

PATENTOVÝ SPIS

(11) Číslo dokumentu:

290 786

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 1999 - 115

(22) Přihlášeno: 14.01.1999

(40) Zveřejněno: 16.08.2000

(Věstník č. 8/2000)

(47) Uděleno: 13.08.2002

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 16.10.2002

(Věstník č. 10/2002)

(13) Druh dokumentu: **B6**

(51) Int. Cl. ⁷:

C 07 C 69/24

C 11 C 3/10

C 07 C 27/00

(73) Majitel patentu:

BERÁNEK Jan Ing. CSc., Pardubice, CZ;

(72) Původce vynálezu:

Beránek Jan Ing. CSc., Pardubice, CZ;

Beránek Jan, Pardubice, CZ;

(54) Název vynálezu:

Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu

(57) Anotace:

Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a surového glycerinu z triglyceridových tuků a olejů, složené z větve v níž se produkuje surový ester a z větve v níž se produkuje surový glycerin. Větev v níž se produkuje surový ester sestává z nejméně dvou distribučních jednotek (10, 11), jejichž vstup je napojen na přívody materiálu (102, 103) a výstupy napojeny na nejméně dvě reaktorové jednotky (1, 2, 3) zapojené za sebou, přičemž za každou reaktorovou jednotkou je zařazena jednotka pro separaci kapalných fází (5, 6, 7). Větev v níž se produkuje surový glycerin sestává z destilační jednotky (12), napojené na reaktorovou jednotku (4), napojenou na jednotku pro separaci kapalných fází (9), přičemž vstup do destilační jednotky (12) je napojen na výstup těžší glycerinové fáze z nejméně jedné jednotky pro separaci kapalných fází (5, 6, 7) a výstup destilátu z této jednotky je napojen na odvod materiálu (203).

CZ 290786 B6

Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu

Oblast techniky

Vynález se týká zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu z glyceridových tuků a olejů, zahrnujícího distribuční jednotky, průtokové reaktorové jednotky, jednotky pro separaci fází, destilační jednotky, přírůdky a odvody materiálů.

Dosavadní stav techniky

Estery mastných kyselin a jednomocných alkoholů, zejména methylester mají velký technický význam pro meziprodukt pro obor oleochemie, zvláště pro přípravu mastných alkoholů, ester-sulfonátů, alkanolamidů a mýdel. V současné době však převažuje použití methylesteru jako paliva nebo komponenty paliv pro vznětové motory. Výroba methylesteru pro tyto účely se ve světě již blíží 1 milionu tun ročně. Kromě toho se projevuje poptávka i po jiných druzích esterů, zejména ethylesteru mastných kyselin řepkového oleje, pro jehož výrobu je možné použít ethanolu z přebytků zemědělské produkce obilovin.

Výroba esterů mastných kyselin reesterifikací glyceridových tuků a olejů nižšími alkoholy za přítomnosti bazických katalyzátorů je známá již delší dobu. Příprava methylesteru byla popsána již v US 2 271 619. Od té doby byla navržena a zčásti i realizována řada původních řešení výrobních postupů, z nichž je možné uvést zejména postupy chráněné firmou Henkel (DE 3 444 893). Lion Co. (DE 3 107 318), metallgesellschaft AG (DE 3 325 066, 3 400 766, 3 415 529) a zveřejněná přihláška vynálezu PV 1116-94. Chráněny jsou i kontinuální postupy výroby methylesterů za zvýšených teplot a tlaku do 240 °C a 10 MPa (DE 3 421 217 a DE 3 512 497). Podrobné údaje o chemismu přípravy alkylesterů byly publikovány v J.A.O.C.Soc. 61 (1984) str. 343, 1638 a další. Významné výrobní postupy byly popsány v Enzyklopädie der technischen Chemie, Ullmann, Band 11, str. 432, Kirk, R.E. – Othmer, D.F.: Encyklopedia of chemical Technology, Vol. B 8, str. 275 a dále.

Jsou známy, popsány a provozovány i další způsoby přípravy esterů mastných kyselin a glycerinu reesterifikací glyceridových tuků a olejů. Existující způsoby přípravy esterů mastných kyselin se provádí v různých typech zařízení.

Pro dosažení rovnoměrnější kvality produktů a snížení investičních a provozních nákladů se zvyšuje kapacita výroben a dává se přednost kontinuálním způsobům přípravy.

Nevýhodou běžných zařízení pro kontinuální reesterifikaci glyceridových tuků a olejů je jednoúčelovost jednotlivých strojů a částí zařízení, která vyžaduje dodržování určitého postupu a určitých pracovních podmínek. Rostlinný olej však není chemické individuum, ale přírodní látka, obsahující proměnlivé množství nečistot, které mají vliv na průběh reesterifikace.

Rostlinné oleje obsahují více druhů minoritních nečistot, které mají často charakter koloidů nebo jsou to nestabilní látky s vyšší molekulární hmotností, které samy o sobě nebo produkty jejich štěpení zpomaluje průběh reesterifikace, znesnadňují oddělování jednotlivých kapalných fází nebo vytváří dlouhodobě stabilní emulze. Nejvýznamnějšími nečistotami v olejích jsou silizová látky, tzv. fosfatidy. Fosfatidy se projevují svými emulgačními účinky i při tak nízkých koncentracích jako je 10–40 ppm fosforu v oleji. Účinek těchto nečistot je zvláště vysoký krátce po sklizni olejnatých semen. Vedou k tvorbě houževnatých mezifází, které postupně vyplňují prostor separačních zařízení, vyžadují jejich odstranění a vyčištění. Tím rostou nároky na tato zařízení, na jejich účinnost a objem. Často nestačí gravitační separátory běžných typů a je nutné zařadit drahé odstředivé separátory. I ty však je třeba odstavovat a čistit. Neúplné oddělení fází je

příčinou ztrát oleje, methylesteru a glycerinu. Snižuje se tak výrobní kapacita a rostou provozní náklady.

5 Tyto problémy se dosud většinou řeší vysokým stupněm rafinace výchozího oleje, která však zejména pro použití methylesteru jako motorového paliva není v takovém rozsahu nutná, zvyšuje výrobní náklady a omezuje použitelnost esterů. Ekonomické důvody proto nutí k využití méně rafinovaných olejů a olejů ze zemědělských lisoven, jejichž vlastnosti však vždy nezaručují plynulý průběh reesterifikace.

10 Kromě toho klade trh méně požadavky na přizpůsobivost zařízení pro výrobu i jiných esterů, zejména ethylesteru. Dosud známá kontinuální zařízení takovou změnu výrobku prakticky neumožňují.

15 Vynález si proto klade za úkol navrhnout takové zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu, které by ve značném rozsahu dovolovalo měnit způsob přípravy a pracovní podmínky jednotlivých částí zařízení a umožňovalo tak pružně reagovat na výkyvy v kvalitě surovin i na požadavky po určitém druhu esteru a současně by na nezbytnou míru omezovalo použití drahých jednoúčelových strojů jako jsou odstředivé separátory a dekantéry.

20

Podstata vynálezu

Výše uvedené nedostatky se odstraní a vytčeného cíle se dosahuje na zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a surového glycerinu zahrnující směšovače kapalin, výměníku tepla, 25 reaktory, děličky fází, filtry, odparky, deflegmační nebo rektifikační aparát, dávkovací čerpadla, přívody a odvody materiálu, složeném ze dvou produkčních větví, jehož podstata spočívá v tom, že větev, v níž se produkuje surový ester, sestává z nejméně dvou distribučních jednotek 10, 11, jejichž vstup je napojen na přívody 102, 103 materiál a výstupy napojeny na nejméně dvě reaktorové jednotky 1, 2, 3 zapojené za sebou, přičemž za každou reaktorovou jednotkou je 30 zařazena jednotka 5, 6, 7 pro separaci fází, přičemž přívod 101 materiálu je napojen na vstup první reaktorové jednotky 1 a odvod 201 materiálu je napojen na výstup lehké fáze poslední jednotky 6, 7, pro separaci fází, a větev, v níž se produkuje surový glycerin, sestává z destilační jednotky 12, napojené na reaktorovou jednotku 4, napojenou na jednotku 9 pro separaci fází, přičemž vstup do destilační jednotky 12 je napojen na výstup těžší glycerinové fáze z nejméně 35 jedné jednotky 5, 6, 7 pro separaci fází a výstup destilátu z této jednotky je napojen na odvod 203 materiálu, vstup reaktorové jednotky 4 je dále napojen na přívod 104 materiálu a výstupy jednotky 9 pro separaci fází jsou napojeny na odvody 204 a 205 materiálu.

