



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 106929163 B

(45) 授权公告日 2023. 03. 28

(21) 申请号 201710202648.0

C11B 3/00 (2006.01)

(22) 申请日 2017.03.30

C11B 13/00 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

C10L 1/02 (2006.01)

申请公布号 CN 106929163 A

B01J 19/18 (2006.01)

(43) 申请公布日 2017.07.07

(56) 对比文件

(73) 专利权人 迈安德集团有限公司

CN 101451071 A, 2009.06.10

地址 225127 江苏省扬州市邗江区扬州高新区吉安南路199号1

CN 101451071 A, 2009.06.10

CN 204395960 U, 2015.06.17

(72) 发明人 张建朱 梁椿松 王波 孙明奎 荣臻

CN 206799570 U, 2017.12.26

CN 104087426 A, 2014.10.08

CN 103031215 A, 2013.04.10

(74) 专利代理机构 南京苏科专利代理有限责任公司 32102

Zi-Zhe Cai, 等. A two-step biodiesel production process from waste cooking oil via recycling crude glycerol esterification catalyzed by alkali catalyst.《Fuel Processing Technology》. 2015, 第137卷第186-193页.

专利代理师 任利国

审查员 戴易兴

(51) Int. Cl.

C11C 3/04 (2006.01)

C11C 3/06 (2006.01)

C11C 3/10 (2006.01)

C11B 3/12 (2006.01)

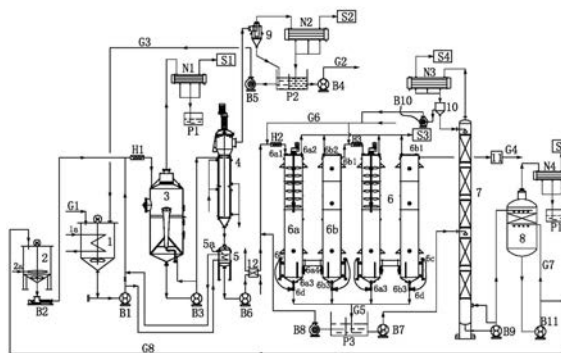
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种废弃油脂的降酸系统

(57) 摘要

本发明涉及一种废弃油脂的降酸系统,包括原料油调质罐、粗甘油暂存罐和预酯化反应塔,原料油调质罐的入口与原料油管相连,原料油调质罐的出口通过原料油泵、静态混合器与预酯化反应塔的进料口相连,粗甘油暂存罐的底部通过粗甘油添加泵与静态混合器的入口相连,原料油调质罐及粗甘油暂存罐分别设有加热装置。预酯化反应塔的底部出口通过酯化油泵与薄膜蒸发器的进料口相连,薄膜蒸发器的气相出口与汽液分离器相连,汽液分离器的顶部出口通过甘油冷凝器与负压系统相连,甘油冷凝器的冷凝液出口通过液封管插入甘油收集池中,甘油收集池的下部通过甘油输出泵与甘油管相连。该系统可以减少腐蚀和减少酸水产生、更环保、节能且降低生产成本。



CN 106929163 B

1. 一种废弃油脂的降酸系统,包括原料油调质罐和预酯化反应塔,所述原料油调质罐的入口与原料油管相连,所述原料油调质罐的出口通过原料油泵与静态混合器一的入口相连,所述静态混合器一的出口与所述预酯化反应塔的进料口相连,其特征在于:还包括粗甘油暂存罐,所述粗甘油暂存罐的底部与粗甘油添加泵的入口相连,所述粗甘油添加泵的出口与所述静态混合器一的入口相连,所述原料油调质罐及所述粗甘油暂存罐分别设有加热装置;

所述预酯化反应塔顶部的气相出口通过蒸汽冷凝器与反应负压系统相连,使沸点低于甘油的水分和小分子杂质提前从预酯化反应塔顶部的气相出口排出;

原料油与粗甘油通过静态混合器一充分混合后进入预酯化反应塔进行预酯化反应,在无水的情况下,粗甘油在皂催化作用下,与原料油中的游离脂肪酸反应生成甘油酯,使酸价22的原料油降低2以下;

所述预酯化反应塔的底部出口通过酯化油泵与薄膜蒸发器的进料口相连,所述薄膜蒸发器上部的气相出口与汽液分离器的入口相连,所述汽液分离器的顶部出口通过甘油冷凝器与蒸馏甘油负压系统相连;甘油蒸汽从汽液分离器的顶部出口排出,进入甘油冷凝器冷凝,冷凝得到的液态甘油通过液封管插入甘油收集池的右半池,再被甘油输出泵经甘油管送出,得到质量分数为96%以上的甘油。

2. 根据权利要求1所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述蒸汽冷凝器的排液口连接有水封管,所述水封管的下端插入于水封池的下部。

3. 根据权利要求1所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述甘油冷凝器的冷凝液出口通过液封管插入甘油收集池的右半池中,所述甘油收集池的右半池下部通过甘油输出泵与甘油管相连。

4. 根据权利要求3所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述汽液分离器的底部出口通过液封管插入所述甘油收集池的左半池,所述甘油收集池的左半池下部通过浮油泵及浮油回流管与所述原料油调质罐的入口相连。

