

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2863802

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

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

Авторы: *Хромова Софья Михайловна (RU), Рудко Вячеслав Алексеевич (RU), Пягай Игорь Николаевич (RU)*

Заявка № 2025128120

Приоритет изобретения 14 октября 2025 г.

Дата государственной регистрации

в Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 09 июня 2026 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 14 октября 2045 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C11C 3/10 (2026.01); C10L 1/02 (2026.01)

(21)(22) Заявка: 2025128120, 14.10.2025

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
14.10.2025

Дата регистрации:
09.06.2026

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 14.10.2025

(45) Опубликовано: 09.06.2026 Бюл. № 16

Адрес для переписки:

199106, Санкт-Петербург, В.О., 21 линия, 2,
Санкт-Петербургский горный университет,
Патентно-лицензионный отдел

(72) Автор(ы):

Хромова Софья Михайловна (RU),
Рудко Вячеслав Алексеевич (RU),
Пягай Игорь Николаевич (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 2365625 C1, 27.08.2009. RU
2788732 C1, 24.01.2023. RU 2478696 C2,
10.04.2013. RU 2412979 C2, 27.02.2011. RU
2826996 C1, 19.09.2024. WO 2007/126166 A1,
08.11.2007.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТИЛОВЫХ ЭФИРОВ ЖИРНЫХ КИСЛОТ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области получения жидкого биотоплива из отходов или продуктов растительного происхождения, конкретно к способу получения этиловых эфиров жирных кислот. Способ включает предварительную фильтрацию компонентов, получение гомогенной реакционной смеси, переэтерификацию сырья этиловым спиртом, очистку эфиров жирных кислот диоксидом углерода и отделение глицерина от целевого продукта в сепараторе. Способ отличается тем, что в качестве сырья используют растительные нерафинированные масла или отработанные растительные масла. В адсорбере обезвоживают этиловый спирт, который пропускают через слой цеолитных молекулярных сит КА(3А) с получением обезвоженного этанола, который вместе с катализатором КОН загружают в реактор с мешалкой и перемешивают с получением раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле с концентрацией от 0,5 до 1 мас.%.

Полученный раствор смешивают с отфильтрованным растительным маслом, при этом молярное соотношение масла к раствору катализатора составляет от 1/30 до 1/70. Далее полученная гомогенная реакционная смесь из смесителя поступает в непрерывный реактор вытеснения, в котором поддерживается температура от 70 до 77°C и время прохода гомогенной реакционной смеси составляет от 1 до 5 мин, с получением гомогенной смеси этанола, глицерина и эфиров жирных кислот. Эта смесь поступает в вакуумный выпариватель с получением паров этанола, которые конденсируют в теплообменнике и возвращают на стадию приготовления раствора катализатора КОН в этаноле, и концентрированной эфирно-глицериновой смеси, которую в сепараторе разделяют с получением глицериновой фазы, которую направляют на дальнейшую переработку, и эфирной фазы, которую направляют в абсорбер, где подвергают

карбонизации углекислым газом с получением эфиров жирных кислот с карбонатом калия и примесями мыл, смешивают с чистой водой в реакторе, затем водно-эфирную смесь подают в сепаратор с получением сточной воды, которая содержит примеси мыл и карбонат калия, которую отправляют на утилизацию, и

очищенных этиловых эфиров жирных кислот, которые пропускают в адсорбере через слой пористого сорбента с получением этиловых эфиров жирных кислот. Технический результат: способ позволяет получить очищенную смесь этиловых эфиров жирных кислот, содержащую более 99% эфиров. 2 табл., 21 пр.

R U 2 8 6 3 8 0 2 C 1

R U 2 8 6 3 8 0 2 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C11C 3/10 (2026.01); *C10L 1/02* (2026.01)

(21)(22) Application: **2025128120, 14.10.2025**

(24) Effective date for property rights:
14.10.2025

Registration date:
09.06.2026

Priority:

(22) Date of filing: **14.10.2025**

(45) Date of publication: **09.06.2026** Bull. № 16

Mail address:

199106, Sankt-Peterburg, V.O., 21 liniya, 2, Sankt-Peterburgskij gornyj universitet, Patentno-litsenzyonnyj otdel

(72) Inventor(s):

**Khromova Sofia Mikhailovna (RU),
Rudko Viacheslav Alekseevich (RU),
Piagai Igor Nikolaevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

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

(54) **METHOD FOR PRODUCING ETHYL ESTERS OF FATTY ACIDS**

(57) Abstract:

FIELD: fuels.

