



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110591818 A

(43)申请公布日 2019.12.20

(21)申请号 201910868149.4

(22)申请日 2019.09.16

(71)申请人 河北金谷再生资源开发有限公司  
地址 052360 河北省石家庄市辛集市郭王  
宋村南

(72)发明人 赵敏仲 王子腾

(51)Int.Cl.

C11B 3/12(2006.01)

C10L 1/02(2006.01)

权利要求书2页 说明书5页

(54)发明名称

一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯  
生产方法

(57)摘要

本发明公开了一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法包括有首先使得生物柴油脂肪酸甲酯的精馏分离的操作,之后将生物柴油C18脂肪酸甲酯分提的操作,本发明中在进行通入冷却水进行冷却的时候,将传统的两步骤更改为现有的三步骤的方式,这样可以使得在传统的冷却的过程中可能会出现温度降低过快出现冷却后不纯的现象避免出现,从而可以使得更好的进行冷却的降温,并且由于搅拌速率也不同,从而可以使得搅拌的更加的均匀,使得更加充分的反应,这样可以使得更好的进行冷却,从而解决了现有的脂肪酸甲酯生产方法在进行分提釜降低温度的时候由于温度降低过快可能会出现不纯的问题。

1. 一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法,其特征在于:所述生物柴油脂肪酸甲酯的精馏分离的操作步骤如下:

步骤一:准备原料,原料为生物柴油,并且酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂为主原料,不需要准备催化剂;

步骤二:应用电化学分离或加热沉降方法脱除原油所含水、盐和固体杂质的过程。主要目的是防止盐类离解产生氯化氢而腐蚀设备和盐垢在管式炉炉管内沉积。采用电化学分离时,在原油中要加入几到几十ppm破乳剂(离子型破乳剂或非离子型聚醚类破乳剂)和软化水,然后通过高压电场(电场强度1.2~1.5kV/cm),使含盐的水滴聚集沉降,从而除去原油中的盐、水和其他杂质。电化学脱盐常以两组设备串联使用以提高脱盐效果;

步骤三:接通电源开关,然后开启真空系统、管线、直至塔内真空度为50以内;

步骤四:之后将生物柴油经过换热器进行换热的工作,在充分加热之后将生物柴油通入到析气罐的内部,在析气罐的作用下可以析出微量气体杂质;

步骤五:然后将上述步骤三中经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,并且塔顶真空度为50至60Pa,塔底真空度为150Pa至180Pa,塔底温度为160至180度的脂肪酸甲酯。精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1;

步骤六:然后将经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度160至180度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在150-160度,塔中温度控制在160-170度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯(副产品)、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,C16脂肪酸甲酯为副产品;

步骤七:塔底釜液生物柴油经过加热器进入C18精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度200至230度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在160-175度,塔中温度控制在170-190度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C18脂肪酸甲酯。塔底釜液副产品经过冷却进入到釜液储罐,主产品生物柴油C18脂肪酸甲酯等待分提。

2. 根据权利要求1所述的一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法,其特征在于:所述生物柴油C18脂肪酸甲酯分提的操作步骤如下:

步骤一:准备原料生物柴油C18脂肪酸甲酯,并且该原料生物柴油C18脂肪酸甲酯的指标为酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂,无色无味为主原料,不需要准备催化剂;

步骤二:生物柴油(C18脂肪酸甲酯)经过冷却器将温度控制在20-25度,泵入到分提釜中,启动冷冻机,启动冷却水;

步骤三:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降2-5度,将搅拌速度控制在60-80转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至8-10度;

步骤四:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降1-3度,将搅拌速度控制在50-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至2-6度;

步骤五:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降0.5-2度,将搅拌速度控制在40-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至-10-0度,几个小时后,生物柴油(C18脂肪酸甲酯)已经形成良好的生物柴油晶体混合物,等待过滤;

步骤六:将分提釜中的生物柴油晶体混合物,泵入到板框式压滤机中,压滤的滤液,滤

液为零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,滤饼为硬脂酸甲酯副产品;

步骤七:零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,经过检测凝点在-20度以下,冷滤点在-6度以下,可以广泛的应用于寒冷地区。