5. 根据权利要求1所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述薄膜蒸发器的底部出口与中性油接收罐的入口相连,所述中性油接收罐的出口通过中性油泵及水冷却器与静态混合器二的入口相连,所述静态混合器二的入口还连接有氢氧化钠及甲醇添加管,所述静态混合器二的出口与酯交换反应装置的酯交换进料口相连,所述酯交换反应装置的酯交换气相出口与微负压系统相连,所述酯交换反应装置的酯交换产品出口与脱醇装置相连,所述脱醇装置的出口与生物柴油输出管相连。

6. 根据权利要求5所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述中性油接收罐的内腔设有换热器,所述原料油泵的出口安装有原料油直通阀,所述原料油直通阀的入口与所述换热器的入口相连,所述换热器的出口与所述原料油直通阀的出口相连。

7. 根据权利要求5所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述酯交换反应装置底部的酯交换副产品出口通过酯交换副产品管接入隔油槽的右半池中,所述隔油槽的右半池下部通过甘油甲醇输出泵与甲醇精馏塔中部入口相连,所述甲醇精馏塔的顶部气相出口通过甲醇冷凝器与甲醇精馏负压系统相连,所述甲醇冷凝器的冷凝液出口与甲醇暂存罐的入口相连,所述甲醇暂存罐的底部出口与所述甲醇精馏塔顶部的回流口相连。

8. 根据权利要求7所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述甲醇暂存罐的下部出

口通过甲醇添加泵与所述氢氧化钠及甲醇添加管相连。

9. 根据权利要求7所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述隔油槽的左半池下部通过回收酯泵与所述静态混合器二的入口管道相连。

10. 根据权利要求7所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述甲醇精馏塔的底部出口通过精馏塔甘油泵与甘油干燥塔的上部入口相连,所述甘油干燥塔顶部的抽气口通过水汽冷凝器与甘油脱水负压系统相连;所述甘油干燥塔的底部出口与粗甘油循环泵的入口相连,所述粗甘油循环泵的出口通过粗甘油循环管与所述甘油干燥塔的中部入口相连,所述粗甘油循环泵的出口通过粗甘油回用管与所述粗甘油暂存罐的入口相连。

11. 根据权利要求7所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述酯交换反应装置包括反应罐和分离罐,反应罐的内腔包括位于上部的反应区和位于下部的沉降分离区,反应罐的顶部设有所述酯交换进料口和反应罐气相出口,反应罐的底部设有反应罐副产品出口,反应罐的下部通过连通管与分离罐的下部相互连通,分离罐的上部设有分离罐气相出口和所述酯交换产品出口,分离罐的底部设有分离罐副产品出口。

12. 根据权利要求11所述的废弃油脂的降酸系统,其特征在于:所述酯交换反应装置设有两级,前一级的酯交换产品出口通过静态混合器三与后一级的酯交换进料口相连,所述静态混合器三的入口也同时与所述氢氧化钠及甲醇添加管相连。

一种废弃油脂的降酸系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种废弃油脂的降酸系统,属于油脂加工技术领域。

背景技术

[0002] 随着人们对不可再生能源日益减少及环境污染的日趋关注,废弃资源综合利用,开发新型环境友好的可再生燃料或高价值的工业原料已成为当今科学研究的热点课题之一。将废弃油脂转化为柴油的代用燃料有着可再生及可生物降解等优点,对减轻大气温室气体浓度、改善人类的生存环境、实现经济的可持续发展具有重要的意义。我国每年有着大量的废弃油脂,充分利用这类油脂具有很高的经济价值,又可以解决地沟油流向餐桌,威胁人们的饮食安全。但是由于这类油脂酸值高、杂质多、成分复杂,不宜直接用于制取生物柴油,必须先对其进行降酸除杂。

[0003] 现有的降酸工艺一:脱除原料油中的杂质、胶质、水分后,采用酸碱两步法制备生物柴油、加入硫酸催化(或其他固体酸),通入过量甲醇与原料中的游离脂肪酸进行预酯化反应,来降低原料的酸价并带走生成的水分促进反应向正方向进行,经预酯化充分反应后,加入氢氧化钠,甲醇,进行酯交换反应,反应完全后静置分离出副产物甘油,分离出甘油后,分别脱醇、水洗干燥、精馏得精制甲酯。

[0004] 现有的降酸工艺二:经预处理后的原料,采用物理脱酸的方法,脱除原料中的游离脂肪酸后,加入氢氧化钠,甲醇,进行酯交换反应,反应完全后脱醇,并静置分离出副产物甘油后,水洗干燥、精馏得精制甲酯。经脱酸生成的游离脂肪酸与甲醇在对苯磺酸(或其他催化剂)催化条件下生成脂肪酸甲酯。