SUBSTANCE: invention relates to the field of obtaining liquid biofuel from waste or products of plant origin, specifically to a method for obtaining ethyl esters of fatty acids. The method includes preliminary filtration of components, obtaining a homogeneous reaction mixture, transesterification of raw materials with ethyl alcohol, purification of fatty acid esters with carbon dioxide and separation of glycerine from the target product in a separator. The method differs in that unrefined vegetable oils or waste vegetable oils are used as raw materials. In the adsorber, ethyl alcohol is dehydrated and passed through a layer of zeolite molecular sieves KA(3A) to obtain dehydrated ethanol, which, together with the KOH catalyst, is loaded into a reactor with a stirrer and mixed to obtain a solution of the KOH catalyst in dehydrated ethanol with a concentration of 0.5 to 1 wt%. The resulting solution is mixed with filtered vegetable oil, with the molar ratio of oil to catalyst solution being from 1/30 to 1/70. Next, the resulting homogeneous reaction mixture from the mixer enters a continuous displacement reactor, in which the temperature is maintained from 70 to 77°C

and the passage time of the homogeneous reaction mixture is from 1 to 5 min, with the production of a homogeneous mixture of ethanol, glycerol and fatty acid esters. This mixture enters a vacuum evaporator to obtain ethanol vapours, which are condensed in a heat exchanger and returned to the stage of preparing a solution of KOH catalyst in ethanol, and a concentrated ether-glycerol mixture, which is separated in a separator to obtain a glycerol phase, which is fed for further processing, and an ether phase, which is fed to an absorber, where it is carbonized with carbon dioxide to obtain fatty acid esters with potassium carbonate and soap impurities, mixed with clean water in a reactor, then the water-ether mixture is fed to a separator to obtain waste water, which comprises soap impurities and potassium carbonate, which is sent for disposal, and purified ethyl esters of fatty acids, which are passed in an adsorber through a layer of porous sorbent to obtain ethyl esters of fatty acids.

EFFECT: the method makes it possible to obtain a purified mixture of ethyl esters of fatty acids comprising more than 99% esters.

1 cl, 2 tbl, 21 ex

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

Известен способ получения биодизельного топлива (Патент РФ № 2826996, опубл. 19.09.2024), включающий использование в качестве сырья смеси 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, смешивание спирта с щелочным катализатором, подачу 80% смеси в верхнюю часть первого ректора переэтерификации, подачу 20% смеси в верхнюю часть второго ректора переэтерификации, переэтерификацию в реакторах при температуре от 40 до 45°C в период от 50 до 60 минут, отвод смеси сложных эфиров с глицериновой частью в сепаратор, направление неочищенного биодизельного топлива в первый скруббер, куда подают 50%-ную серную кислоту с получением продуктов нейтрализации, отправление полуочищенного биодизельного топлива во второй скруббер, в который подают чистую воду, направление биодизельного топлива в первый и второй испарители с получением воды, которую отправляют в дистилляционную колонну, и товарного биодизельного топлива с чистотой не менее 99,95%.

Недостатками способа являются длительность процесса синтеза, которая достигает 60 минут в одном реакторе, сложный многостадийный процесс переэтерификации в двух реакторах, образование кислых стоков на стадии очистки эфирной смеси.

Известен способ получения биодизельного топлива (Патент РФ № 2440416, опубл. 20.01.2012), включающий подготовку растительного масла с нагревом до 80°C, 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 подвергают фильтрованию, сорбционной очистке и обезвоживанию. Подготовку растительного масла осуществляют так, что перед нагревом растительное масло смешивают с 1%-м 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 - 5; 1%-ый водный раствор энзимопробиотического препарата серии «Экофрэнд» - 5; гидроокись калия в этаноле - 5.

Недостатком является длительный процесс подготовки растительного масла в течение 24 часов.