40 Surovým esterem se rozumí ester obsahující určité množství rozpuštěného nezreagovaného alkoholu a malá množství katalyzátoru, popřípadě mýdel. Rafinace surového esteru na produkt obchodní kvality je postupem obecně známým, založeným na destilaci nebo extrakci alkoholu vodou a odloučení většiny dalších nečistot a není předmětem technického řešení podle tohoto vynálezu. Surovým glycerinem se myslí glycerin zbavený mýdel a nezreagovaného methanolu a obsahující soli a malá množství mastných kyselin, esteru, mýdel, přírodních barviv a dalších 45 nečistot.

Jednotkou se rozumí provozně autonomní soubor, obsahující obvykle větší počet aparátů a strojů (elementů) určených pro daný účel spolu s technologickými propoji, se zařízením pro přívod a odvod materiálu, přičemž s vyrovnávacími zásobníky na vstupu a výstupu jednotky, s odpovídající elektroinstalací, měřením a regulací. Jednotky jsou vzájemně propojeny potrubím a arma- 50 turami, které umožňují ruční nebo dálkové přestavování cest a spolu s nadřazenou elektrickou soustavou a řídicím systémem vytváří vlastní zařízení pro kontinuální výrobu. Jednotlivé jednotky budou dále blíže určeny.

Je výhodné, jestliže zařízení dále obsahuje jednotku 8 pro separaci fází, která je vřazena mezi destilační jednotku 12 a nejméně jednu jednotku 5, 6, 7 pro separaci fází, přičemž vstup jednotky 8 je napojen na výstup těžší glycerinové fáze nejméně jedné jednotky 5, 6, 7 pro separaci fází a výstup lehčí esterové fáze z jednotky 8 a je napojen na vstup jednotky 5 pro separaci fází.

5

Je výhodné, jestliže jsou reaktorové jednotky 1, 2, 3, 4 tvořeny směšovačem c kapalin, výměníkem b tepla a průtočným reaktorem a, přičemž výměník b tepla a/nebo směšovač c kapalin mohou být zčásti nebo zcela součástí průtočného reaktoru a. s výhodou je výměník b tepla a/nebo směšovač c kapalin rozdělen na několik dílčích výměníků b_i a dílčích směšovačů c_i, které jsou vloženy do průtočného reaktoru a.

10

To znamená, že veškeré složky, které vstupují do reaktorové jednotky, se mohou mísit v samostatném směšovači, odtud postupovat do výměníku tepla, kde se směs předeheje na požadovanou teplotu a následně prochází průtočným reaktorem, v němž proběhne chemická reakce. Při tomto uspořádání může chemická reakce proběhnout zčásti již ve výměníku tepla, který se tak stává jednou z částí průtočného reaktoru.

15

Reaktorová jednotka může být řešena také tak, že se ve směšovači mísí jen hlavní složky, které spolu samy nereagují, předehejí se ve výměníku tepla a teprve na vstupu průtočného reaktoru se mísí s proudy, které obsahují katalyzátor, tak aby proběhla reakce. Popřípadě se ve výměníku předeheje pouze hlavní proud a mísení se všemi ostatními složkami probíhá ve směšovači před vstupem do průtočného reaktoru nebo je směšovací element součástí vstupní části průtočného reaktoru a/nebo jsou směšovací elementy vloženy do několika míst průtočného reaktoru a umožňují tak přivádět některé složky do reakční směsi, zejména roztok katalyzátoru, na vybrané místo podle okamžité potřeby nebo je přivádět současně do více míst reaktoru a tak dosáhnout jejich lepší využití. Podobně může být rozdělen výměník tepla na několik částí fungujících buď samostatně a/nebo jako vložená část nebo části a/nebo jako konstrukční součást nebo součástí průtočného reaktoru.

20

25

Je také výhodné, jestliže zařízení dále zahrnuje distribuční jednotku 15, jejíž vstup je napojen na přívod 106 materiálu a výstup je napojen na dílčí směšovač c_i, který je vložen do průtočného reaktoru a nejméně jedné reaktorové jednotky 1, 2, 3, 4.

30

Toto uspořádání dovoluje přivádět do reaktorové jednotky další reakční složky, které mohou například omezovat průběh vedlejších reakcí a/nebo zlepšovat podmínky pro následnou separaci fází a může být zvláště vhodné při přípravě méně běžných druhů esterů. V takovém případě je uvedený dílčí směšovač obvykle vložen na konci průtočného reaktoru a a s výhodou je dále vložen dílčí výměník b_i, který má podpůrný vliv k působení výše uvedené reakční složky.

35

Dále je výhodné, jestliže alespoň některá reaktorová jednotka 1, 2, 3, 4 nebo průtočný reaktor a, který je částí alespoň některé reaktorové jednotky 1, 2, 3, 4, je opatřen pohyblivými míchacími elementy, zvláště ve vícestupňovém uspořádání, zejména blízkém extrakční koloně s točivými nebo vibrujícími elementy, nebo je opatřen statickými míchacími elementy, zvláště ve vícestupňovém uspořádání, a/nebo je opatřen dlouhými úzkými kanálky podobnými svým uspořádáním deskovým výměníkům tepla, popřípadě se tyto elementy kombinují.

40

45

Průtočný reaktor a, který je součástí reaktorových jednotek 1, 2, 3, 4 může tak být tvořen různými konstrukcemi jednostupňových a zejména vícestupňových průtokových míchacích aparátů s pohyblivými nebo statickými míchacími elementy a s přepážkami, které se svým uspořádáním blíží z odborné literatury obecně známému pojmu kaskády ideálně míchaných reaktorů. Z tohoto hlediska je zvláště účinné uspořádání připomínající extrakční kolony s míchadly nebo vibrujícími patry známé v literatuře pod názvem jako kolona s rotujícími kotouči, Rushtova kolona, Scheibelův extraktor a pod. Může se také jednat o kolony s výplní, zejména orientovanou výplní, s přepážkami a různě kombinovaným průtokem kolony sestavené z jednotek statických směšovačů s radiálním, axiálním nebo kombinovaným průtokem.

50

55

Jinou alternativou uspořádání průtočného reaktoru je trubkový reaktor nebo soustava trubkových reaktorů s vysokou rychlostí průtoku, která zaručuje velmi intenzivní promíchávání proudícího média. popřípadě kombinace trubkových reaktorů se zařízeními blížícími se ideálnímu míšiči, které byly popsány v předchozím odstavci. Takový reaktor je možné realizovat např. určitým napojením deskových výměníků tepla, v nichž proudí kapalina vysokou rychlostí velmi úzkými kanálky. V průtočných reaktorech této konstrukce může dojít průběžně k promíchání složek a předeřtátí na reakční teplotu za současně probíhající chemické reakce, ale i k ochlazení směsi po proběhnuté reakci.

Výhodou technického řešení podle tohoto vynálezu je možnost nastavit v širokých mezích vhodnou reakční teplotu a přívodem katalyzátoru i některých dalších složek na vhodné místo nebo místa nastavit i vhodnou dobu prodlení a tak pružně reagovat na kvalitu suroviny i požadavky na odlišné reakční podmínky při přípravě jiných druhů esterů.

Je také výhodné, jak z bezpečnostního hlediska, tak s ohledem na zabránění tvorbě emulzí, jestliže jsou průtočné reaktory zcela vyplněny kapalinou a je zabráněn přístup vzduchu a jestliže umožňují práci za zvýšené teploty a tlaku a je tak potlačen tlak par některých nížeuvroucích složek reakční směsi, zejména za zvýšené teploty.

Jednotlivé reaktorové jednotky mohou být s výhodou řešeny technicky odlišné zejména s přihlédnutím k reakční rychlosti, ale i ke korozivitě prostředí. To znamená, že některé průtočné reaktory a reaktorové jednotky mohou být konstrukčně a/nebo materiálově značně jednodušší než jiné.

Je výhodné, jestliže nejméně jedna jednotka 5, 6, 7 pro separaci fází je tvořena výměníkem tepla a nejméně jednou průtočnou gravitační děličkou f, g fází, která je s výhodou opatřena odlučovači kapek a/nebo koalescenční vložkou, přičemž v uspořádání se dvěma děličkami jsou tyto zapojeny za sebou se společným odtahem těžké fáze, která se odvádí s výhodou přes usměrňující akumulací člen h.

Zařízení pro reesterifikaci podle tohoto vynálezu využívá s výhodou zapojení dvojic reaktorových a separačních jednotek ve větší produkující surový ester za sebou, přičemž nejméně jsou zapojeny dvě takové dvojice za sebou. Optimální technické řešení představuje tři reaktorové jednotky spolu se třemi jednotkami pro separaci fází zapojené za sebou. Uspořádání se dvěma reaktorovými jednotkami je pouze okrajového významu, protože nedovoluje využít všech možností nastavení optimálního výrobního režimu a nedovoluje v plném rozsahu pružně reagovat na odchylky v kvalitě suroviny a na odchylné požadavky při přípravě jiných druhů esterů.