[0005] 现有工艺中无论是降酸工艺一或降酸工艺二,都使用了酸,不可避免的造成了含酸废水的排放,对环境影响较大。

[0006] 采用酸碱两步法制备生物柴油方法,对设备材质要求高,对管道腐蚀严重,产生酸水造成环境污染,处理困难,采用固体催化剂成本高,催化效果不好。采用气相甲醇预酯化反应,甲醇蒸汽易跑冒滴漏,易造成损耗,甲醇蒸汽有毒、易燃、易泄漏,不利于操作人员的健康且对车间电器防爆等级要求高。甲醇气化过程中相变消耗能量,过量甲醇经冷凝后含水多需精馏,需消耗较高的能量,增大了精馏负荷且需要大量的蒸汽。

[0007] 采用物理方法脱出游离脂肪酸,能耗高;脱出的游离脂肪酸进行甲酯化反应时,甲醇消耗高,反应生成的脂肪酸甲酯的品质差;工艺相对复杂,设备初次投入的成本高。

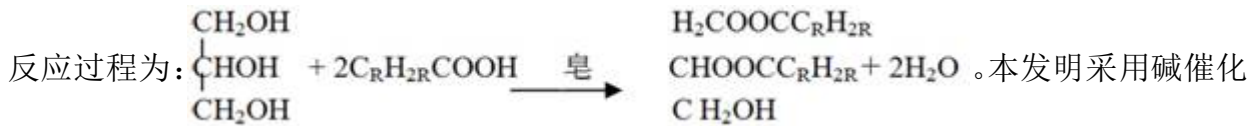
发明内容

[0008] 本发明的目的在于,克服现有技术中存在的问题,提供一种废弃油脂的降酸系统,可以减少对设备的腐蚀,减少酸水的产生、使工艺更环保、节能且降低生产成本。

[0009] 为解决以上技术问题,本发明的一种废弃油脂的降酸系统,包括原料油调质罐、预酯化反应塔和粗甘油暂存罐,所述原料油调质罐的入口与原料油管相连,所述原料油调质罐的出口通过原料油泵与静态混合器一的入口相连,所述静态混合器一的出口与所述预酯

化反应塔的进料口相连,所述粗甘油暂存罐的底部与粗甘油添加泵的入口相连,所述粗甘油添加泵的出口与所述静态混合器一的入口相连,所述原料油调质罐及所述粗甘油暂存罐分别设有加热装置。

[0010] 相对于现有技术,本发明取得了以下有益效果:脱除杂质及水分后的废弃油脂通过原料油管进入原料油调质罐,被加热后由原料油泵送往静态混合器一;来自于碱催化酯交换反应生成的含皂粗甘油进入粗甘油暂存罐,被加热后由粗甘油添加泵也送往静态混合器一,原料油与粗甘油通过静态混合器一充分混合后进入预酯化反应塔,在预酯化反应塔中,在无水的情况下,粗甘油在皂催化作用下,与原料油中的游离脂肪酸反应生成甘油酯,



酯交换反应生成的粗甘油代替甲醇与原料油中的游离脂肪酸反应,可以将酸价22的原料油降至2以下,满足下一步碱酯化交换的要求,可用于不同酸价范围的原料,可以节约甲醇消耗,减少蒸汽消耗,减少酸水排放,减少设备腐蚀;防止甲醇的跑冒滴漏、提高车间的安全性。粗甘油中的弱碱皂作为酯化反应的催化剂,不用另外添加催化剂;操作更安全可靠,经济效益更高。

[0011] 作为本发明的改进,所述预酯化反应塔顶部的气相出口通过蒸汽冷凝器与反应负压系统相连,所述蒸汽冷凝器的排液口连接有水封管,所述水封管的下端插入于水封池的下部。利用甘油的沸点高于水的沸点,预酯化反应塔内的温度和负压使得沸点低于甘油的水分和小分子杂质提前从预酯化反应塔顶部的气相出口排出,保证后续工段可以得到比较纯的甘油。

[0012] 作为本发明的进一步改进,所述预酯化反应塔的底部出口通过酯化油泵与薄膜蒸发器的进料口相连,所述薄膜蒸发器上部的气相出口与汽液分离器的入口相连,所述汽液分离器的顶部出口通过甘油冷凝器与蒸馏甘油负压系统相连,所述甘油冷凝器的冷凝液出口通过液封管插入甘油收集池的右半池中,所述甘油收集池的右半池下部通过甘油输出泵与甘油管相连。从预酯化反应塔底部排出的酯化油由酯化油泵送入薄膜蒸发器中进行蒸馏,甘油蒸汽从薄膜蒸发器上部的气相出口进入汽液分离器分离,甘油蒸汽从汽液分离器的顶部出口排出,进入甘油冷凝器冷凝,冷凝得到的液态甘油通过液封管插入甘油收集池的右半池,再被甘油输出泵经甘油管送出,得到质量分数为96%以上的甘油,甘油可以作为本发明的产品直接出售,提高经济效益。

[0013] 作为本发明的进一步改进,所述汽液分离器的底部出口通过液封管插入所述甘油收集池的左半池,所述甘油收集池的左半池下部通过浮油泵及浮油回流管与所述原料油调质罐的入口相连。薄膜蒸发器蒸馏出的气相物质中含有少量液态浮油,液态浮油被汽液分离器分离出后,从汽液分离器的底部出口通过液封管排入甘油收集池的左半池,被浮油泵抽出,经浮油回流管回到原料油调质罐中继续参与循环,杜绝了浮油的排放,避免环境的污染及后续处理的成本,提高了本发明成品及半成品的得率。

