

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2006-312749

(P2006-312749A)

(43) 公開日 平成18年11月16日(2006.11.16)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
<b>C10L 1/02 (2006.01)</b>	C10L 1/02	4H013
<b>C11B 13/02 (2006.01)</b>	C11B 13/02	4H059
<b>C11C 3/10 (2006.01)</b>	C11C 3/10	
<b>C11C 3/02 (2006.01)</b>	C11C 3/02	
<b>C11B 3/12 (2006.01)</b>	C11B 3/12	

審査請求 有 請求項の数 3 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2006-196196 (P2006-196196)	(71) 出願人	302042678 株式会社 J-オイルミルズ 東京都中央区明石町 8 番 1 号
(22) 出願日	平成18年7月18日 (2006.7.18)	(71) 出願人	390036663 木村化工機株式会社 兵庫県尼崎市杭瀬寺島 2 丁目 1 番 2 号
(62) 分割の表示	特願2003-99113 (P2003-99113) の分割	(74) 代理人	100092071 弁理士 西澤 均
原出願日	平成15年4月2日 (2003.4.2)	(72) 発明者	犬伏 正次 兵庫県神戸市東灘区深江浜 4 9 番地 株式 会社 J-オイルミルズ神戸第一工場内
		(72) 発明者	前田 大輔 兵庫県神戸市東灘区深江浜 4 9 番地 株式 会社 J-オイルミルズ神戸第一工場内

最終頁に続く

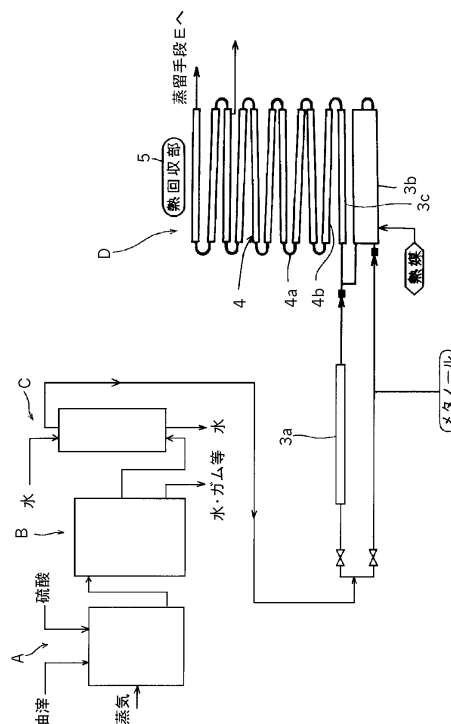
(54) 【発明の名称】 油滓からの燃料用脂肪酸エステル製造装置

(57) 【要約】

【課題】 油脂を精製するための脱酸工程において発生する油滓から、脂肪酸エステルを製造することが可能な燃料用脂肪酸エステル製造装置を提供する。

【解決手段】 (a) pHが5以下になるまで硫酸が添加された油滓を50～120 に加熱し、攪拌、混合して、油滓を分解反応させる分解反応手段Aと、(b)分解反応により生成した脂肪酸及び油脂を主たる成分とするダーク油を分離する分離手段Bと、(c)分離したダーク油を水洗する洗浄手段Cと、(d)洗浄後のダーク油と、その約0.5～1.0重量倍の、炭素数が1～5の低級アルコールとを混合する混合手段3cと、混合手段で低級アルコールと混合した混合液を、液空間速度約0.08～0.13 1/minの条件で供給し、温度200～350、圧力15～25MPaの範囲内で、低級アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせる管型反応器4とを備えた反応機構部Dとを具備する構成とする。

【選択図】 図1



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓から燃料用脂肪酸エステルを製造するための燃料用脂肪酸エステルの製造装置であって、

(a)油滓に少なくとも pH が 5 以下になるまで硫酸を添加することができるように構成され、かつ、pH が 5 以下になるまで硫酸が添加された油滓を 50 ~ 120 に加熱し、攪拌、混合することができるように構成された、油滓を分解反応させるための分解反応手段と、

(b)前記分解反応手段において分解反応を行わせた反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂を主たる成分とするダーク油を分離する分離手段と、 10