Zařízení podle tohoto vynálezu s výhodou využívá průtočné gravitační separátory, děličky, jako nenákladné zařízení pro účinnou separaci fází a to zvláště v podmínkách, kdy se tvoří proměnlivé množství mezifáze s nižší rychlostí rozpadu.

Pro funkci těchto děliček je výhodné nastavit optimální teplotu vstupního média pomocí výměníku e tepla.

Vhodnou teplotou se dosahuje přiměřené rychlosti a úplnosti separace kapalných fází a současně přiměřené rychlosti rozpadu mezifáze. Je výhodné, když výměník e tepla v nejméně jedné jednotce 5, 6, 7 pro separaci fází je tvořen odparkou a zařízení dále zahrnuje odtah 206 materiálu, který je napojen na výstup destilátu z výměníku e tepla. V uspořádání s odparkou jako výměníkem tepla a zejména při práci za sníženého tlaku se dosahuje kromě snížení teploty směsi i odpaření části nezreagovaného alkoholu a tím lepších podmínek pro následující oddělení fází v průtočné gravitační děličce.

Zvláště výhodné je uspořádání děliček s výměnnou koalescenční vložkou, která urychluje spojování kapiček dispergované fáze. Důležité je aby materiál vložky vykazoval afinitu k dispergova-

né fázi. Pro funkci děličky je významné použití odlučovačů kapek ať již ve formě šikmých axiálních překážek, sypané či orientované výplně nebo jiných elementů. Výhodná je i možnost snadné výměny uvedených odlučovačů jak pro jejich čištění, tak pro použití odlučovačů optimálních vlastností pro daný účel. Uspořádání se dvěma děličkami podporuje koalescenci zbylé dispergované fáze a její vyloučení.

V děličkách se udržuje v závislosti na rychlosti čerení jednotlivých fází optimální výše fázového rozhraní a těžká fáze se odvádí společně s výhodou přes akumulární člen h, který vyrovnává výkyvy průtoku.

V případě, že se opakovaně zpracovává rostlinný olej s vysokým obsahem fosfatidů, může být výhodné, jestliže je jednotka 5 pro separaci fází nebo jen děličky f, g pro separaci fází v této jednotce, tvořena rotačním třífázovým průtočným odstředivým separátorem, přičemž výstup pevné fáze z průtočného odstředivého separátoru je napojen na odtah 207 materiálu. Třífázový průtočný dekantér je známé a nákladné zařízení, jehož použití může být zdůvodněno jen v krajním případě.

Také může být výhodné, zejména pokud se opakovaně zpracovává rostlinný olej s vyšším obsahem fosfatidů, jestliže průtočná dělička g poslední jednotky 6 nebo 7 pro separaci fází je nahrazena odstředivým separátorem fází.

Dále je výhodné, jestliže jednotka 9 a/nebo 8 pro separaci fází je tvořena nejméně jednou průtočnou gravitační děličkou l, m fází, která je s výhodou opatřena odlučovači kapek a/nebo koalescenční vložkou, přičemž v uspořádání se dvěma děličkami jsou tyto s výhodou zapojeny za sebou se společným odtahem lehké fáze přes akumulární člen n.

Kromě toho je také výhodné, jestliže mezi průtočné gravitační děličky l, m fází jednotky 8 pro separaci fází je vřazen filtrační element o, na jehož vstup je napojen výstup děličky l a přívod 105 materiálu a na výstup je napojen vstup děličky m a odtah 205 materiálu.

Zařízením další jednotky 8 pro separaci fází mezi destilační jednotku 12 a jednotku 5, 6, 7 pro separaci fází a volbou gravitačních děliček m, l s přiměřenou dobou prodloužení se dosahuje dodatečné koalescence a oddělení zbytků dispergované lehké fáze, která se vrací do jednotky 5 pro separaci fází. Mohou se tak významně snižovat ztráty esteru. Oddělení zbytků lehké fáze napomáhají koalescenční vložky a/nebo odlučovače kapek, zejména pokud je možné je snadno čistit a vyměňovat.

V případě, že se opakovaně zpracovává rostlinný olej s vyšším obsahem fosfatidů, může být výhodné, jestliže je mezi průtočné gravitační děličky l a m fází jednotky 8 pro separaci fází vřazen filtrační element o, kterým se zachycují a přes odtah 205 materiálu odstraňují rozptýlené částice fosfatidů. K tomu účelu slouží také pomocná filtrační hmota, která vstupuje přívodem 105 materiálu a rozmíchává se v glycerinové fázi a/nebo se předem naplavuje na filtrační element o.

Dále je výhodné, když destilační jednotka 12 ve větvi produkující surový glycerin je tvořen nejméně jednou odparkou i, j, s výhodou odparkou s padajícím filmem nebo filmovou rotorovou odparkou, přičemž destilát je odtahován s výhodou přes deflegmační nebo rektifikační element k.

Při destilaci alkoholu z glycerinové fáze vznikne v konečné fázi silně viskózní kapalina se sklonem k pěnění. Destilací methanolu je výhodné za těchto podmínek provádět ve filmovém aparátu zejména se stíranou plochou. S ohledem na vysokou cenu takového aparátu je výhodné zvláště při větších výrobních kapacitách předřadit filmové odparce některou ze známých typů běžnějších odparek. Dále je výhodné odvádět páry alkoholu z odparky nebo odparek přes deflegmační nebo rektifikační aparát, v němž se zachytí a vrátí zpět do odparky větší část výševroucího glycerinu.

Je výhodné, jestliže nejméně dvě distribuční jednotky 10, 11, 15 jsou tvořeny elementy pro plynulé nebo pulzní proporciální dávkování kapalin, s výhodou dávkovacími čerpadly.

5 Dále je výhodné, když výstup těžší glycerinové fáze z jednotky 6 pro separaci fází se uvádí na vstup reaktorové jednotky 1. Toto uspořádání je vhodné mimo jiné tehdy, jestliže se zpracovává olej s vyšším obsahem fosfatidů a glycerinová fáze, která by se měla vést do destilační jednotky 12, není zcela vyčtěná.

10 Také je výhodné, jestliže výstup těžší glycerinové fáze z jednotky 7 pro separaci fází se uvádí na vstup reaktorové jednotky 2. Význam tohoto uspořádání je podobný jako v předchozím případě.

Kromě toho je výhodné, jestliže zařízení dále obsahuje přepínač 13 materiálu situovaný mezi reaktorovou jednotkou 1, jednotkou 6 pro separaci fází a destilační jednotkou 12 mezi jednotkou 8 pro separaci fází.

15 Je výhodné, když je přepínač 13 napojen na výstup těžší fáze z jednotky 6 pro separaci fází a spojen se vstupem reaktorové jednotky 1 a se vstupem destilační jednotky 12 nebo se vstupem jednotky 8 pro separaci fází.

20 Kromě toho je výhodné, jestliže zařízení dále obsahuje přepínač 14 materiálu situovaný mezi reaktorovou jednotkou 2, jednotkou 7 pro separaci fází a destilační jednotkou 12 nebo jednotkou 8 pro separaci fází.

25 Je výhodné, když je přepínač 14 napojen na výstup těžší fáze z jednotky 7 pro separaci fází a spojen se vstupem reaktorové jednotky 2 a se vstupem destilační jednotky 12 nebo se vstupem jednotky 8 pro separaci fází.

30 Přepínače a jejich napojení dovolují měnit průtok těžké glycerinové fáze s ohledem na její stav a složení a poměry v reaktorových jednotkách 1, 2, v jednotce 8 pro separaci fází a v destilační jednotce 12 a reagovat tak na změny v kvalitě surovin, změny při najíždění a odstavování a na požadavky při změně druhu esteru. Přepínačem se rozumí třícený kohout nebo jakékoli jiné technické řešení s touže funkcí, které dovoluje přivádět materiál do jedné ze dvou možných průtokových jednotek.

35 Výhodou zařízení pro kontinuální výrobu surového esteru a glycerinu podle tohoto vynálezu na rozdíl od dosud známých jednoúčelových zařízení je možnost měnit reakční jednotky a podmínky pro separaci materiálu a tak pružně reagovat bez podstatné přestavby zařízení na proměnlivé vlastnosti přírodní suroviny, rostlinného oleje, aniž by jej bylo nutné s vysokými náklady hluboce rafinovat a dále používat stejně zařízení pro výrobu více druhů esterů.

40 Je to umožněno vhodným výběrem průtokových reaktorových jednotek, jednotek pro separaci fází, distribučních jednotek a destilačních jednotek, které jsou tvořeny ze specificky vícefunkčním způsobem technicky řešených a zapojených elementů, aparátů, a jejich vhodných uspořádání a vzájemným propojením.