[0014] 作为本发明的进一步改进,所述薄膜蒸发器的底部出口与中性油接收罐的入口相连,所述中性油接收罐的出口通过中性油泵及水冷却器与静态混合器二的入口相连,所述静态混合器二的入口还连接有氢氧化钠及甲醇添加管,所述静态混合器二的出口与酯交换

反应装置的酯交换进料口相连,所述酯交换反应装置的酯交换气相出口与微负压系统相连,所述酯交换反应装置的酯交换产品出口与脱醇装置相连,所述脱醇装置的出口与生物柴油输出管相连。酯化油经薄膜蒸发器将甘油蒸发后,中性油从薄膜蒸发器的底部出口进入中性油接收罐暂存,经中性油泵送入水冷却器中间冷却,将中性油的油温调节至酯交换反应所需的温度,然后进入静态混合器二的入口;氢氧化钠及甲醇也进入静态混合器二的入口,中性油与氢氧化钠及甲醇混合后进入酯交换反应装置进行酯交换反应得到含醇甲酯,经脱醇装置脱醇得到精甲酯即通常所述的生物柴油,生物柴油经蒸馏装置蒸馏可以得到纯度更高的精甲酯和沥青。酯交换反应装置内保持微负压,防止甲醇等有毒物质泄漏,有利于提高反应的安全性。

[0015] 作为本发明的进一步改进,所述中性油接收罐的内腔设有换热器,所述原料油泵的出口安装有原料油直通阀,所述原料油直通阀的入口与所述换热器的入口相连,所述换热器的出口与所述原料油直通阀的出口相连。利用原料油对薄膜蒸发器排出的中性油进行冷却,使其符合酯交换反应装置所需的温度,实现了中性油的余热利用,减轻后道油温冷却的负荷,同时可以提高原料油的温度,达到节能增效的目的。

[0016] 作为本发明的进一步改进,所述酯交换反应装置底部的酯交换副产品出口通过酯交换副产品管接入隔油槽的右半池中,所述隔油槽的右半池下部通过甘油甲醇输出泵与甲醇精馏塔中部入口相连,所述甲醇精馏塔的顶部气相出口通过甲醇冷凝器与甲醇精馏负压系统相连,所述甲醇冷凝器的冷凝液出口与甲醇暂存罐的入口相连,所述甲醇暂存罐的底部出口与所述甲醇精馏塔顶部的回流口相连。酯交换反应装置中反应产生的酯交换副产品包括含甲醇的粗甘油和少量甲酯,进入隔油槽的右半池中进一步静置分层后,甲酯从隔油槽上部的溢流口溢流进入左半池中,甲醇和甘油被甘油甲醇输出泵送入甲醇精馏塔的中部入口,甲醇蒸汽从甲醇精馏塔的顶部排出,经甲醇冷凝器冷凝成为液态,进入甲醇暂存罐,甲醇暂存罐回收的甲醇一部分进入甲醇精馏塔顶部的回流口。

[0017] 作为本发明的进一步改进,所述甲醇暂存罐的下部出口通过甲醇添加泵与所述氢氧化钠及甲醇添加管相连。甲醇暂存罐回收的甲醇另一部分由甲醇添加泵经氢氧化钠及甲醇添加管送入酯交换反应装置中,使酯交换反应装置使用甲醇来自于自身酯交换反应的副产品,实现闭式循环,降低了物料的消耗,避免了有毒物质的排放。

[0018] 作为本发明的进一步改进,所述隔油槽的左半池下部通过回收酯泵与所述静态混合器二的入口管道相连。静置分层后溢流进入隔油槽左半池的甲酯,通过静态混合器重新回到酯交换反应装置重新参与反应,实现了闭式循环,既避免了反应产物的排放,又提高了生物柴油的得率。

[0019] 作为本发明的进一步改进,所述甲醇精馏塔的底部出口通过精馏塔甘油泵与甘油干燥塔的上部入口相连,所述甘油干燥塔顶部的抽气口通过水汽冷凝器与甘油脱水负压系统相连;所述甘油干燥塔的底部出口与粗甘油循环泵的入口相连,所述粗甘油循环泵的出口通过粗甘油循环管与所述甘油干燥塔的中部入口相连,所述粗甘油循环泵的出口通过粗甘油回用管与所述粗甘油暂存罐的入口相连。酯交换反应装置产生的反应副产品甲醇和甘油经甲醇精馏塔精馏后,粗甘油从甲醇精馏塔的底部出口排出,经粗甘油循环泵送入甘油干燥塔的上部入口,粗甘油在粗甘油循环泵的作用下在甘油干燥塔中循环,在甘油脱水负压系统的作用下脱水,水蒸汽从甘油干燥塔顶部的抽气口排出,由水汽冷凝器将其冷凝为

液态,并排入水封池;经彻底脱水的粗甘油经粗甘油回用管回到粗甘油暂存罐中,为预酯化反应提供含皂粗甘油,实现了循环利用,使本发明采用自身的副产品即可以实现连续循环运行,并产出较高纯度的甘油,大大提高了经济效益和环境效益。