(c)前記分離手段で分離したダーク油を水洗する洗浄手段と、

(d)前記洗浄手段で洗浄したダーク油と、該ダーク油の約 0.5 ~ 1.0 重量倍の、炭素数が 1 ~ 5 の低級アルコールとを混合する混合手段と、前記混合手段で低級アルコールと混合した混合液を、液空間速度約 0.08 ~ 0.13 1/min の条件で供給し、温度 200 ~ 350、圧力 15 ~ 25 MPa の範囲内で、前記低級アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせる管型反応器とを備えた反応機構部と

を備えていることを特徴とする燃料用脂肪酸エステルの製造装置。

**【請求項 2】**

さらに、

(e)前記反応機構部でエステル化反応が行われた反応液を蒸留して、アルコールと水を主たる成分として含む低沸点成分と、脂肪酸、脂肪酸エステル、高沸点不純物を主たる成分として含む高沸点成分に分離する蒸留手段と、

(f)低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段と、

(g)高沸点成分中に含まれる脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段と、

(h)前記脂肪酸除去手段により脂肪酸を分離除去した高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を釜残として除去する高沸点不純物除去手段と、

(i)前記高沸点不純物除去手段において留出し、高沸点不純物が分離された高沸点成分中の脂肪酸エステルとグリセリンを比重差により脂肪酸エステルとグリセリンとに分離する分離手段と 30

を具備することを特徴とする請求項 1 記載の燃料用脂肪酸エステルの製造装置。

**【請求項 3】**

前記反応機構部を構成する前記混合手段が、前記ダーク油と前記低級アルコールを液相状態で混合させながら、前記低級アルコールが超臨界状態となる反応温度にまで昇温することができるように構成されていることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の燃料用脂肪酸エステルの製造装置。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本願発明は、脂肪酸エステルの製造装置に関し、詳しくは、油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓からの燃料用脂肪酸エステルの製造装置に関する。 40

**【背景技術】****【0002】**

例えば、植物性油脂の精製工程の一つである脱酸工程では、原油中に含まれる遊離脂肪酸やリン脂質・微量金属が除去されるが、一般的に遊離脂肪酸はアルカリ水溶液で中和し、油脂に難溶性の脂肪酸石けんとして分離除去する方法が用いられている。

**【0003】**

この脂肪酸石けんは水分、油脂（主として付着した原料油脂に由来する油脂）、その他 50

不純物とともに分離され、油滓（脱酸油滓）と呼ばれている。なお、この油滓は、アルカリフーツ、ソープストックとも呼ばれるものである。

【0004】

ところで、この油滓は、通常、水分を30～70重量%、脂肪酸石けん及び油脂を20～60重量%、その他不純物（ガム成分など）を10～50重量%の割合で含有している。そして、油滓中の脂肪酸石けんは、酸分解によって再び脂肪酸として、油脂とともにその他の水分などから分離されている。なお、上述のようにして酸分解することにより分離された脂肪酸と油脂の混合物は、ダーク油と称されており、通常、脂肪酸を60～80重量%、油脂を40～20重量%の割合で含有している。

そして、このダーク油は、従来、燃料や粗脂肪酸の原料として使用されているが、近年、さらに付加価値の高い用途が模索されているのが実情である。 10

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本願発明は、かかる実情に鑑みてなされたものであり、油脂の精製工程の一つである脱酸工程において発生する油滓から、付加価値の高い脂肪酸エステルを製造することが可能な脂肪酸エステルの製造装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

上記目的を達成するために、本願発明（請求項1）の燃料用脂肪酸エステルの製造装置は、 20

油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓から燃料用脂肪酸エステルを製造するための燃料用脂肪酸エステルの製造装置であって、

(a)油滓に少なくともpHが5以下になるまで硫酸を添加することができるように構成され、pHが5以下になるまで硫酸が添加された油滓を50～120℃に加熱し、かつ、攪拌、混合することができるように構成された、油滓を分解反応させるための分解反応手段と、

(b)前記分解反応手段において分解反応を行わせた反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂を主たる成分とするダーク油を分離する分離手段と、 30

(c)前記分離手段で分離したダーク油を水洗する洗浄手段と、

(d)前記洗浄手段で洗浄したダーク油と、該ダーク油の約0.5～1.0重量倍の、炭素数が1～5の低級アルコールとを混合する混合手段と、前記混合手段で低級アルコールと混合した混合液を、液空間速度約0.08～0.13 1/minの条件で供給し、温度200～350℃、圧力15～25MPaの範囲内で、前記低級アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせる管型反応器とを備えた反応機構部とを備えていることを特徴としている。