Известен способ получения биодизельного топлива из илов водоемов и/или осадков канализационных очистных сооружений (Патент РФ №2487920, опубл. 20.07.2013), включающий предварительную обработку сырья, экстракцию липидной фракции, переэтерификацию липидной фракции, разделение полученных фракций и осушение биодизеля, отличающийся тем, что в качестве сырья используют илы водоемов и/или осадки очистных сооружений, дезинтеграцию клеток сырья осуществляют механическим способом, для экстракции липидов используют метод Фолча, включающий экстракцию липидов смесью хлороформ-метанол 2:1 по объему, с последующей промывкой экстракта раствором KCl 0,88% и, после расслоения и удаления верхней фазы, смесью 0,88% раствора KCl-метанол 1:1, по объему, готовый экстракт липидов осушают, пропуская через слой безводного Na₂SO₄, затем проводят переэтерификацию сухого экстракта метанолом в молярном соотношении 1:9 в присутствии кислотного катализатора в соотношении метанол/катализатор 50:1, по объему, биодизель

экстрагируют из реакционной смеси гексаном, экстракт биодизеля осушают, пропуская через слой безводного Na_2SO_4 .

Недостатками способа является применение токсичных веществ хлороформа и метанола для экстракции липидов и токсичного метанола для переэтерификации сухого экстракта, использование кислотного катализатора, что повышает коррозионную активность реакционной смеси.

Известен способ получения биодизельного топлива (Патент РФ №2404229, опубл. 20.11.2010), включающий предварительную обработку растительного материала с получением липидов, трансэтерификацию полученных липидов и отделение получившегося биодизельного топлива, отличающийся тем, что в качестве растительного материала используют морские водоросли, предварительная обработка которых включает сбор водорослей, высушивание их на воздухе, измельчение и приготовление биомассы, которую подвергают химическому и ферментативному гидролизу для инициирования распада биомассы, затем фильтруют с отделением твердой фазы, сушат и получают из нее липиды, причем трансэтерификацию полученных липидов проводят обезвоженным раствором метилата калия или натрия в метаноле, и получается биодизель, пригодный для использования в зимних условиях.

Недостатками способа является сложный многостадийный процесс культивирования и обработки биомассы микроводорослей, использование токсичного метанола для получения эфиров жирных кислот.

Известен способ обработки растительного масла (Патент РФ №2365625, опубл. 27.08.2009), принятый за прототип, включающий переэтерификацию рапсового масла этиловым спиртом при соотношении 1:12, температуре 350-400°C и давлении 35-50 МПа в течение 20 мин, очистку 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 повышенная температура и давление процесса переэтерификации, которое усложняет технологическую схему процесса.

Техническим результатом является получение очищенной смеси этиловых эфиров жирных кислот, содержащей более 99% эфиров.

Технический результат достигается тем, что в качестве сырья используют растительные нерафинированные масла или отработанные растительные масла, в адсорбере обезвоживают этиловый спирт, который пропускают через слой цеолитных молекулярных сит КА(3А) с получением обезвоженного этанола, который вместе с катализатором КОН загружают в реактор с мешалкой и перемешивают с получением раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле с концентрацией от 0,5 до 1 мас.%, который смешивают с отфильтрованным растительным маслом, при этом молярное соотношение масла к раствору катализатора составляет от 1/30 до 1/70, далее полученная гомогенная реакционная смесь из смесителя поступает в непрерывный реактор вытеснения, в котором поддерживается температура от 70 до 77°C и времени прохода гомогенной реакционной смеси от 1 до 5 минут, с получением гомогенной смеси этанола, глицерина и эфиров жирных кислот, которая поступает в вакуумный выпариватель с получением паров этанола, которые конденсируют в теплообменнике и возвращают на стадию приготовления раствора катализатора КОН в этаноле и концентрированной эфирно-глицериновой смеси, которую в сепараторе разделяют с получением

глицериновой фазы, направляют на дальнейшую переработку, и эфирной фазы, которую направляют в абсорбер, где подвергают карбонизации углекислым газом с получением эфиров жирных кислот с карбонатом калия и примесями мыл, смешивают с чистой водой в реакторе, затем водно-эфирную смесь подают в сепаратор с получением сточной 5 воды, которая содержит примеси мыл и карбонат калия, отправляют на утилизацию, и очищенных этиловых эфиров жирных кислот, которые пропускают в адсорбере через слой пористого сорбента, с получением этиловых эфиров жирных кислот.