[0020] 作为本发明的进一步改进,所述酯交换反应装置包括反应罐和分离罐,反应罐的内腔包括位于上部的反应区和位于下部的沉降分离区,反应罐的顶部设有所述酯交换进料口和反应罐气相出口,反应罐的底部设有反应罐副产品出口,反应罐的下部通过连通管与分离罐的下部相互连通,分离罐的上部设有分离罐气相出口和所述酯交换产品出口,分离罐的底部设有分离罐副产品出口。在反应罐中搅拌桨叶的搅动下,反应生成的产品甲酯和副产品溶有甲醇的甘油由于密度不同在反应罐的沉降分离区进行初步分离,密度较大的甘油位于下方可以从反应罐副产品出口排出,密度较小的甲酯位于上方从反应罐连通口通过连通管进入分离罐的内腔,部分未彻底分离的甘油也进入分离罐的内腔继续进行分离;在分离罐中由于没有桨叶的扰动,甲酯和甘油能够得到很好地分离,反应生成的副产物甘油从两罐体锥底的反应罐副产品出口及分离罐副产品出口排出。在反应罐和分离罐的底部设有界面传感器与副产物出口气动阀连锁控制甘油相与甲酯相的界面,实现连续排出反应生成的副产物。甲酯从分离罐上部的酯交换产品出口排出。该酯交换反应装置使反应、分离分别同步进行,反应转化率高,既保证了反应物的充分接触,又保证了副产品沉降分离的时间。

[0021] 作为本发明的进一步改进,所述酯交换反应装置设有两级,前一级的酯交换产品出口通过静态混合器三与后一级的酯交换进料口相连,所述静态混合器三的入口也同时与所述氢氧化钠及甲醇添加管相连。经第一级酯交换反应后,继续加入氢氧化钠及甲醇,进行第二级酯交换反应,可以使酯交换反应更加彻底,也可以使第一级酯交换反应更加迅速。

附图说明

[0022] 下面结合附图和具体实施方式对本发明作进一步详细的说明,附图仅提供参考与说明用,非用以限制本发明。

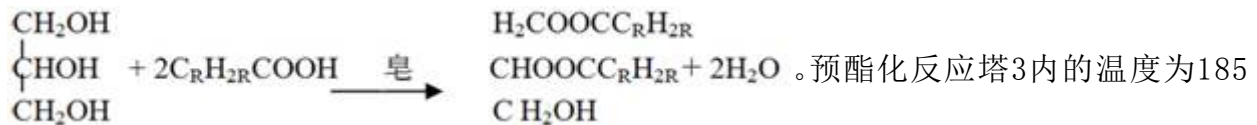
[0023] 图1为本发明废弃油脂的降酸系统的流程图。

[0024] 图中:1.原料油调质罐;1a.原料油加热器;2.粗甘油暂存罐;2a.粗甘油加热器;3.预酯化反应塔;4.薄膜蒸发器;5.中性油接收罐;5a.换热器;6.酯交换反应装置;6a.反应罐;6a1.酯交换进料口;6a2.反应罐气相出口;6a3.反应罐副产品出口;6a4.连通管;6b.分离罐;6b1.酯交换产品出口;6b2.分离罐气相出口;6b3.分离罐副产品出口;6c.界面传感器;6d.副产物出口气动阀;7.甲醇精馏塔;8.甘油干燥塔;9.汽液分离器;10.甲醇暂存罐;11.脱醇装置;12.水冷却器;B1.原料油泵;B2.粗甘油添加泵;B3.酯化油泵;B4.甘油输出泵;B5.浮油泵;B6.中性油泵;B7.甘油甲醇输出泵;B8.回收酯泵;B9.精馏塔甘油泵;B10.甲醇添加泵;B11.粗甘油循环泵;G1.原料油管;G2.甘油管;G3.浮油回流管;G4.生物柴油输出管;G5.酯交换副产品管;G6.氢氧化钠及甲醇添加管;G7.粗甘油循环管;G8.粗甘油回用管;H1.静态混合器一;H2.静态混合器二;H3.静态混合器三;N1.蒸汽冷凝器;N2.甘油冷凝器;N3.甲醇冷凝器;N4.水汽冷凝器;P1.水封池;P2.甘油收集池;P3.隔油槽;S1.反应负压系统;S2.蒸馏甘油负压系统;S3.微负压系统;S4.甲醇精馏负压系统;S5.甘油脱水负压系统。

具体实施方式

[0025] 如图1所示,本发明废弃油脂的降酸系统包括原料油调质罐1、预酯化反应塔3和粗甘油暂存罐2,原料油调质罐1的入口与原料油管G1相连,原料油调质罐1的出口通过原料油泵B1与静态混合器一H1的入口相连,静态混合器一H1的出口与预酯化反应塔3的进料口相连,粗甘油暂存罐2的底部与粗甘油添加泵B2的入口相连,粗甘油添加泵B2的出口与静态混合器一H1的入口相连,原料油调质罐1及粗甘油暂存罐2分别设有加热装置。

