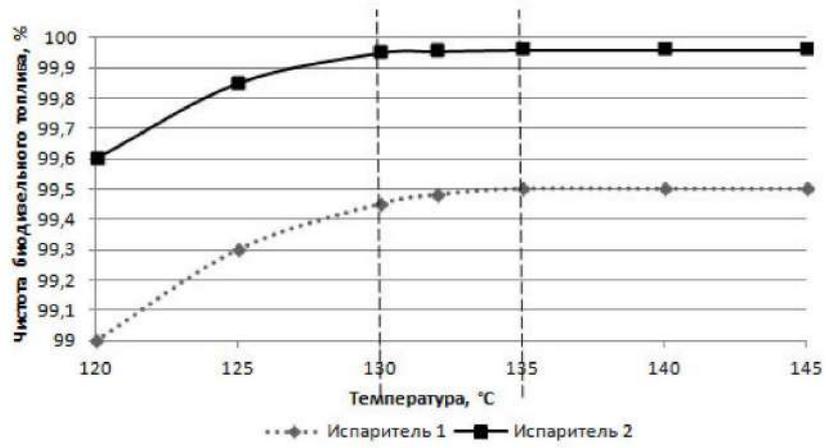


Фиг. 1



Фиг. 2

2



Фиг. 3