Способ осуществляется следующим образом. В качестве сырья используют растительные нерафинированные масла или отработанные растительные масла после 10 предварительной фильтрации. Этиловый спирт обезвоживают в адсорбере, пропуская этиловый спирт через слой цеолитных молекулярных сит КА(3А) с получением обезвоженного этанола. Обезвоженный этанол и катализатор КОН загружают в реактор с мешалкой и перемешивают с получением раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле с концентрацией от 0,5 до 1 мас.%. Полученный раствор катализатора КОН в 15 обезвоженном этаноле из реактора с мешалкой и отфильтрованное растительное масло из емкости центробежными насосами подают в проточный смеситель, где потоки смешиваются под действием турбулентной силы с получением гомогенной реакционной смеси. Молярное соотношение масла к раствору катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет от 1/30 до 1/70. Полученная гомогенная реакционная смесь из 20 проточного смесителя поступает в непрерывный реактор вытеснения, в котором поддерживается температура от 70 до 77°C, с получением гомогенной смеси этанола, глицерина и эфиров жирных кислот. Время, за которое гомогенная реакционная смесь проходит через непрерывный реактор вытеснения, соответствует времени реакции и составляет от 1 до 5 минут. Гомогенная смесь этанола, глицерина и эфиров жирных 25 кислот из непрерывного реактора вытеснения поступает в вакуумный выпариватель, где подвергается вакуумной дистилляции с получением паров этанола и концентрированной эфирно-глицериновой смеси. Пары этанола конденсируются в теплообменнике и возвращаются на стадию приготовления раствора катализатора КОН в этаноле. Концентрированная эфирно-глицериновая смесь из вакуумного 30 выпаривателя центробежным насосом подается в центробежный сепаратор, где под воздействием инерционной силы разделяется с получением глицериновой и эфирной фазы. Глицериновую фазу направляют на дальнейшую переработку. Эфирную фазу из центробежного сепаратора направляют в абсорбер, где подвергают карбонизации углекислым газом с получением эфиров жирных кислот с карбонатом калия и примесями 35 мыл. Эфиры жирных кислот с карбонатом калия и примесями мыл из абсорбера поступают в реактор с мешалкой, где смешиваются с чистой водой для удаления карбоната калия и примесей мыл с получением водно-эфирной смеси. Водно-эфирная смесь из реактора с мешалкой центробежным насосом подается в гравитационный или центробежный сепаратор, где происходит разделение с получением сточной воды, 40 которая содержит примеси мыл и карбонат калия, и очищенных этиловых эфиров жирных кислот. Сточную воду, которая содержит примеси мыл и карбонат калия, отправляют на утилизацию. Очищенные этиловые эфиры жирных кислот из центробежного сепаратора поступают в адсорбер, где они проходят через слой пористого сорбента для осушения, с получением этиловых эфиров жирных кислот, 45 которые являются готовым продуктом. Массовый выход полученных этиловых эфиров жирных кислот превышает 90%, а степень чистоты составляет не менее 99 мол.%.

Способ поясняется следующими примерами.

Примеры 1-6. Обезвоженный этанол и катализатор КОН загружают в реактор с

мешалкой и перемешивают с получением раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле с концентрацией от 0,5 масс. Полученный раствор катализатора КОН в обезвоженном этаноле из реактора с мешалкой и отфильтрованное рапсовое масло (Таблица 1) или отработанное растительное масло (Таблица 2) из емкости центробежными насосами подают в проточный смеситель, где потоки смешиваются под действием турбулентной силы с получением гомогенной реакционной смеси. Молярное соотношение масла к раствору катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет от 1/20 до 1/80. При соотношении масла к раствору катализатора в обезвоженном этаноле меньше 1/20 реакция переэтерификации проходит не в объеме гомогенной системы, а на границе раздела фаз масла и спирта, из-за чего скорость реакции снижается и снижается выход целевого продукта. При соотношения 1/30, 1/50, 1/60 и 1/70 происходит полная гомогенизация реакционной смеси из-за сорастворения продуктов реакции переэтерификации и исходного сырья в избыточном этаноле. Благодаря этому скорость реакции и равновесный выход целевого продукта возрастает. Дальнейшее увеличение соотношения до 1/80 нерационально, так как при высоком расходе раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле выход целевого продукта не увеличивается. Полученная гомогенная реакционная смесь из проточного смесителя поступает в непрерывный реактор вытеснения, в котором поддерживается температура 70°C, с получением гомогенной смеси этанола, глицерина и эфиров жирных кислот. Время, за которое гомогенная реакционная смесь проходит через непрерывный реактор вытеснения, соответствует времени реакции и составляет 5 минут.