[0026] 废弃油脂通过原料油管G1进入原料油调质罐1,被原料油加热器1a加热后由原料油泵B1送往静态混合器一H1;来自于碱催化酯交换反应生成的含皂粗甘油进入粗甘油暂存罐2,被粗甘油加热器2a加热后由粗甘油添加泵B2也送往静态混合器一H1,原料油与粗甘油通过静态混合器一H1充分混合后进入预酯化反应塔3,在预酯化反应塔3中,粗甘油在皂催化作用下,与原料油中的游离脂肪酸反应生成甘油酯,反应过程为:



$\pm 5^\circ\text{C}$,表压为-0.06MPa,预酯化反应时间为3小时以上。

[0027] 预酯化反应塔3顶部的气相出口通过蒸汽冷凝器N1与反应负压系统S1相连,蒸汽冷凝器N1的排液口连接有水封管,水封管的下端插入于水封池P1的下部。利用甘油的沸点高于水的沸点,预酯化反应塔3内的温度和负压使得沸点低于甘油的水分和小分子杂质提前从预酯化反应塔3顶部的气相出口排出,保证后续工段可以得到比较纯的甘油。

[0028] 预酯化反应塔3的底部出口通过酯化油泵B3与薄膜蒸发器4的进料口相连,薄膜蒸发器4上部的气相出口与汽液分离器9的入口相连,汽液分离器9的顶部出口通过甘油冷凝器N2与蒸馏甘油负压系统S2相连,甘油冷凝器N2的冷凝液出口通过液封管插入甘油收集池P2的右半池中,甘油收集池P2的右半池下部通过甘油输出泵B4与甘油管G2相连。

[0029] 从预酯化反应塔3底部排出的酯化油由酯化油泵B3送入薄膜蒸发器4中进行蒸馏,气相物质从薄膜蒸发器4上部的气相出口进入汽液分离器9分离,甘油蒸汽从汽液分离器9的顶部出口排出,进入甘油冷凝器N2冷凝,冷凝得到的液态甘油通过液封管插入甘油收集池P2的右半池,再被甘油输出泵B4经甘油管G2送出,得到质量分数为96%以上的甘油,甘油可以作为本发明的产品直接出售,提高经济效益。薄膜蒸发器内的蒸发温度为 $200 \pm 5^\circ\text{C}$,表压为-0.095 MPa;中性油酯交换反应的温度为 $60 \pm 2^\circ\text{C}$ 。

[0030] 汽液分离器9的底部出口通过液封管插入甘油收集池P2的左半池,甘油收集池P2的左半池下部通过浮油泵B5及浮油回流管G3与原料油调质罐1的入口相连。薄膜蒸发器4蒸馏出的气相物质中含有少量浮油,浮油经汽液分离器9分离出后,从汽液分离器9的底部出口通过液封管排入甘油收集池P2的左半池,被浮油泵B5抽出,经浮油回流管G3回到原料油调质罐1中继续参与循环,杜绝了浮油的排放,避免环境的污染及后续处理的成本,提高了本发明成品及半成品的得率。

[0031] 薄膜蒸发器4的底部出口与中性油接收罐5的入口相连,中性油接收罐5的出口通过中性油泵B6及水冷却器12与静态混合器二H2的入口相连,静态混合器二H2的入口还连接有氢氧化钠及甲醇添加管G6,静态混合器二H2的出口与酯交换反应装置6的酯交换进料口6a1相连,酯交换反应装置6的酯交换气相出口与微负压系统S3相连,酯交换反应装置6的酯

交换产品出口6b1与脱醇装置11相连,脱醇装置11的出口与生物柴油输出管G4相连。

[0032] 酯化油经薄膜蒸发器4将甘油蒸发后,中性油从薄膜蒸发器4的底部出口进入中性油接收罐5,经中性油泵B6送入水冷却器12中间接冷却,将中性油的油温调节至酯交换反应所需的温度 $60\pm 2^{\circ}\text{C}$,然后进入静态混合器二H2的入口;催化剂及甲醇也进入静态混合器二H2的入口,中性油与催化剂及甲醇混合后进入酯交换反应装置6进行酯交换反应得到含醇甲酯,经脱醇装置11脱醇得到精甲酯即通常的生物柴油,生物柴油经蒸馏装置蒸馏可以得到纯度更高的精甲酯和沥青。酯交换反应装置6内保持微负压,防止甲醇等有毒物质泄漏,有利于提高反应的安全性,酯交换产生的气相物质被微负压系统S3抽出。

[0033] 中性油接收罐5的内腔设有换热器5a,原料油泵B1的出口安装有原料油直通阀,原料油直通阀的入口与换热器5a的入口相连,换热器5a的出口与原料油直通阀的出口相连。利用原料油对薄膜蒸发器4排出的中性油进行冷却,使其符合酯交换反应装置6所需的温度,实现了中性油的余热利用,减轻后道油温冷却的负荷,同时可以提高原料油的温度,使预酯化反应的效果更好,达到节能增效的目的。