## 一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于高分子聚合物合成相关技术领域,具体涉及一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法。

### 背景技术

[0002] 脂肪酸甲酯由脂肪酸甲基化生成。生物柴油主要由脂肪酸甲酯组成。在生物化学中,为分析样品中各种脂肪酸含量,样品中的脂类被抽提出,通过BSTFA等甲基化试剂修饰成FAMEs,可通过气象色谱法分离、测定含量和判断同位素丰度等,脂肪酸甲酯按照碳链的饱和程度可分为含有双键的不饱和脂肪酸甲酯和不含双键、三键的饱和脂肪酸甲酯。饱和脂肪酸甲酯的主要用途是前述表面活性剂的生产。不饱和脂肪酸甲酯出来可用于前述表面活性剂的生产外,还可以用于生产环氧脂肪酸甲酯。后者是一种重要的增塑剂,广泛用于聚氯乙烯等树脂的增塑,可部分代替邻苯二甲酸盐类增塑剂。

[0003] 现有的脂肪酸甲酯生产方法技术存在以下问题:现有的脂肪酸甲酯生产方法在进行分提釜的温度的降低的时候,可能会由于温度降低过快,这样会出现该原料中没有完全的充分的反应,可能会使得冷却下来的物料出现不纯的现象,这样会导致出现原料的浪费并且造成资源浪费的问题。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的在于提供一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法,以解决上述背景技术中提出的现有的脂肪酸甲酯生产方法在进行分提釜降低温度的时候由于温度降低过快可能会出现不纯的问题。

[0005] 为实现上述目的,本发明提供如下技术方案:

[0006] 一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法,所述生物柴油脂肪酸甲酯的精馏分离的操作步骤如下:

[0007] 步骤一:准备原料,原料为生物柴油,并且酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂为主要原料,不需要准备催化剂;

[0008] 步骤二:应用电化学分离或加热沉降方法脱除原油所含水、盐和固体杂质的过程。主要目的是防止盐类离解产生氯化氢而腐蚀设备和盐垢在管式炉炉管内沉积。采用电化学分离时,在原油中要加入几到几十ppm破乳剂(离子型破乳剂或非离子型聚醚类破乳剂)和软化水,然后通过高压电场(电场强度1.2~1.5kV/cm),使含盐的水滴聚集沉降,从而除去原油中的盐、水和其他杂质。电化学脱盐常以两组设备串联使用以提高脱盐效果;

[0009] 步骤三:接通电源开关,然后开启真空系统、管线、直至塔内真空度为50以内;

[0010] 步骤四:之后将生物柴油经过换热器进行换热的工作,在充分加热之后将生物柴油通入到析气罐的内部,在析气罐的作用下可以析出微量气体杂质;

[0011] 步骤五:然后将上述步骤三中经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,并且塔顶真空度为50至60Pa,塔底真空度为150Pa至180Pa,塔底温度为160至180度的脂肪酸甲

酯。精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却：前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C16脂肪酸甲酯，塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1；

[0012] 步骤六：然后将经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中，塔顶真空：50至60Pa，塔低150Pa至180Pa塔底温度160至180度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在150-160度，塔中温度控制在160-170度，塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1，精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却：前馏分脂肪酸甲酯(副产品)、中间馏分为C16脂肪酸甲酯，C16脂肪酸甲酯为副产品；

[0013] 步骤七：塔底釜液生物柴油经过加热器进入C18精馏塔中，塔顶真空：50至60Pa，塔低150Pa至180Pa塔底温度200至230度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在160-175度，塔中温度控制在170-190度，塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1，精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却：前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C18脂肪酸甲酯。塔底釜液副产品经过冷却进入到釜液储罐，主产品生物柴油C18脂肪酸甲酯等待分提。

[0014] 优选的，所述生物柴油C18脂肪酸甲酯分提的操作步骤如下：

[0015] 步骤一：准备原料生物柴油C18脂肪酸甲酯，并且该原料生物柴油C18脂肪酸甲酯的指标为酸价0.5mgKOH/g以内，无水无杂，无色无味为主原料，不需要准备催化剂；