45 Praktické provedení způsobu podle vynálezu je objasněno na následujících příkladech, jimiž ovšem obsah vynálezu není omezen ani vyčerpán.

Přehled obrázků na výkresech

5 Technické řešení zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu bude blíže vysvětleno pomocí obrázku 1 až 5, na kterých jsou graficky znázorněny jednotlivé níže uvedené příklady.

Na obr. 6 až 9 jsou znázorněny příklady technického řešení jednotlivých průtokových jednotek s využitím jednotlivých elementů. Průtokové jednotky jsou označeny takto:

10

- 1, 2, 3, 4 – reaktorové jednotky,
- 5, 6, 7, 8, 9 – jednotky pro separaci fází,
- 10, 11, 15 – distribuční jednotky,
- 12 – destilační jednotka,
- 15 13, 14 – přepínače průtoku.

Elementy průtokových jednotek jsou označeny takto:

- a – reaktor,
- 20 b – výměník tepla,
- c – směšovač,
- e – výměník tepla,
- f – dělička fází,
- g – dělička fází,
- 25 h – akumulční člen (zásobník),
- i – odparka,
- j – odparka,
- k – deflegmátor nebo retriřikační kolona,
- l – dělička fází,
- 30 m – dělička fází,
- n – akumulční člen (zásobník),
- o – filtr.

35 Příklady provedení

Příklad 1

40 Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu podle tohoto příkladu sestává z větve, v níž se produkuje surový ester, která zahrnuje dvě distribuční jednotky 10, 11, tři reaktorové jednotky 1, 2, 3 a tři jednotky 5, 6, 7 pro separaci fází přívody 101, 102, 103, materiálu a odvod 201 materiálu, a z větve, v níž se produkuje surový glycerin, která zahrnuje dvě jednotky 8, 9 pro separaci fází reaktorovou jednotku 4, destilační jednotku 12, přívod 104
45 materiálu a odvody 202, 203, 204 materiálu.

Prvý přívod 101 materiálu je napojen na první reaktorovou jednotku 1, napojen na jednotku 5 pro separaci fází, napojenou na druhou reaktorovou jednotku 2, napojenou na jednotku 6 pro separaci fází, napojenou na třetí reaktorovou jednotku 3, napojenou na jednotku 7 pro separaci

fází, napojenou na první odvod 201 materiálu. Druhý přívod 102 materiálu je napojen na vstup distribuční jednotky 10, napojené na vstupy reaktorových jednotek 1, 2, 3. Třetí přívod 103 materiálu je napojen na vstup distribuční jednotky 11, napojené na vstupy reaktorových jednotek 1, 2, 3. Výstupy těžší glycerinové fáze z jednotek 5, 6, 7 pro separaci fází jsou napojeny na jednotku 8, pro separaci fází, napojenou na destilační jednotku 12, napojenou na reaktorovou jednotku 4, napojenou na jednotku 9, pro separaci fází, napojenou na druhý odvod 202 materiálu. Výstup lehčí fáze z jednotky 8 pro separaci fází je napojen na vstup jednotky 5 pro separaci fází. Čtvrtý přívod 104 materiálu je napojen na vstup reaktorové jednotky 4. Třetí odvod 203 materiálu je napojen na výstup destilační jednotky 12 a čtvrtý odvod 204 materiálu na výstup lehčí fáze z jednotky 9 pro separaci fází.

Jednotlivé průtokové jednotky jsou propojeny podle schématu na obr. 1. Reaktorové jednotky 1, 2, 3 jsou tvořeny z elementů podle schématu na obr. 6a, reaktorová jednotka 4 je tvořena z kombinace elementů podle schématu na obr. 6c, jednotky 5, 6, 7 pro separaci fází jsou tvořeny podle schématu na obr. 7b, jednotka 8 pro separaci fází je tvořena podle schématu na obr. 9a, jednotka 9 pro separaci fází je tvořena jedinou průtokovou děličkou 1 a destilační jednotka 12 je tvořena z odparky j a deflegmátoru k podle schématu na obr. 12.

Výroba methylesteru podle tohoto příkladu probíhá následovně:

Do první reaktorové jednotky 1 se přivádí přívodem 101 olej, přívodem 102 přes distribuční jednotku 10 methanol a přívodem 103 přes distribuční jednotku 11 roztok katalyzátoru v methanolu (např. alkalický hydroxid nebo alkoholát). Reakcí oleje s methanolem za přítomnosti katalyzátoru vznikají dvě kapalně fáze, které se rozdělují v jednotce 5 pro separaci fází. Těžší glycerinová fáze se odvádí z této jednotky do jednotky 8 pro separaci fází. Lehčí esterová fáze se uvádí do druhé reaktorové jednotky a současně z distribučních jednotek 10 a 11 další množství methanolu a roztoku katalyzátoru. V této jednotce se olej z podstatné části přemění na methylester. Reakční směs se rozděljuje podobně jako v předešlém stupni v jednotce 6 pro separaci fází. Těžší glycerinová fáze se opět odvádí do jednotky 8 pro separaci fází. Lehčí esterová fáze se uvádí spolu s dalším množstvím methanolu a roztoku katalyzátoru do třetí reaktorové jednotky 3, kde dochází k doreagování oleje a v jednotce 7 pro separaci fází k co nejúplnějšímu oddělení zbytků glycerinové fáze, která je odváděna opět do jednotky 8 pro separaci fází. Surový ester se odvádí odvodem 201 materiálu.

V jednotce 8 pro separaci fází dochází při pomalém průtoku k sedimentaci a oddělení dispergovaného methylesteru, který se vrací na vstup jednotky 5 pro separaci fází. Vyčerená glycerinová fáze prochází destilační jednotkou 12, která se na filmové odparce oddestiluje methanolem, který se po deflegmentaci malého množství glycerinu odvádí odvodem 203 materiálu. Glycerinová fáze zbavená methanolu se uvádí do reaktorové jednotky 4, kde se reakcí mýdel s minerální kyselinou, převáděnou přívodem 104 materiálu, uvolňují v glycerinu velmi málo rozpustné mastné kyseliny. Směs se rozsazuje v jednotce 9 pro separaci fází. Mastné kyseliny se odvádí odvodem 204 materiálu a surový glycerin odvodem 202.

45 Příklad 2

Průtokové jednotky podle tohoto příkladu jsou situovány a propojeny podle schématu na obr. 2.

Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu je shodné s předchozím příkladem s tím rozdílem, že methanol se z distribuční jednotky 10 přivádí jen do reaktorových jednotek 2 a 3, glycerinová fáze z jednotky 6 pro separaci fází se odvádí na vstup reaktorové jednotky 1 a z jednotky 7 pro separaci fází na vstup reaktorové jednotky 2 místo do jednotky 8 pro separaci fází a destilační jednotka 12 neobsahuje deflegmační element k. Průtočné reaktory a reaktorových jednotek 1, 2, 3 jsou vybaveny třemi turbínovými míchadly na společné ose a dvěma radiálními přepážkami, vytvářejícími tři průtočné míchané zóny. Děličky f a g fází jednotek 5, 6,

7 pro separaci fází jsou vybaveny vyjímatelnými koalescenčními vložkami a děličky f šikmými axiálními odlučovači kapel. Roztok 4 je tvořen míchanou průtočnou nádobou s duplikátorem a přívodem složek do prostoru míchadla.

5

Příklad 3

Průtokové jednotky podle tohoto příkladu jsou situovány a propojeny podle schématu na obr. 3.

10 Zařízení podle tohoto příkladu obsahuje dále jako základní část přepínače 13 a 14 a tím spojuje výhody obou předchozích příkladů. Glycerinová fáze z jednotky 6 pro separaci fází se může odvádět jak do reaktorové jednotky 1, tak do jednotky 8 pro separaci fází a z jednotky 7 pro separaci fází jak do reaktorové jednotky 2, tak opět do jednotky 8 pro separaci fází.

15 Kromě toho jsou reaktorové jednotky 1, 2, 3 tvořeny výhodněji z elementů podle schématu na obr. 6b, kdy roztok katalyzátoru spolu s glycerinovou fází z předchozího stupně se směšuje s přehřátou reakční směsí přímo na vstupu do průtočného reaktoru. V jednotce 7, pro separaci fází podle schématu na obr. 7b je průtočná gravitační dělička g nahrazena odstředivým separátorem, který zajišťuje úplnější oddělení glycerinové fáze, která je odváděna do akumulárního zásobníku h.