[0034] 酯交换反应装置6底部的酯交换副产品出口通过酯交换副产品管G5接入隔油槽P3的右半池中,隔油槽P3的右半池下部通过甘油甲醇输出泵B7与甲醇精馏塔7中部入口相连,甲醇精馏塔7的顶部气相出口通过甲醇冷凝器N3与甲醇精馏负压系统S4相连,甲醇冷凝器N3的冷凝液出口与甲醇暂存罐10的入口相连,甲醇暂存罐10的底部出口与甲醇精馏塔7顶部的回流口相连。

[0035] 酯交换反应装置6中反应产生的酯交换副产品包括含甲醇的粗甘油和少量甲酯,进入隔油槽P3的右半池中进一步静置分层后,甲酯从隔油槽P3上部的溢流口溢流进入左半池中,甲醇和甘油被甘油甲醇输出泵B7送入甲醇精馏塔7的中部入口,甲醇蒸汽从甲醇精馏塔7的顶部排出,经甲醇冷凝器N3冷凝成为液态,进入甲醇暂存罐10,甲醇暂存罐10回收的甲醇一部分进入甲醇精馏塔7顶部的回流口。甲醇精馏塔7的进料温度为 $60\pm 2^{\circ}\text{C}$,塔顶温度为 $65\pm 2^{\circ}\text{C}$,塔底温度为 $105\pm 2^{\circ}\text{C}$,塔顶回流比为1/3,塔底回流比为2/3,甲醇精馏塔内腔的表压为-3~-5毫巴。甲醇暂存罐10的下部出口通过甲醇添加泵B10与氢氧化钠及甲醇添加管G6相连。甲醇暂存罐10回收的甲醇另一部分由甲醇添加泵B10经氢氧化钠及甲醇添加管G6送入酯交换反应装置6中,使酯交换反应装置6使用甲醇来自于自身酯交换反应的副产品,实现闭式循环,降低了物料的消耗,避免了有毒物质的排放。

[0036] 隔油槽P3的左半池下部通过回收酯泵B8与静态混合器二H2的入口管道相连。静置分层后溢流进入隔油槽P3左半池的甲酯,通过静态混合器重新回到酯交换反应装置6重新参与反应,实现了闭式循环,既避免了反应产物的排放,又提高了生物柴油的得率。

[0037] 甲醇精馏塔7的底部出口通过精馏塔甘油泵B9与甘油干燥塔8的上部入口相连,甘油干燥塔8顶部的抽气口通过水汽冷凝器N4与甘油脱水负压系统S5相连;甘油干燥塔8的底部出口与粗甘油循环泵B11的入口相连,粗甘油循环泵B11的出口通过粗甘油循环管G7与甘油干燥塔8的中部入口相连,粗甘油循环泵B11的出口通过粗甘油回用管G8与粗甘油暂存罐2的入口相连。

[0038] 酯交换反应装置6产生的反应副产品甲醇和甘油经甲醇精馏塔7精馏后,粗甘油从甲醇精馏塔7的底部出口排出,经粗甘油循环泵B11送入甘油干燥塔8的上部入口,粗甘油在粗甘油循环泵B11的作用下在甘油干燥塔8中循环,在甘油脱水负压系统S5的作用下脱水,

水蒸汽从甘油干燥塔8顶部的抽气口排出,由水汽冷凝器N4将其冷凝为液态,并排入水封池P1;甘油干燥塔内的脱水温度为 $100\pm 5^{\circ}\text{C}$,表压为 -0.095 MPa 。经彻底脱水的粗甘油经粗甘油回用管G8回到粗甘油暂存罐2中,为预酯化反应提供含皂粗甘油,实现了循环利用,使本发明采用自身的副产品即可以实现连续循环运行,并产出较高纯度的甘油,大大提高了经济效益和环境效益。

[0039] 酯交换反应装置6包括反应罐6a和分离罐6b,反应罐6a的内腔包括位于上部的反应区和位于下部的沉降分离区,反应罐6a的顶部设有酯交换进料口6a1和反应罐气相出口6a2,反应罐6a的底部设有反应罐副产品出口6a3,反应罐6a的下部通过连通管6a4与分离罐6b的下部相互连通,分离罐6b的上部设有分离罐气相出口6b2和酯交换产品出口6b1,分离罐6b的底部设有分离罐副产品出口6b3。

[0040] 在反应罐6a中搅拌桨叶的搅动下,反应生成的产品甲酯和副产品溶有甲醇的甘油由于密度不同在反应罐6a的沉降分离区进行初步分离,密度较大的甘油位于下方可以从反应罐副产品出口6a3排出,密度较小的甲酯位于上方从反应罐连通口通过连通管6a4进入分离罐6b的内腔,部分未彻底分离的甘油也进入分离罐6b的内腔继续进行分离;在分离罐6b中由于没有桨叶的扰动,甲酯和甘油能够得到很好地分离,反应生成的副产物甘油从两罐体的锥底排出。在反应罐6a和分离罐6b的底部分别设有界面传感器6c与副产物出口气动阀6d连锁控制甘油相与甲酯相的界面,实现连续排出反应生成的副产物。甲酯最终从分离罐6b上部的酯交换产品出口6b1排出,甘油从反应罐副产品出口6a3和分离罐副产品出口6b3排出。该酯交换反应装置6使反应、分离分别同步进行,反应转化率高,既保证了反应物的充分接触,又保证了副产品沉降分离的时间。反应罐和分离罐内腔的表压为 $-3\sim -5$ 毫巴,防止甲醇等有毒物质泄漏,有利于提高反应的安全性。