【0007】

また、請求項2の燃料用脂肪酸エステルの製造装置は、

さらに、 40

(e)前記反応機構部でエステル化反応が行われた反応液を蒸留して、アルコールと水を主たる成分として含む低沸点成分と、脂肪酸、脂肪酸エステル、高沸点不純物を主たる成分として含む高沸点成分に分離する蒸留手段と、

(f)低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段と、

(g)高沸点成分中に含まれる脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段と、

(h)前記脂肪酸除去手段により脂肪酸を分離除去した高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を釜残として除去する高沸点不純物除去手段と、

(i)前記高沸点不純物除去手段において留出し、高沸点不純物が分離された高沸点成分中の脂肪酸エステルとグリセリンを比重差により脂肪酸エステルとグリセリンとに分離する分離手段と 50

を具備することを特徴としている。

【0008】

また、請求項3の燃料用脂肪酸エステルの製造装置は、前記反応機構部を構成する前記混合手段が、前記ダーク油と前記低級アルコールを液相状態で混合させながら、前記低級アルコールが超臨界状態となる反応温度にまで昇温することができるように構成されていることを特徴としている。

【発明の効果】

【0009】

上述のように、本願発明（請求項1）の燃料用脂肪酸エステルの製造装置においては、分解反応手段において、油滓に少なくともpHが5以下になるまで硫酸を添加し、50～120 に加熱し、攪拌、混合することにより分解反応を行わせた後、分離手段により、反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂（主として付着した原料油脂に由来する油脂）を主たる成分とするダーク油を分離し、分離したダーク油を洗浄手段で水洗し、水洗されたダーク油を混合手段により、ダーク油の約0.5～1.0重量倍の、炭素数が1～5の低級アルコールと混合し、この混合液を反応機構部を構成する管型反応器において、アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせるようにしているので、油滓から効率よく脂肪酸エステルを製造することが可能になる。

10

なお、反応温度を200～350 の範囲としたのは、反応温度が200 未満の場合、エステル化反応の進行が不十分になり、また、反応温度が350 を超えると、実装置では熱源の確保が困難になり、設備コストの著しい増大を招くこと、脂肪酸の種類によっ

20

【0010】

また、反応圧力を15～25MPaの範囲としたのは、反応圧力が15MPa未満になるとエステル化反応が不十分になり、25MPaを超えると設備コストの著しい増大を招くことによる。

【0011】

さらに詳しく説明すると、分解反応手段において、油滓に少なくともpHが5以下になるまで硫酸を添加し、50～120 で攪拌、混合して分解反応を行わせるようにしているので、油滓を効率よく分解することが可能になり、得られるダーク油をアルコールと混合して、アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせることにより、油滓から収率よく脂肪酸エステルを製造することが可能になる。

30

【0012】

また、分解反応手段において、油滓に添加する酸として硫酸を用いるようにしているので、コストの増大を招くことなく、油滓を確実に分解することが可能になり、本願発明をより実効あらしめることが可能になる。

【0013】

また、混合手段により、水洗されたダーク油と、該ダーク油の約0.5～1.0重量倍の、炭素数が1～5の低級アルコールとを混合し、該混合液を、管型反応器に供給して、液空間速度約0.08～0.13 1/minの条件で前記管型反応器を通過させつつ、アルコールが超臨界状態となる、温度：200～350、圧力：15～25MPaの条件でエステル化反応を行わせるようにしているので、臨界状態のアルコールとダーク油を効率よく反応させることが可能になり、本願発明を実効あらしめることができる。

40

【0014】

また、反応機構部におけるエステル化反応に寄与するアルコールとして、炭素数が1～5の低級アルコールを用いるようにしているので、実用可能な温度条件、圧力条件でアルコールを超臨界状態にすることが可能になり、本願発明を実効あらしめることができる。

なお、炭素数が1～5の低級アルコールとしては、メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノールなどが例示される。

【0015】

また、分離したダーク油を、洗浄手段において水洗した後、エステル化反応に供するよ

50

うにしているのので、ダーク油中の水溶性不純物を除去して高純度の脂肪酸エステルを製造することが可能になる。

【0016】

したがって、本願発明によれば、高純度の脂肪酸エステルを製造することが可能になり、油滓から、効率よく燃料（軽油代替燃料）として用いることが可能な脂肪酸エステルを製造することが可能になる。