25 Jednotka 8 pro separaci fází je tvořena podle schématu na obr. 9b s filtrem o vřazeným mezi děličky l a m fází. Přívodem 105 materiálu se přivádí na vstup filtru (o) pomocná filtrační hmota, která se rozmíchává v přiváděné glycerinové fází. Oddělené fosfatidy se spolu s pomocnou filtrační hmotou odvádí odvodem 205 materiálu. Destilační jednotka 12 je tvořena z deskové odparky i, filmové rotorové odparky j a deflegmátoru k podle schématu na obr. 8. Část methanolu se z glycerinové fáze odpařuje v deskové odparce j a hluboké odpaření methanolu probíhá za sníženého tlaku ve filmové rotorové odparce j. Z methanolových par se v deflegmátoru k odstraňuje stržený glycerin. Průtočné reaktory a ostatní průtočné děličky fází jsou tvořeny jako
30 v příkladu 2.

Příklad 4

35 Průtokové jednotky podle tohoto příkladu jsou situovány a propojeny podle schématu na obr. 4.

40 Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu je podobné zařízení podle příkladu 2 s tím rozdílem, že bylo výrazně zjednodušeno vypuštěním některých průtokových jednotek. V případě reálného zařízení je také možné tyto jednotky pouze vyřadit z provozu a upravit potrubí propoje. Zařízení je vhodné jen pro zpracování oleje s velmi nízkým obsahem nečistot.

45 Zařízení neobsahuje třetí průtokový reaktor 3 a jednotku 7, pro separaci fází. Methanol z distribuční jednotky 10 a roztok katalyzátoru z distribuční jednotky 11 se uvádí pouze do reaktorové jednotky 1 a 2. Je zachováno propojení pro glycerinovou fází z jednotky 6, pro separaci fází na vstup první reaktorové jednotky 1.

Zařízení dále neobsahuje jednotku 8 pro separaci fází, těžší glycerinová fáze z jednotky 5, pro separaci fází se uvádí přímo do destilační jednotky 12. Odpovídající průtočné jednotky jsou tvořeny z elementů týmž způsobem jako v příkladu 2.

50

Příklad 5

Průtokové jednotky podle tohoto příkladu jsou situovány a propojeny podle schématu na obr. 5.

5 Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a glycerinu podle tohoto příkladu je co se týče výběru a propojení průtokových jednotek shodné se zařízením podle příkladu 2 s tím, že dále obsahuje jako základní část distribuční jednotku 15, na jejíž vstup je napojen přívod 106 materiálu a výstup z této jednotky je napojen na průtokové reaktorové jednotky 2 a 3. Tyto reaktorové
10 jednotky jsou tvořeny podle schématu na obr. 6d, podle něhož průtočný reaktor sestává z dílčích směšovací a reakčních elementů. Dílčí směšovače jsou tvořeny statickými mixéry, dílčí reaktory jsou deskovými elementy s úzkými kanálky s vysokou rychlostí průtoku a se současnou možností výměny tepla. Dílčí reaktory tak mají dodatečnou funkci směšovačů a výměníků tepla. Navazující jednotky 6, 7 pro separaci fází jsou tvořeny podle schématu na obr. 7c. Průtočné
15 děličky f a g jsou vybaveny stejně jako v příkladu 2 s výjimkou děličky g jednotky 7. Výměníky e jednotek 6 a 7 fungují jako deskové odparky.

Reaktorové jednotky 2, 3 a navazující jednotky pro separaci fází fungují tak, že reakční směs se mísí s alkoholem ve směšovači c₁, ohřeje se ve výměníku b₁, na vstupu do průtočného reaktoru se
20 smísí s roztokem katalyzátoru a případně s glycerinovou fází z předchozího stupně ve směšovači c₂, prochází částí průtočného reaktoru a₁, kde dojde k částečné přeměně oleje na ester, ve směšovači c₃, se případně smísí s dalším podílem roztoku katalyzátoru, v druhé části průtočného reaktoru a₂ a dále zvýší stupeň přeměny oleje na ester a v závěrečném směšovači c₄ se z distribuční jednotky 15 přidá složka, která zastaví průběh reakce a/nebo usnadní rozdělení esterové
25 a glycerinové fáze. Směs postupuje do jednotky pro separaci fází, kde se v tepelném výměníku e, který funguje jako odparka, odpaří za sníženého tlaku část nezreagovaného alkoholu, který se odebírá odvodem 206₁, 206₂ materiálu. Esterová a glycerinová fáze se potom odsazují v průtočných gravitačních děličkách f a g. V jednotce 7 pro separaci fází je průtočná gravitační dělička g nahrazena odstředivým separátorem, který zajišťuje úplnější oddělení glycerinové fáze. Glyceri-
30 nová fáze z jednotky 5 a 7 pro separaci fází se uvádí do jednotky 8 pro separaci fází ve větví, v níž se produkuje surový glycerin. Glycerinová fáze z jednotky 6 pro separaci fází se uvádí na vstup první reaktorové jednotky 1.

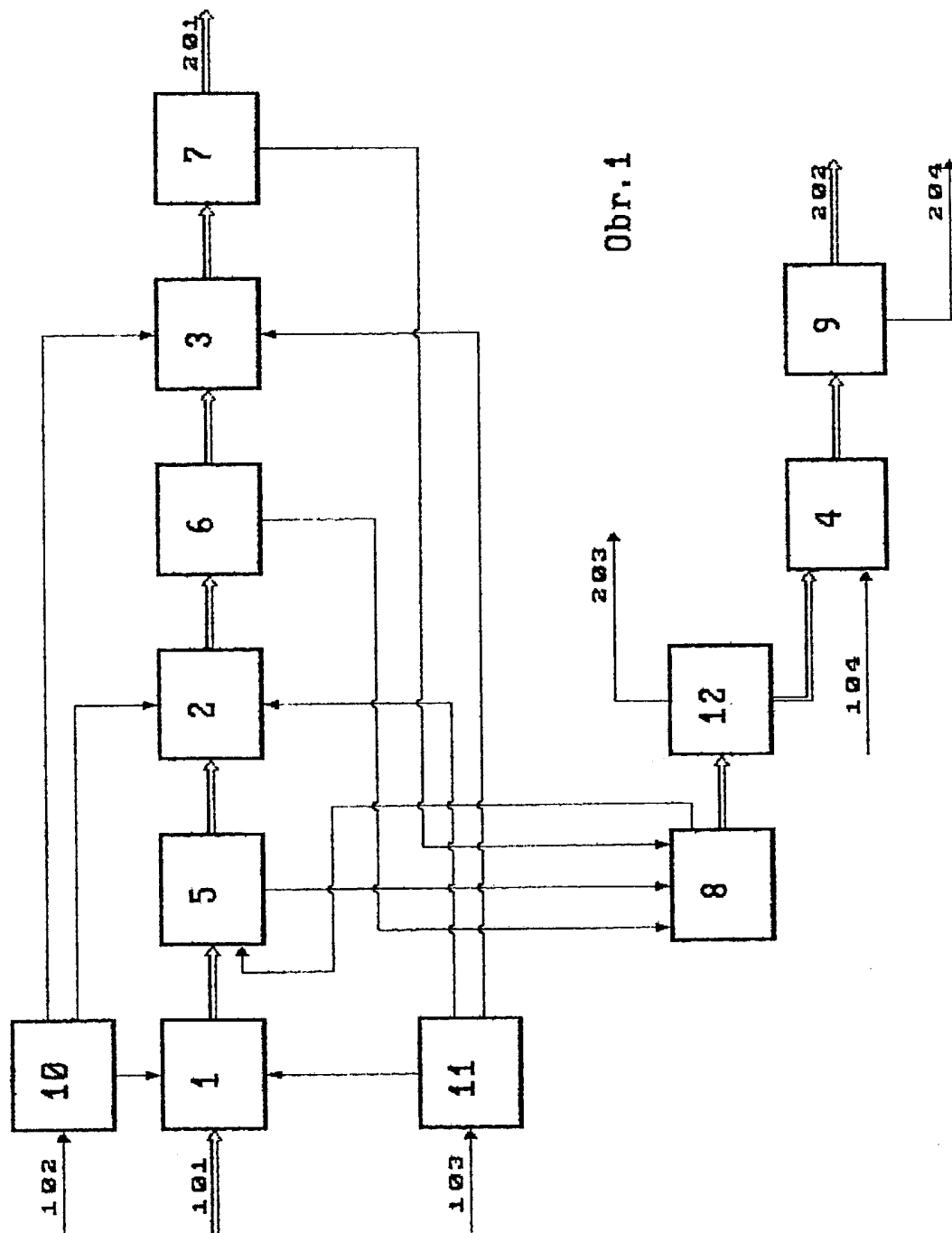
Destilační jednotka 12 je tvořena z deskové odparky i, filmové rotorové odparky j a deflegmátoru k podle schématu na obr. 8. Část alkoholu se z glycerinové fáze odpařuje v deskové odparce j
35 a hluboké odpaření alkoholu probíhá za sníženého tlaku ve filmové rotorové odparce j. Z par alkoholu se v deflegmátoru k odstraňuje stržený glycerin.