[0016] 步骤二：生物柴油(C18脂肪酸甲酯)经过冷却器将温度控制在20-25度，泵入到分提釜中，启动冷冻机，启动冷却水；

[0017] 步骤三：分提釜中，泵入冷冻水冷却。每小时降2-5度，将搅拌速度控制在60-80转/分，控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度，将温度将至8-10度；

[0018] 步骤四：分提釜中，泵入冷冻水冷却。每小时降1-3度，将搅拌速度控制在50-60转/分，控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度，将温度将至2-6度；

[0019] 步骤五：分提釜中，泵入冷冻水冷却。每小时降0.5-2度，将搅拌速度控制在40-60转/分，控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度，将温度将至-10-0度，几个小时后，生物柴油(C18脂肪酸甲酯)已经形成良好的生物柴油晶体混合物，等待过滤；

[0020] 步骤六：将分提釜中的生物柴油晶体混合物，泵入到板框式压滤机中，压滤的滤液，滤液为零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品，滤饼为硬脂酸甲酯副产品；

[0021] 步骤七：零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品，经过检测凝点在-20度以下，冷滤点在-6度以下，可以广泛的应用于寒冷地区。

[0022] 与现有技术相比，本发明提供了一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法，具备以下有益效果：

[0023] 本发明中在进行通入冷却水进行冷却的时候，将传统的两步骤更改为现有的三步骤的方式，这样可以使得在传统的冷却的过程中可能会出现温度降低过快出现冷却后不纯的现象避免出现，从而可以使得更好的进行冷却的降温，并且由于搅拌速率也不同，从而可以使得搅拌的更加的均匀，使得更加充分的反应，这样可以使得更好的进行冷却，从而解决了现有的脂肪酸甲酯生产方法在进行分提釜降低温度的时候由于温度降低过快可能会出现不纯的问题。

## 具体实施方式

[0024] 下面将对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述，显然，所描述的实

施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0025] 本发明提供一种技术方案:

[0026] 一种零下20度低凝点生物柴油脂肪酸甲酯生产方法,生物柴油脂肪酸甲酯的精馏分离的操作步骤如下:

[0027] 步骤一:准备原料,原料为生物柴油,并且酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂为主原料,不需要准备催化剂;

[0028] 步骤二:应用电化学分离或加热沉降方法脱除原油所含水、盐和固体杂质的过程。主要目的是防止盐类离解产生氯化氢而腐蚀设备和盐垢在管式炉炉管内沉积。采用电化学分离时,在原油中要加入几到几十ppm破乳剂(离子型破乳剂或非离子型聚醚类破乳剂)和软化水,然后通过高压电场(电场强度1.2~1.5kV/cm),使含盐的水滴聚集沉降,从而除去原油中的盐、水和其他杂质。电化学脱盐常以两组设备串联使用以提高脱盐效果;

[0029] 步骤三:接通电源开关,然后开启真空系统、管线、直至塔内真空度为50以内;

[0030] 步骤四:之后将生物柴油经过换热器进行换热的工作,在充分加热之后将生物柴油通入到析气罐的内部,在析气罐的作用下可以析出微量气体杂质;

[0031] 步骤五:然后将上述步骤三中经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,并且塔顶真空度为50至60Pa,塔底真空度为150Pa至180Pa,塔底温度为160至180度的脂肪酸甲酯。精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1;

[0032] 步骤六:然后将经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度160至180度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在150-160度,塔中温度控制在160-170度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯(副产品)、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,C16脂肪酸甲酯为副产品;

[0033] 步骤七:塔底釜液生物柴油经过加热器进入C18精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度200至230度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在160-175度,塔中温度控制在170-190度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C18脂肪酸甲酯。塔底釜液副产品经过冷却进入到釜液储罐,主产品生物柴油C18脂肪酸甲酯等待分提。

[0034] 生物柴油C18脂肪酸甲酯分提的操作步骤如下:

[0035] 步骤一:准备原料生物柴油C18脂肪酸甲酯,并且该原料生物柴油C18脂肪酸甲酯的指标为酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂,无色无味为主原料,不需要准备催化剂;