【0017】

また、請求項2のように、請求項1の燃料用脂肪酸エステルの製造装置に、さらに、(e)反応機構部でエステル化反応が行われた反応液を蒸留して、低沸点成分と高沸点成分に分離する蒸留手段と、(f)低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段と、(g)高沸点成分中に含まれる脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段と、(h)脂肪酸を分離除去した高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を釜残として除去する高沸点不純物除去手段と、(i)高沸点不純物が分離された高沸点成分中の脂肪酸エステルとグリセリンを比重差により脂肪酸エステルとグリセリンとに分離する分離手段とを備えるようにした場合、油滓から燃料として用いられる高純度の脂肪酸エステルを確実にしかも効率よく製造することが可能になる。

10

【0018】

また、請求項3の燃料用脂肪酸エステルの製造装置のように、混合手段を、ダーク油と低級アルコールを液相状態で混合させながら、低級アルコールが超臨界状態となる反応温度にまで昇温することができるように構成した場合、管型反応器においてさらに効率よくエステル化反応を行わせることが可能になる。

20

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

以下、本願発明の実施の形態を示してその特徴とするところをさらに詳しく説明する。

【0020】

図1～図3は本願発明の一実施形態にかかる、油滓から脂肪酸エステルを製造するために用いた製造装置を示す図であり、図1は油滓に酸を添加して、攪拌、混合することにより分解反応を行わせる分解反応手段Aと、反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂（主として付着した油脂原料に由来する油脂）を主たる成分とするダーク油を分離する分離手段Bと、分離したダーク油を水洗する洗浄手段Cと、ダーク油とアルコールとを、アルコールが超臨界状態となる条件でエステル化反応を行わせる管型反応器やその周辺機器からなる反応機構部Dを示す図である。

30

【0021】

また、図2は管型反応器でエステル化反応を行わせた後の反応液を蒸留して、アルコール及び水を主たる成分とする低沸点成分と、脂肪酸エステル、グリセリン、及び高沸点不純物を含む高沸点成分を分離する蒸留手段E、蒸留手段Eにより分離した低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段F、及び高沸点成分中に含まれる少量の脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段Gを示す図である。

【0022】

また、図3は蒸留手段E（図2）により分離した高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を除去する高沸点不純物除去手段H、及び高沸点不純物除去手段により高沸点不純物が除去された脂肪酸エステルとグリセリンを含む液を脂肪酸エステルとグリセリンに分離する分離手段Iを示す図である。

40

【0023】

図1～図3に示すように、本願発明の脂肪酸エステルの製造装置は、油滓に酸を添加して、攪拌、混合することにより分解反応を行わせる分解反応手段Aと、反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂を主たる成分とするダーク油を分離する分離手段Bと、分離したダーク油を水洗する洗浄手段Cと、ダーク油とアルコールとの混合流体を、アルコールが超臨界状態となる条件で通過させることにより、連続的にエステル化反応を行わせる管型反応器4及びその周辺機器からなる反応機構部D（図1）と、管型反応器4に

50

おけるエステル化反応後の反応液を蒸留して低沸点成分と高沸点成分に分離する蒸留手段 E と、低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段 F と、高沸点成分中に含まれる少量の脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段 G (図 2) と、高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を除去する高沸点不純物除去手段 H と、高沸点不純物除去手段 H で高沸点不純物が分離された高沸点成分中の脂肪酸エステルとグリセリンを分離する分離手段 I (図 3) を備えている。

**【0024】**

この脂肪酸エステルの製造装置において、分解反応手段 A は、油滓に硫酸を添加して、攪拌、混合することにより、油滓中の脂肪酸石けんを再び脂肪酸にするための分解反応を行わせるための設備であり、油滓に少なくとも pH が 5 以下になるまで酸を添加し、50 ~ 120 で、攪拌、混合することにより、脂肪酸石けんを脂肪酸に分解するための反応を十分に行わせるように構成されている。

10

**【0025】**

また、分離手段 B は、分解反応手段における反応が終了した反応液から、分解反応により生成した脂肪酸及び油脂を主たる成分とするダーク油を分離する機構部であり、この実施形態では、デカンタータイプ(静置分離式)の分離手段が用いられている。