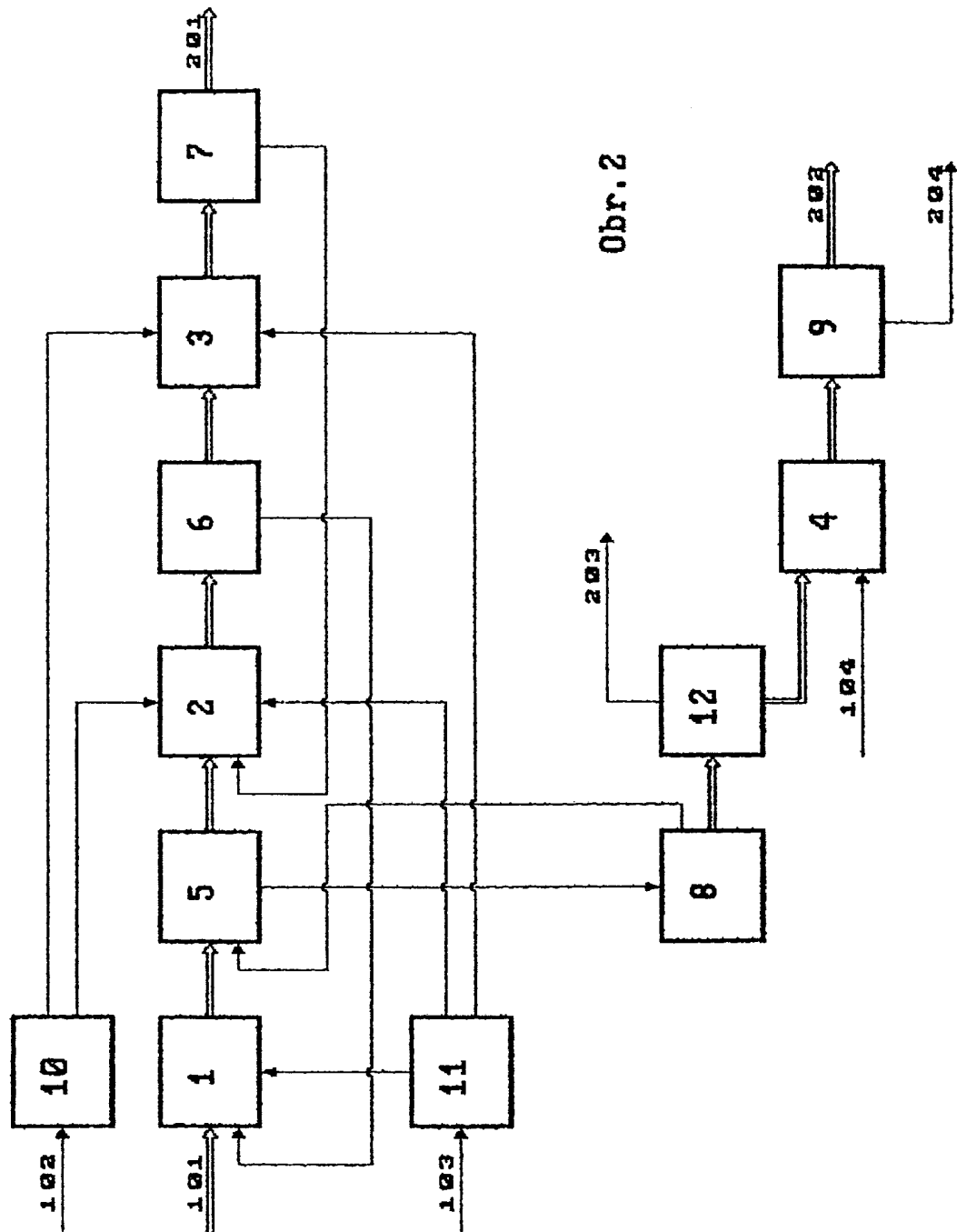
40 Zařízení podle tohoto příkladu je zvláště vhodné pro přípravu ethylesteru mastných kyselin rostlinných olejů, zejména řepkového oleje.

PATENTOVÉ NÁROKY

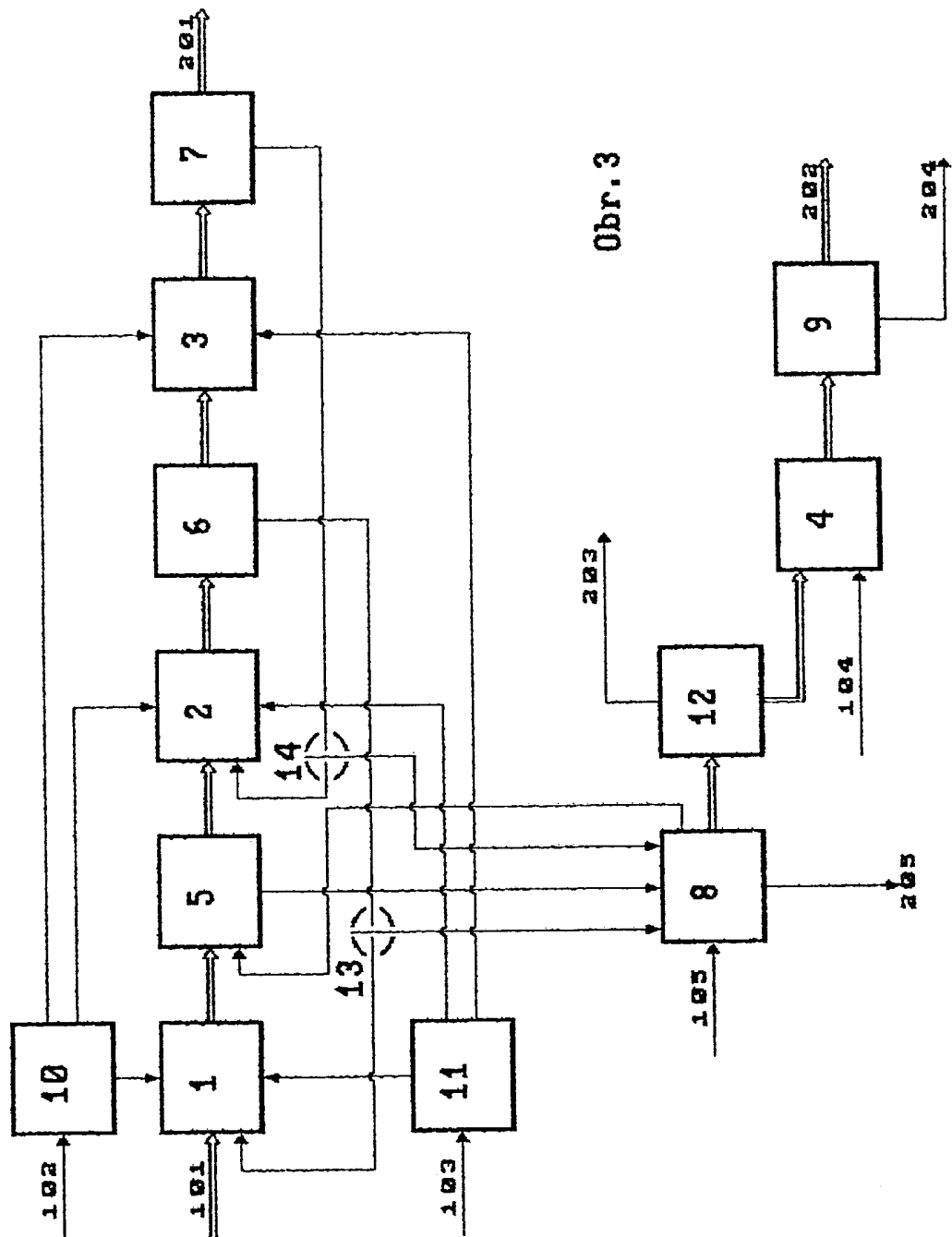
- 5 1. Zařízení pro kontinuální přípravu surového esteru a surového glycerinu z triglyceridových tuků a olejů, zahrnující směšovače kapalin, výměníky tepla, reaktory, děličky fází, filtr, odparky, deflegmační a rektifikační aparát, dávkovací čerpadla, zásobníky, přívody a odvody materiálu a složené z větve v níž se produkuje surový ester a z větve v níž se produkuje surový glycerin, **vyznačující se tím**, že větev, v níž se produkuje surový ester, sestává z nejméně dvou
- 10 distribučních jednotek (10, 11), jejichž vstup je napojen na přívody (102, 103) materiálu a výstupy napojeny na nejméně dvě reaktorové jednotky (1, 2, 3) zapojené za sebou, přičemž za každou reaktorovou jednotkou je zařazena jednotka (5, 6, 7) pro separaci fází, přičemž přívod (101) materiálu je napojen na vstup první reaktorové jednotky (1) a odvod (201) materiálu je napojen na výstup lehké fáze poslední jednotky (6), (7) pro separaci fází a větev, v níž se
- 15 produkuje surový glycerin, sestává z destilační jednotky (12), napojené na reaktorovou jednotku (4), napojenou na jednotku (9) pro separaci fází, přičemž vstup do destilační jednotky (12) je napojen na výstup těžší glycerinové fáze z nejméně jedné jednotky (5, 6, 7) pro separaci fází a výstup destilátu z této jednotky je napojen na odvod (203) materiálu, vstup reaktorové jednotky (4) je dále napojen na přívod (104) materiálu a výstupy jednotky (9) pro separaci fází jsou
- 20 napojeny na odvody (204, 205) materiálu.
2. Zařízení podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že dále obsahuje jednotku (8) pro separaci fází, která je vřazena mezi destilační jednotku (12) a nejméně jednu jednotku (5, 6, 7) pro separaci fází, přičemž vstup jednotky (8) je napojen na výstup těžší glycerinové fáze nejméně
- 25 jedné jednotky (5, 6, 7) pro separaci fází a výstup lehčí esterové fáze z jednotky (8) je napojen na vstup jednotky (5) pro separaci fází.
3. Zařízení podle nároku 1 nebo 2, **vyznačující se tím**, že reaktorové jednotky (1, 2, 3, 4) jsou tvořeny směšovačem (c) kapalin, výměníkem (b) tepla a průtočným reaktorem (a), přičemž výměník (b) tepla a/nebo směšovač (c) kapalin mohou být zčásti nebo zcela součástí
- 30 průtočného reaktoru (a), s výhodou je výměník (b) tepla a/nebo směšovač (c) kapalin rozdělen na několik dílčích výměníků (b_i) a dílčích směšovačů (c_i), které jsou vloženy do průtočného reaktoru (a).
4. Zařízení podle některého z nároků 1 až 3, **vyznačující se tím**, že dále zahrnuje distribuční jednotku (15), jejíž vstup je napojen na přívod (106) materiálu a výstup je napojen na dílčí směšovač (c_i), který je vložen do průtočného reaktoru (a) nejméně jedné reaktorové jednotky (1, 2, 3, 4).
- 35 5. Zařízení podle některých nároků 1 až 4, **vyznačující se tím**, že alespoň některá reaktorová jednotka (1, 2, 3, 4), nebo průtočný reaktor (a) alespoň některé reaktorové jednotky (1, 2, 3, 4), je opatřen pohyblivými míchacími elementy, s výhodou ve vícestupňovém uspořádání, zejména blízkém extrakční koloně s točivými nebo vibrujícími elementy, nebo je opatřen statickými míchacími elementy, s výhodou ve vícestupňovém uspořádání, a/nebo je opatřen
- 40 dlouhými úzkými kanálky podobnými svým uspořádáním deskovým výměníkům tepla, popřípadě se tyto elementy kombinují.
6. Zařízení podle některých nároků 1 až 5, **vyznačující se tím**, že nejméně jedna jednotka (5, 6, 7) pro separaci fází je tvořena výměníkem (e) tepla a nejméně jednou průtočnou
- 50 gravitační děličkou (f, g) fází, která je s výhodou opatřena odlučovači kapek a/nebo koalescenční vložkou, přičemž v uspořádání se dvěma děličkami jsou tyto zapojeny za sebou se společným odtahem těžké fáze přes akumulací člen (h).