Примеры 7-11. Действия, описанные в примерах 1-6, повторяются. Молярное соотношение масла к раствору катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет 1/50. Температура в непрерывном реакторе вытеснения составляет 75°C. Время реакции, равное времени прохождения гомогенной реакционной смеси через непрерывный реактор вытеснения, составляет 5 минут. Концентрация катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет от 0,25 до 1 мас.%. Концентрации катализатора 0,25 мас.% недостаточно для полноценного прохождения реакции переэтерификации за указанное время, так как часть катализатора деактивируется процессом омыления свободных жирных кислот, содержащихся в растительном масле, и скорость реакции уменьшается, из-за чего снижается выход целевого продукта. При концентрациях катализатора 0,5 мас.%, 0,8 мас.% и 1 мас.% данный эффект нивелируется, скорость реакции возрастает, из-за чего возрастает выход целевого продукта при одинаковом времени реакции. При концентрации катализатора 1,5% избыточное содержание КОН приводит к активации реакций омыления триглицеридов в растительном масле, что приводит к снижению выхода продукта.

Примеры 12-16. Действия, описанные в примерах 1-6, повторяются. Концентрация катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет 0,6 мас.%. Молярное соотношение масла к раствору катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет 1/60. Время реакции, равное времени прохождения гомогенной реакционной смеси через непрерывный реактор вытеснения, составляет 5 минут. Температура в непрерывном реакторе вытеснения составляет от 65 до 78°C. При температуре 65°C скорость реакции снижается, из-за чего снижается выход целевого продукта. Повышение температуры до значений 70, 75 и 77°C увеличивает скорость реакции, благодаря чему достигается высокий выход целевого продукта. При температуре 78°C наблюдается кипение этанола, температурой кипения этанола, которая составляет 78,37°C, из-за чего происходит явление кавитации в непрерывном реакторе вытеснения. Синтез при данной температуре нецелесообразен.

Примеры 17-21. Действия, описанные в примерах 1-6, повторяются. Концентрация катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет 0,8 мас.%. Молярное соотношение масла к раствору катализатора КОН в обезвоженном этаноле составляет 1/50. Температура в непрерывном реакторе вытеснения составляет 70°C. Время реакции, равное времени прохождения гомогенной реакционной смеси через непрерывный реактор вытеснения, составляет от 0,5 до 6 минут. За время 0,5 минуты реакция переэтерификации не успевает достичь состояния равновесия, из-за чего снижается выход целевого продукта. При значениях времени синтеза 1, 3 и 5 минут реакция переэтерификации успевает приблизиться к состоянию равновесия, что приводит к росту выхода целевого продукта. Дальнейшее увеличение времени реакции выше 5 минут не рационально, так как достигается реакционное равновесие и выход целевого продукта не изменяется.

Таблица 1 - Параметры синтеза, выход и степень чистоты этиловых эфиров жирных кислот из рапсового нерафинированного масла

Пример	Молярное соотношение масла к раствору катализатора	Концентрация КОН, мас.%	Температура в реакторе, °C	Время синтеза, мин.	Выход ЭЭЖК, мас.%	Содержание эфиров, мол.%	Комментарий
1	1/20	0,5	70	5	0,5	-	Соотношения сырья и этанола недостаточно
2	1/30	0,5	70	5	90,4	99,1	Достигается технический результат
3	1/50	0,5	70	5	93,4	99,6	
4	1/60	0,5	70	5	94,5	99,5	
5	1/70	0,5	70	5	95,6	99,7	
6	1/80	0,5	70	5	95,3	99,5	
7	1/50	0,25	75	5	9,0	-	Концентрации катализатора недостаточно
8	1/50	0,5	75	5	95,4	99,2	Достигается технический результат
9	1/50	0,8	75	5	94,9	99,3	
10	1/50	1	75	5	94,8	99,6	
11	1/50	1,5	75	5	87,3	98,2	
12	1/60	0,6	65	5	59,0	99,5	Температуры недостаточно
13	1/60	0,6	70	5	94,6	99,6	Достигается технический результат
14	1/60	0,6	75	5	95,3	99,2	
15	1/60	0,6	77	5	96,1	99,5	
16	1/60	0,6	78	5	-	-	
17	1/50	0,8	70	0,5	62,5	99,3	Времени недостаточно
18	1/50	0,8	70	1	90,8	99,4	Достигается технический результат
19	1/50	0,8	70	3	92,1	99,6	
20	1/50	0,8	70	5	93,8	99,5	
21	1/50	0,8	70	6	93,7	99,4	