なお、分解反応後の反応液は、上層である遊離脂肪酸及び油脂を主成分とする層と、中間層である非水溶性の不純物を主たる成分とするオリ(澱)と、下層である水層の 3 層に分離する。

この実施形態では、分離手段として、デカンタータイプ(静置分離式)のものをを用いているが、分離手段はこれに限らず、遠心分離式のものなど、種々の方式のものをを用いることが可能である。

20

なお、下層の硫酸、硫酸ナトリウムなどを含む水分は、取り出して pH 処理を行った後、廃水処理される。

また、中間層であるオリ(澱)は、取り出して廃棄物として排出される。

**【0026】**

また、分離したダーク油を水洗する洗浄手段 C は、ダーク油に含まれる水溶性の不純物を除去するための機構であり、ダーク油を水と接触させた後、両者を分離することができるように構成されており、その具体的な構成には特に制約はないが、例えば、遠心分離式のものや、攪拌・静置分離式のものなどを用いることが可能である。なお、この洗浄手段 C は、ダーク油に含まれる水溶性の不純物が少ない場合などにおいては省略することも可能である。

30

**【0027】**

また、反応機構部 D (図 1) は、ダーク油を予熱するダーク油予熱器 3 a、アルコールを臨界温度以下の温度に予熱するアルコール予熱器 3 b、ダーク油予熱器 3 a 及びアルコール予熱器 3 b において予熱されたダーク油とアルコールを液相状態で混合させながらアルコールが超臨界状態となる反応温度にまで昇温する、混合機構(この実施例ではインラインミキサー(図示せず))を備えた混合昇温器(混合手段) 3 c、ダーク油とアルコールの混合流体を通過させることにより連続的にエステル化反応を行わせる管型反応器 4 とを備えている。

40

**【0028】**

なお、管型反応器 4 には、所定の長さの管をつづら折り状に曲折させた管型の反応器本体 4 a と、ダーク油とアルコールの混合流体(原料流体)をアルコールの超臨界領域の所定の温度及び圧力に達するまで加熱昇温し、又はその温度及び圧力に保持するためのヒータ 4 b が配設されている。ヒータ形式は熱媒や高圧スチームを利用した 2 重管式加熱形式や電気ヒータ形式など、加熱形式に制限はない。

**【0029】**

なお、管型反応器 4 の出口側に、例えば、反応後の液とアルコールとの熱交換を行わせることによりアルコールを予熱して熱を回収する熱回収部 5 を設けることも可能であり、この熱回収部 5 の有無及び熱回収部を設ける場合の具体的な構成には特別の制約はない。

50

## 【0030】

管型反応器4におけるエステル化反応後の反応液から低沸点成分を留出させて低沸点成分と高沸点成分とを分離する蒸留手段E(図2)は、図2に示すように、管型反応器4の出口側に配設された減圧システム11と、減圧システム11を出た反応液(反応済み液)をフラッシュ蒸発させるフラッシュ缶13aと、減圧した反応液を受け入れるバッファタンク12と、バッファタンク12より供給される反応液からアルコール及び水を主たる成分とする低沸点成分を留出させて、低沸点成分と、脂肪酸エステル、グリセリン、及び高沸点不純物を含む高沸点成分を分離する蒸発部13bと、蒸発部13bで蒸発しなかった高沸点成分を受け取る高沸点成分タンク14と、フラッシュ缶13aと蒸発部13bで蒸発したアルコール及び水の蒸気を凝縮させるコンデンサ15と、コンデンサ15で凝縮したアルコールと水からなる低沸点成分を受け取る低沸点成分タンク16を備えている。

10

## 【0031】

また、低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段F(図2)は、低沸点成分タンク16から供給されるアルコールと水からなる低沸点成分を蒸留してアルコールと水に分離する蒸留塔21と、留分であるアルコールの蒸気を凝縮させるコンデンサ22を備えている。

## 【0032】

また、高沸点成分中に含まれる少量の脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段Gは、蒸留手段Eの高沸点成分を受け取る高沸点成分タンク14から送液されるライン中にアルカリをライン添加して、機械的分離器内で中和反応と分離を行う分離器23を備えている。そして、この分離器23では、中和された不純物である脂肪酸石けんが分離される。この分離器23としては、遠心分離型の分離器や、遠心分離型以外の、機械的分離式の種々の分離器を用いることが可能である。