7. Zařízení podle nároku 6, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že výměník (e) tepla v nejméně jedné jednotce (5, 6, 7) pro separaci fází je tvořen odparkou a zařízení dále zahrnuje odtah (206) materiálu, který je napojen na výstup destilátu z výměníku (e) tepla.
- 5 8. Zařízení podle některých nároků 1 až 7, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jednotka (5) pro separaci fází je tvořena rotačním třífázovým průtočným odstředivým separátorem, přičemž výstup pevné fáze z průtočného odstředivého separátoru je napojen na odtah (207) materiálu.
- 10 9. Zařízení podle některých nároků 1 až 8, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že průtočná gravitační dělička (g) fází poslední jednotky (6, 7) pro separaci fází je nahrazena odstředivým separátorem fází.
- 15 10. Zařízení podle některých nároků 1 až 9, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že jednotka (9) a/nebo (8) pro separaci fází je tvořena nejméně jednou průtočnou gravitační děličkou (l, m) fází, která je s výhodou opatřena odlučovači kapek a/nebo koalescenční vložkou, přičemž v uspořádání se dvěma děličkami jsou tyto s výhodou zapojeny za sebou se společným odtahem lehké fáze přes akumulaci člen (n).
- 20 11. Zařízení podle nároku 10, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že mezi průtočné gravitační děličky (l) a (m) fází jednotky (8) pro separaci fází je vřazen filtrační element (o), na jehož vstup je napojen výstup děličky (l) a přívod (105) materiálu a výstup je napojen na vstup děličky (m) a odtah (205) materiálu.
- 25 12. Zařízení podle některých nároků 1 až 11, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že destilační jednotka (12) je tvořena nejméně jednou odparkou (i, j), s výhodou odparkou s padajícím filmem nebo filmovou rotorovou odparkou, a odtah par je s výhodou opatřen deflegmačním nebo rektifikačním elementem (k).
- 30 13. Zařízení podle některých nároků 1 až 12, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že nejméně dvě distribuční jednotky (10, 11, 15) jsou tvořeny elementy pro plynulé nebo pulzní proporcionální dávkování kapalin, s výhodou dávkovacími čerpadly.
- 35 14. Zařízení podle některých nároků 1 až 13, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že výstup těžší glycerinové fáze z jednotky (6) pro separaci fází se uvádí na vstup reaktorové jednotky (1).
- 40 15. Zařízení podle některých nároků 1 až 14, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že výstup těžší glycerinové fáze z jednotky (7) pro separaci fází se uvádí na vstup reaktorové jednotky (2).
- 45 16. Zařízení podle některého z nároků 14 a 15, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že dále obsahuje přepínač (13) materiálu situovaný mezi reaktorovou jednotkou (1), jednotkou (6) pro separaci fází a destilační jednotkou (12) nebo jednotkou (8) pro separaci fází.
- 50 17. Zařízení podle nároku 16, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že přepínač (13) je napojen na výstup těžší fáze z jednotky (6) pro separaci fází a spojen se vstupem reaktorové jednotky (1) a se vstupem destilační jednotky (12) nebo se vstupem jednotky (8) pro separaci fází.
- 55 18. Zařízení podle některých nároků 14 až 17, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že dále obsahuje přepínač (14) materiálu situovaný mezi reaktorovou jednotkou (2), jednotkou (7) pro separaci fází a destilační jednotkou (12) nebo jednotkou (8) pro separaci fází.
- 50 19. Zařízení podle nároku 18, **v y z n a č u j í c í s e t í m**, že přepínač (14) je napojen na výstup těžší fáze z jednotky (7) pro separaci fází a spojen se vstupem reaktorové jednotky (2) a se vstupem destilační jednotky (12) nebo se vstupem jednotky (8) pro separaci fází.