[0036] 步骤二:生物柴油(C18脂肪酸甲酯)经过冷却器将温度控制在20-25度,泵入到分提釜中,启动冷冻机,启动冷却水;

[0037] 步骤三:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降2-5度,将搅拌速度控制在60-80转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至8-10度;

[0038] 步骤四:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降1-3度,将搅拌速度控制在50-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至2-6度;

[0039] 步骤五:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降0.5-2度,将搅拌速度控制在40-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至-10-0度,几个小时后,生物柴油(C18脂肪酸甲酯)已经形成良好的生物柴油晶体混合物,等待过滤;

[0040] 步骤六:将分提釜中的生物柴油晶体混合物,泵入到板框式压滤机中,压滤的滤液,滤液为零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,滤饼为硬脂酸甲酯副产品;

[0041] 步骤七:零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,经过检测凝点在-20度以下,冷滤点在-6度以下,可以广泛的应用于寒冷地区。

[0042] 本发明的工作原理及使用流程:

[0043] 步骤一:接通电源开关,然后开启真空系统、管线、直至塔内真空度为50以内;

[0044] 步骤二:之后将生物柴油经过换热器进行换热的工作,在充分加热之后将生物柴油通入到析气罐的内部,在析气罐的作用下可以析出微量气体杂质;

[0045] 步骤三:然后将上述步骤二中经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,并且塔顶真空度为50至60Pa,塔底真空度为150Pa至180Pa,塔底温度为160至180度的脂肪酸甲酯。精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1;

[0046] 步骤四:然后将经过析气的生物柴油加热进入C16精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度160至180度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在150-160度,塔中温度控制在160-170度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯(副产品)、中间馏分为C16脂肪酸甲酯,C16脂肪酸甲酯为副产品;

[0047] 步骤五:塔底釜液生物柴油经过加热器进入C18精馏塔中,塔顶真空:50至60Pa,塔底150Pa至180Pa塔底温度200至230度的脂肪酸甲酯。塔顶温度控制在160-175度,塔中温度控制在170-190度,塔顶、塔中回流比为1.0:1-2.0:1,精馏塔顶、精馏塔中馏出物经冷却:前馏分脂肪酸甲酯、中间馏分为C18脂肪酸甲酯。塔底釜液副产品经过冷却进入到釜液储罐,主产品生物柴油C18脂肪酸甲酯等待分提。

[0048] 生物柴油C18脂肪酸甲酯分提的操作步骤如下:

[0049] 步骤一:准备原料生物柴油C18脂肪酸甲酯,并且该原料生物柴油C18脂肪酸甲酯的指标为酸价0.5mgKOH/g以内,无水无杂,无色无味为主原料,不需要准备催化剂;

[0050] 步骤二:生物柴油(C18脂肪酸甲酯)经过冷却器将温度控制在20-25度,泵入到分提釜中,启动冷冻机,启动冷却水;

[0051] 步骤三:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降2-5度,将搅拌速度控制在60-80转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至8-10度;

[0052] 步骤四:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降1-3度,将搅拌速度控制在50-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至2-6度;

[0053] 步骤五:分提釜中,泵入冷冻水冷却。每小时降0.5-2度,将搅拌速度控制在40-60转/分,控制方法随着时间的推移缓慢的调慢搅拌速度,将温度将至-10-0度,几个小时后,生物柴油(C18脂肪酸甲酯)已经形成良好的生物柴油晶体混合物,等待过滤;

[0054] 步骤六:将分提釜中的生物柴油晶体混合物,泵入到板框式压滤机中,压滤的滤液,滤液为零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,滤饼为硬脂酸甲酯副产品;

[0055] 步骤七:零下20度低凝点生物柴油(脂肪酸甲酯)产品,经过检测凝点在-20度以下,冷滤点在-6度以下,可以广泛的应用于寒冷地区。

[0056] 尽管已经示出和描述了本发明的实施例,对于本领域的普通技术人员而言,可以理解在不脱离本发明的原理和精神的情况下可以对这些实施例进行多种变化、修改、替换和变型,本发明的范围由所附权利要求及其等同物限定。