20

## 【0033】

また、高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を除去する高沸点不純物除去手段Hは、脂肪酸エステル及びグリセリンを留出させて、未反応物や重合物(高沸点不純物)を釜残として分離する薄膜式のヒータ及び蒸発缶からなる蒸留器31と、留出した脂肪酸エステル及びグリセリンを凝縮させるコンデンサ32とを備えている。なお、蒸留器31としては、薄膜式のヒータ及び蒸発缶からなるものに限らず、種々の型式のものを用いることが可能である。

30

なお、コンデンサ32の下流側の真空ライン34には、トラップ35が配設されている。

## 【0034】

また、高沸点成分から高沸点不純物を除去した後の、脂肪酸エステルとグリセリンを含む高沸点成分を脂肪酸エステルとグリセリンに分離する分離手段I(図3)は、コンデンサ32及びトラップ35から供給される脂肪酸エステルとグリセリンを含有する液を遠心力を利用して、比重差により脂肪酸エステルとグリセリンとに分離する分離器36を備えている。この分離器36としては、遠心分離型の分離器に限らず、他の型式の機械的分離のものを用いることも可能である。

## 【0035】

また、この実施形態では、真空吸引手段37として、ガスエゼクタ付きの封水真空ポンプが用いられている。ただし、真空吸引手段37の型式に特別の制約はなく、他の型式のものを用いることも可能である。

40

## 【実施例1】

## 【0036】

以下に本願発明の実施例を示して本願発明の特徴をさらに具体的に説明する。

上述のように構成された脂肪酸エステルの製造装置を用いて、植物性油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓を、以下の条件、手順で処理して、脂肪酸エステルを製造した。

50

## 【 0 0 3 7 】

## [ 1 ] 油滓の分解 ( ダーク油の生成 )

## ( 1 ) 油滓の組成、性状

水分	: 30 ~ 70 重量%
脂肪酸石けん及び油脂	: 20 ~ 60 重量%
その他不純物 ( ガム成分など )	: 10 ~ 50 重量%

## ( 2 ) 硫酸の添加

上記組成を有する油滓を 60 に加熱し、低速攪拌しながら、pH が 3.0 になるまで濃硫酸を添加する。

## ( 3 ) 反応温度

上述の濃硫酸の添加による反応熱により、温度が約 80 に上昇する。

そして、この約 80 の温度で攪拌混合することにより分解反応を行わせる。

10

## 【 0 0 3 8 】

上記の条件で分解反応を行わせることにより、油滓 100 重量部から約 40 重量部の割合でダーク油を分離することができた。

なお、この実施例では、ダーク油を遠心分離機により水で洗浄しながら脱水した。

このようにして得たダーク油の組成は、脂肪酸と油脂を以下の割合で含有するものであった。

脂肪酸	: 60 ~ 80 重量%
油脂	: 40 ~ 20 重量%

20

## 【 0 0 3 9 】

## [ 2 ] ダーク油からの脂肪酸エステルの生成

上記 [ 1 ] の工程で得たダーク油をアルコール ( この実施例ではメタノール ) と混合し、以下の条件で反応させることにより脂肪酸エステルを生成させた。

## ( 1 ) 反応温度

300

## ( 2 ) 反応圧力

1.5 ~ 2.2 MPa

## ( 3 ) 液空間速度

約 0.08 ~ 0.13 1 / min

30

## ( 4 ) 溶媒 ( メタノール ) 添加率

ダーク油の約 0.5 ~ 1.0 重量倍

## 【 0 0 4 0 】

そして、反応液から溶媒であるメタノールと水分を留去するとともに、高沸点不純物を除去して回収した脂肪酸エステルについて、ガスクロマトグラフィー及びガスクロマトグラフィー・質量分析法による分析を行った。

## 【 0 0 4 1 】

## 回収した脂肪酸エステルの組成 ( 分析結果 )

パルミチン酸エステル	: 6.0 %
オレイン酸及びステアリン酸エステル	: 44.5 %
リノール酸エステル	: 19.3 %
リノレン酸エステル	: 5.8 %
その他脂肪酸エステル化物	: 15.2 %
グリセリン	: 0.8 %
水分	: 0.05 %
その他	: 残り