[0041] 酯交换反应装置6设有两级,前一级的酯交换产品出口6b1通过静态混合器三H3与后一级的酯交换进料口6a1相连,静态混合器三H3的入口也同时与氢氧化钠及甲醇添加管G6相连。经第一级酯交换反应后,继续加入催化剂及甲醇,进行第二级酯交换反应,可以使酯交换反应更加彻底,也可以使第一级酯交换反应更加迅速。第一级酯交换反应中甲醇添加量为中性油重量的15%、氢氧化钠添加量为中性油重量的0.3%,反应时间为30分钟;第二级酯交换反应中甲醇添加量为中性油重量的6%、氢氧化钠添加量为中性油重量的0.1%,反应时间为30分钟。

[0042] 以上所述仅为本发明之较佳可行实施例而已,非因此局限本发明的专利保护范围。除上述实施例外,本发明还可以有其他实施方式。凡采用等同替换或等效变换形成的技术方案,均落在本发明要求的保护范围内。本发明未经描述的技术特征可以通过或采用现有技术实现,在此不再赘述。

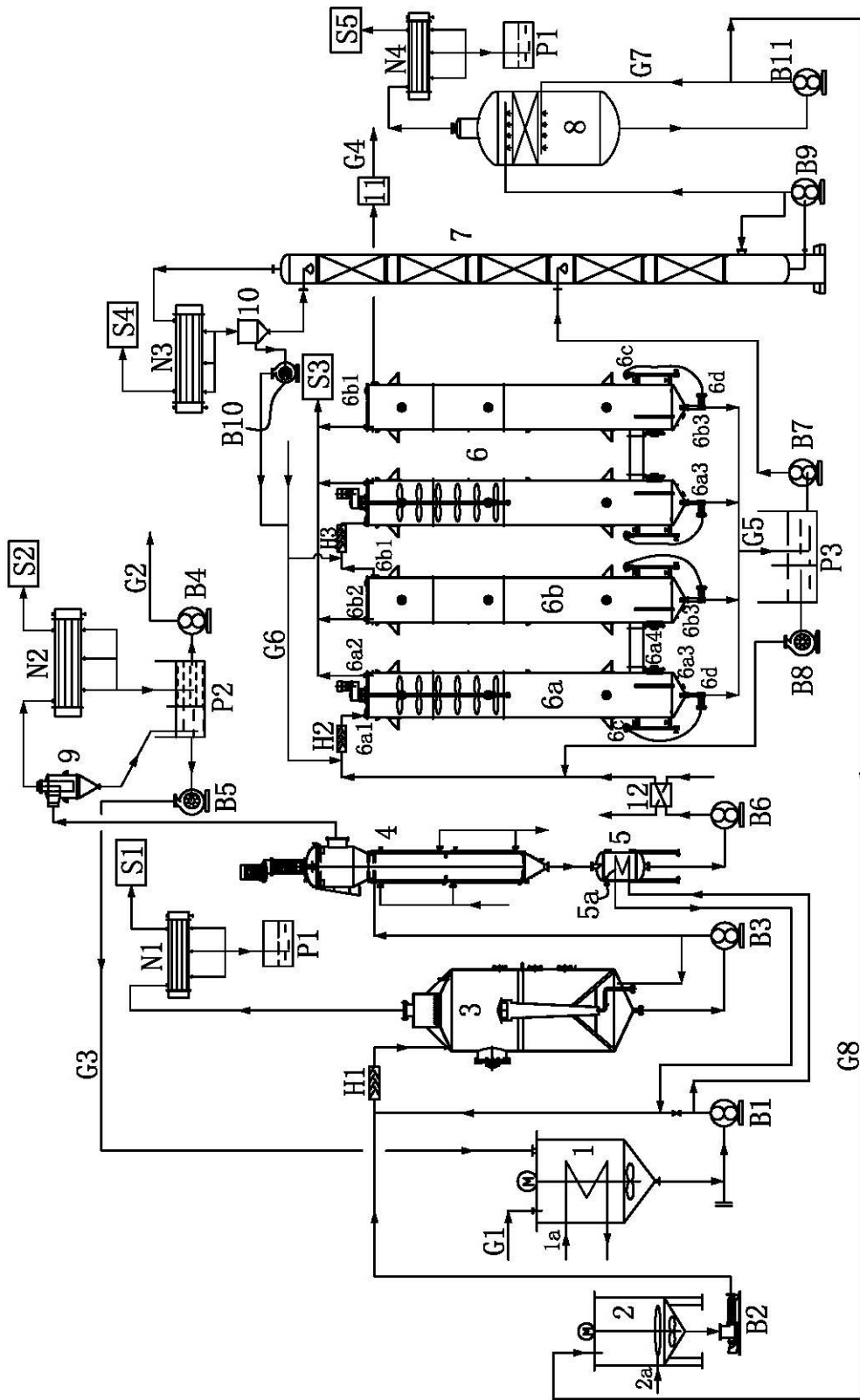


图1