Таблица 2 - Параметры синтеза, выход и степень чистоты этиловых эфиров жирных кислот из отработанного растительного масла

Пример	Молярное соотношение масла к раствору катализатора	Концентрация КОН, мас.%	Температура в реакторе, °C	Время синтеза, мин.	Выход ЭЭЖК, мас.%	Содержание эфиров, мол.%	Комментарий
1	1/20	0,5	70	5	0,9	-	Соотношения сырья и этанола недостаточно
2	1/30	0,5	70	5	90,8	99,4	Достигается технический результат
3	1/50	0,5	70	5	92,8	99,5	
4	1/60	0,5	70	5	94,3	99,7	

	5	1/70	0,5	70	5	95,1	99,2	
	6	1/80	0,5	70	5	94,9	99,5	Дальнейшее увеличение соотношения не влияет на выход продукта
	7	1/50	0,25	75	4	11,0	-	Концентрации катализатора недостаточно
5	8	1/50	0,5	75	4	92,2	99,1	Достигается технический результат
	9	1/50	0,8	75	4	95,1	99,7	
	10	1/50	1	75	4	95,8	99,5	
	11	1/50	1,5	75	4	85,3	98,6	Происходит частичное омыление масла
	12	1/60	0,8	65	3	59,0	99,5	Температуры недостаточно
10	13	1/60	0,8	70	3	91,6	99,6	Достигается технический результат
	14	1/60	0,8	75	3	93,4	99,6	
	15	1/60	0,8	77	3	95,1	99,3	
	16	1/60	0,8	78	3	-	-	Наблюдается кипение этанола
	17	1/50	0,8	70	0,5	59,5	99,1	Времени недостаточно
	18	1/50	0,8	70	1	91,0	99,3	Достигается технический результат
15	19	1/50	0,8	70	3	92,3	99,6	
	20	1/50	0,8	70	5	93,9	99,5	
	21	1/50	0,8	70	6	94,0	99,4	Дальнейшее увеличение времени на влияет на выход продукта

Предлагаемый способ позволяет получить очищенную смесь этиловых эфиров жирных кислот, содержащую более 99% эфиров из растительных нерафинированных масел или отработанных растительных масел с массовым выходом продукта более 90% за счет проведения реакции переэтерификации в гомогенной реакционной смеси масла и раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле, в результате чего повышается скорость реакции и высокий выход продукта достигается за короткое время.

(57) Формула изобретения

Способ получения этиловых эфиров жирных кислот, включающий предварительную фильтрацию компонентов, получение гомогенной реакционной смеси, переэтерификацию сырья этиловым спиртом, очистку эфиров жирных кислот диоксидом углерода, отделение глицерина от целевого продукта в сепараторе, отличающийся тем, что в качестве сырья используют растительные нерафинированные масла или отработанные растительные масла, в адсорбере обезвоживают этиловый спирт, который пропускают через слой цеолитных молекулярных сит КА(3А) с получением обезвоженного этанола, который вместе с катализатором КОН загружают в реактор с мешалкой и перемешивают с получением раствора катализатора КОН в обезвоженном этаноле с концентрацией от 0,5 до 1 мас.%, который смешивают с отфильтрованным растительным маслом, при этом молярное соотношение масла к раствору катализатора составляет от 1/30 до 1/70, далее полученная гомогенная реакционная смесь из смесителя поступает в непрерывный реактор вытеснения, в котором поддерживается температура от 70 до 77°C и время прохода гомогенной реакционной смеси составляет от 1 до 5 мин, с получением гомогенной смеси этанола, глицерина и эфиров жирных кислот, которая поступает в вакуумный выпариватель с получением паров этанола, которые конденсируют в теплообменнике и возвращают на стадию приготовления раствора катализатора КОН в этаноле, и концентрированной эфирно-глицериновой смеси, которую в сепараторе разделяют с получением глицериновой фазы, которую направляют на дальнейшую переработку, и эфирной фазы, которую направляют в абсорбер, где подвергают карбонизации углекислым газом с получением эфиров жирных кислот с карбонатом калия и примесями мыл, смешивают с чистой водой в реакторе, затем

водно-эфирную смесь подают в сепаратор с получением сточной воды, которая содержит примеси мыл и карбонат калия, которую отправляют на утилизацию, и очищенных этиловых эфиров жирных кислот, которые пропускают в адсорбере через слой пористого сорбента с получением этиловых эфиров жирных кислот.

5

10

15

20

25

30

35

40

45