40

## 【 0 0 4 2 】

上記のように、検出された脂肪酸エステルの脂肪酸種は、主にパルミチン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアリン酸であり、その他、脂肪酸種を同定することができない脂肪酸エステル化物も一部存在しており、蒸留操作を行うことで最終的に約 90

50



%の脂肪酸エステル化物を回収できることが確認された。

【0043】

また、上記の分析結果から、エステル化反応は十分に進行しており、脂肪酸エステル化物以外の物質はグリセリンと、微量水分と、モノグリセリン脂肪酸エステルであることが確認された。

【0044】

上記実施例により、油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓から、目的とする軽油代替燃料として使用することが可能な品質を有する脂肪酸エステルが得られることが確認された。

10

また、回収されたメタノールについても分析を行い、リサイクル使用が可能な品質のものであることが確認されている。

【0045】

なお、上記実施例では、アルコールとしてメタノールを用いているが、炭素数が2～5の他の低級アルコール、例えば、エタノール、プロパノール、ブタノール、ペンタノールなどを用いることも可能である。

【0046】

また、上記実施例では、アルコール(メタノール)を予熱するようにしているが、ダーク油とアルコールを混合した混合流体を予熱するように構成することも可能である。

【0047】

本願発明はさらにその他の点においても上記実施形態及び実施例に限定されるものではなく、管型反応器、予熱器、及び混合昇温器などの温度条件や圧力条件、管型反応器内における液空間速度などに関し、発明の範囲内において、種々の応用、変形を加えることが可能である。

20

【産業上の利用可能性】

【0048】

本願発明によれば、油滓から燃料用脂肪酸エステルを効率よく製造することができる。

したがって、本願発明は、油脂の精製工程の一つである脱酸工程において、遊離脂肪酸をアルカリにより中和して分離した、脂肪酸石けん、油脂、水分、及びその他不純物を含む油滓の処理装置、バイオディーゼル燃料の製造装置として、広く利用することが可能である。

30

【図面の簡単な説明】

【0049】

【図1】本願発明の実施形態にかかる脂肪酸エステルの製造装置を構成する、油滓を分解させるための分解反応手段と、ダーク油を分離する分離手段と、分離したダーク油を水洗する洗浄手段と、ダーク油とアルコールとをエステル化反応させる反応機構部を示す図である。

【図2】本願発明の実施形態にかかる脂肪酸エステルの製造装置の、反応液を蒸留して低沸点成分と高沸点成分を分離する蒸留手段、低沸点成分を蒸留してアルコールを回収するアルコール回収手段、及び、蒸留分離された高沸点成分に含まれる少量の脂肪酸を中和反応により分離除去する脂肪酸除去手段を示す図である。

40

【図3】本願発明の実施形態にかかる脂肪酸エステルの製造装置を構成する、高沸点成分を蒸留して高沸点不純物を除去する高沸点不純物除去手段、及び、高沸点不純物が除去された脂肪酸エステルとグリセリンを含む液を脂肪酸エステルとグリセリンに分離する分離手段を示す図である。

【符号の説明】

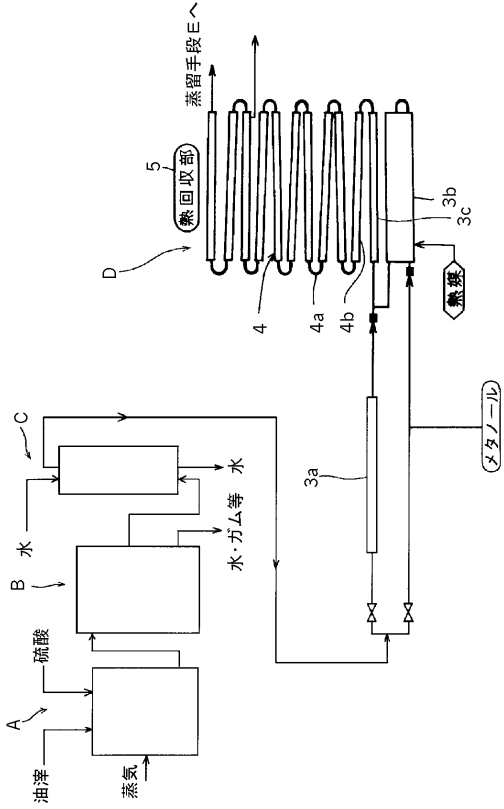
【0050】

- A 分解反応手段
- B 分離手段
- C 洗浄手段

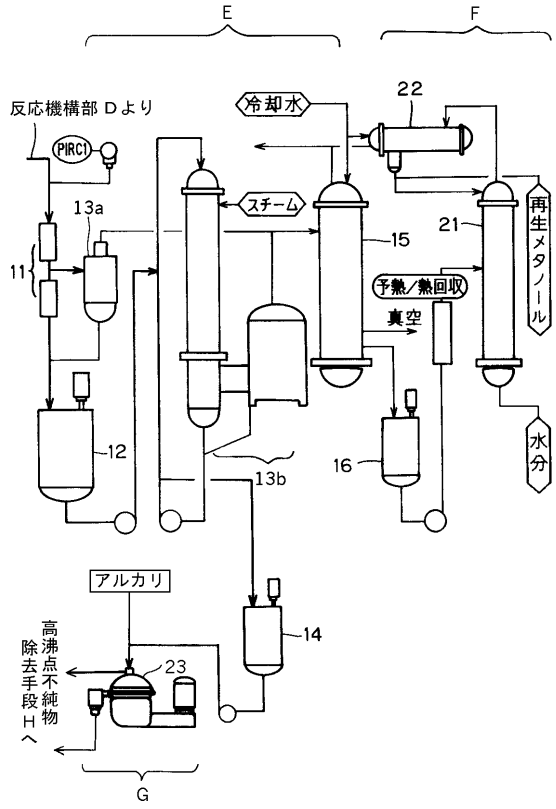
50

D	反応機構部	
E	蒸留手段	
F	アルコール回収手段	
G	脂肪酸除去手段	
H	高沸点不純物除去手段	
I	分離手段	
3 a	ダーク油予熱器	
3 b	アルコール予熱器	
3 c	混合昇温器 (混合手段)	
4	管型反応器	10
4 a	反応器本体	
4 b	ヒータ	
5	熱回収部	
1 1	減圧システム	
1 2	バッファタンク	
1 3 a	フラッシュ缶	
1 3 b	蒸発部	
1 4	高沸点成分タンク	
1 5	コンデンサ	
1 6	低沸点成分タンク	20
2 1	蒸留塔	
2 2	コンデンサ	
2 3	分離器	
3 1	蒸留器	
3 2	コンデンサ	
3 4	真空ライン	
3 5	トラップ	
3 6	分離器	
3 7	真空吸引手段 (ガスエゼクタ付きの封水真空ポンプ)	

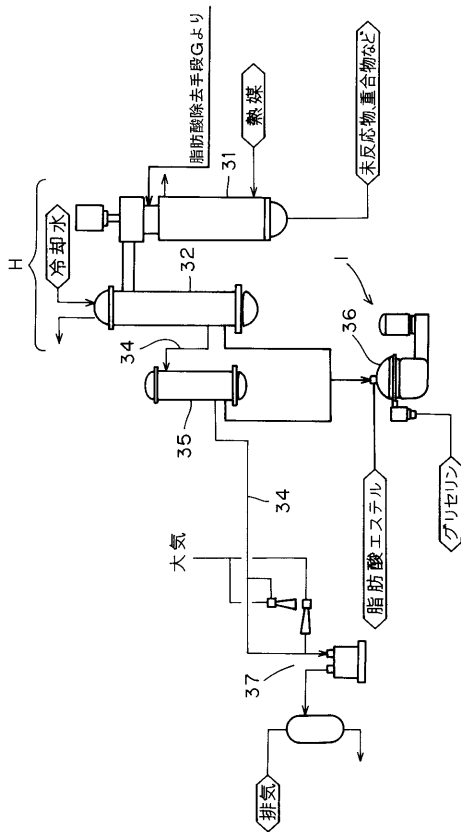
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



---

フロントページの続き

- (72)発明者 谷口 勝弘  
兵庫県尼崎市杭瀬寺島2丁目1番2号 木村化工機株式会社内
- (72)発明者 池田 博史  
兵庫県尼崎市杭瀬寺島2丁目1番2号 木村化工機株式会社内
- (72)発明者 唐下 晃守  
兵庫県尼崎市杭瀬寺島2丁目1番2号 木村化工機株式会社内
- Fターム(参考) 4H013 BA02  
4H059 CA36 CA39 CA48 CA72 CA73 CA74