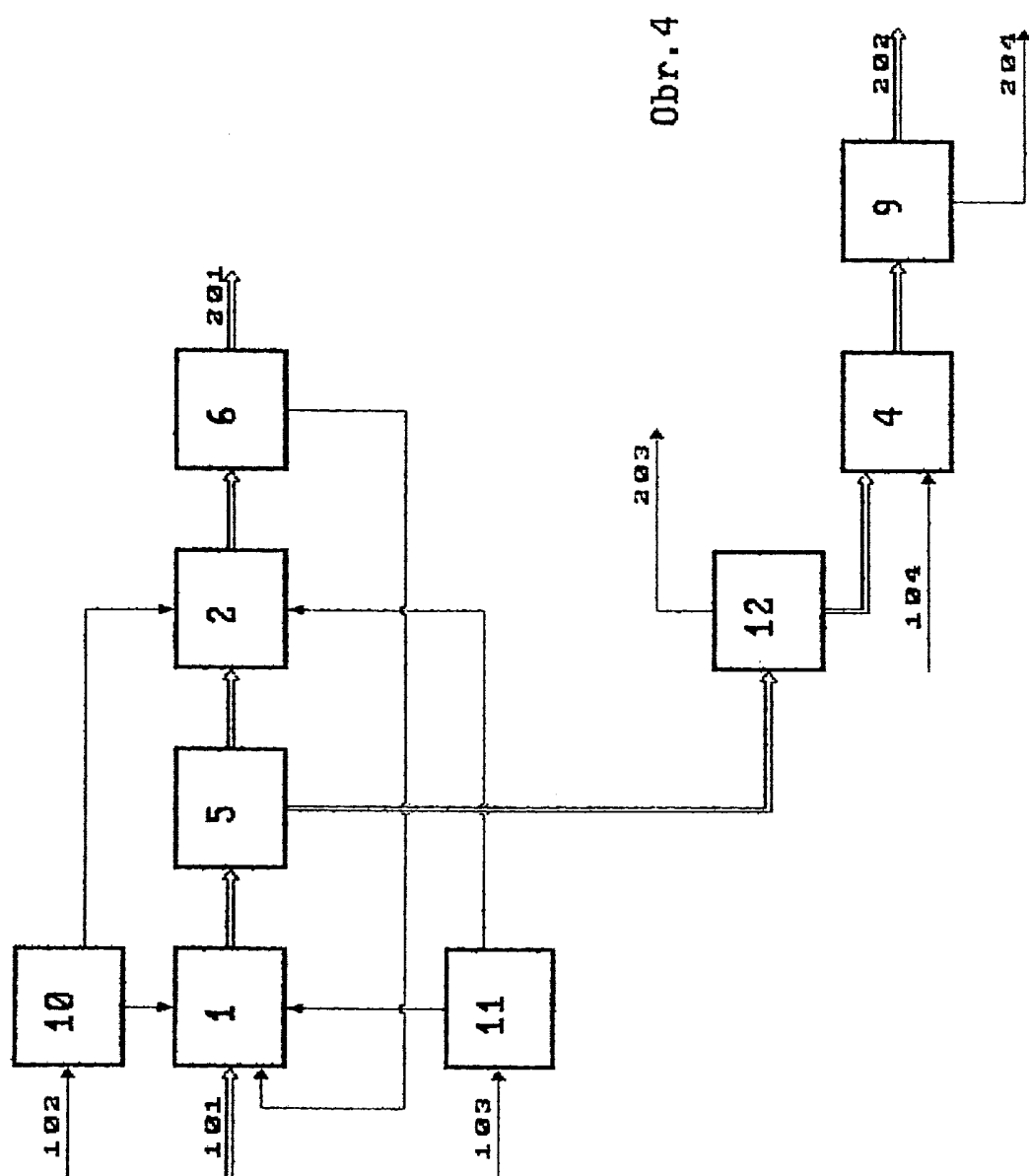


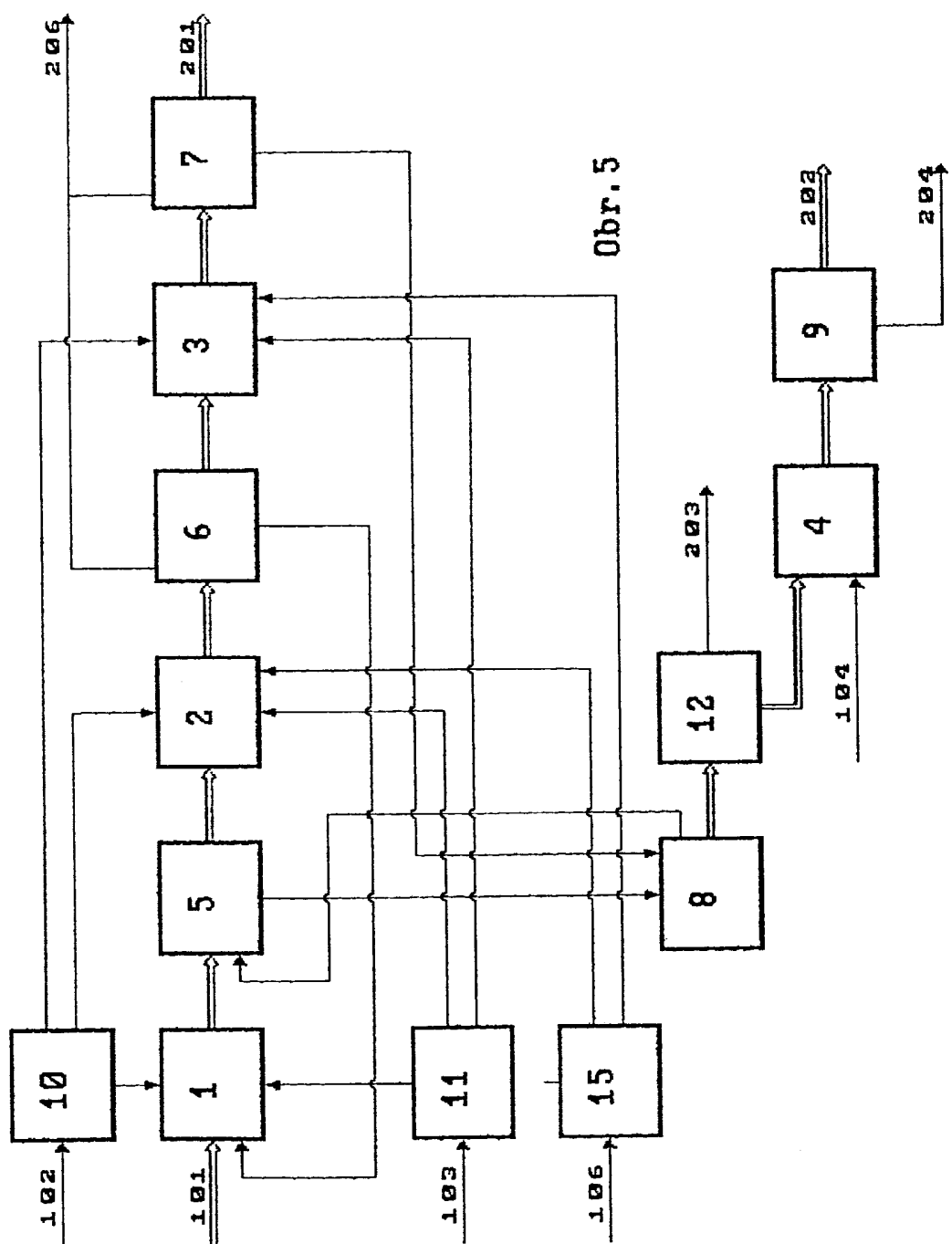


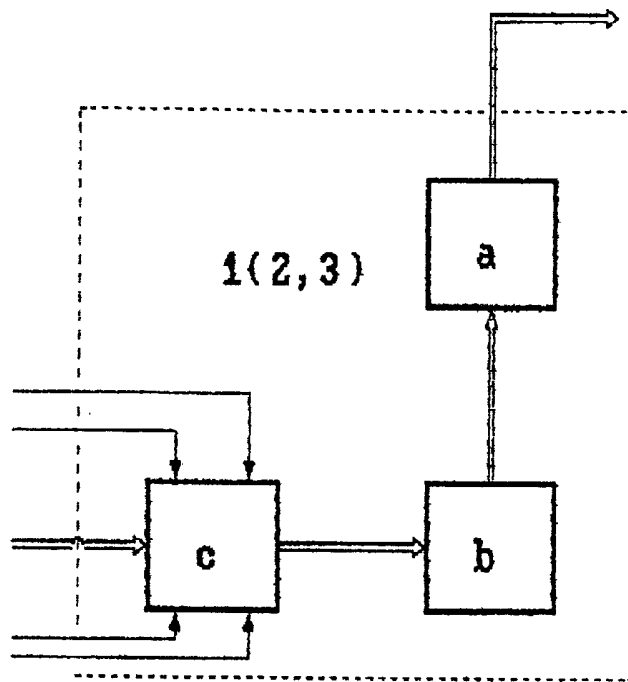
Obr. 2



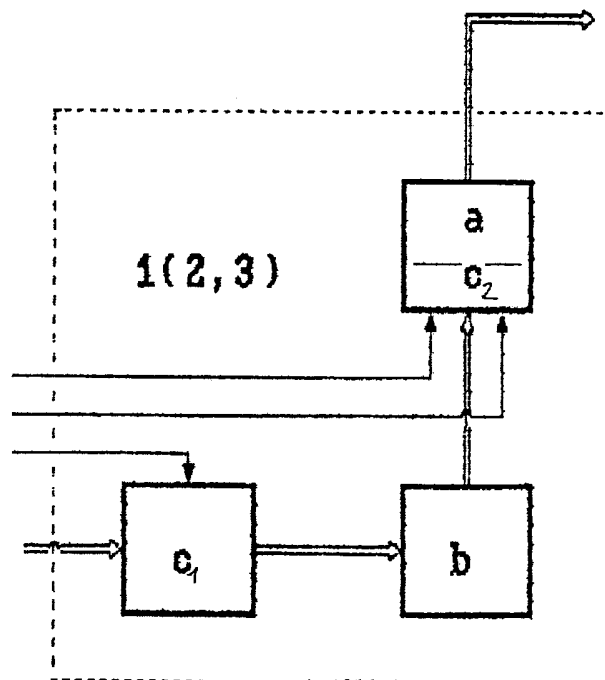
Obr. 3



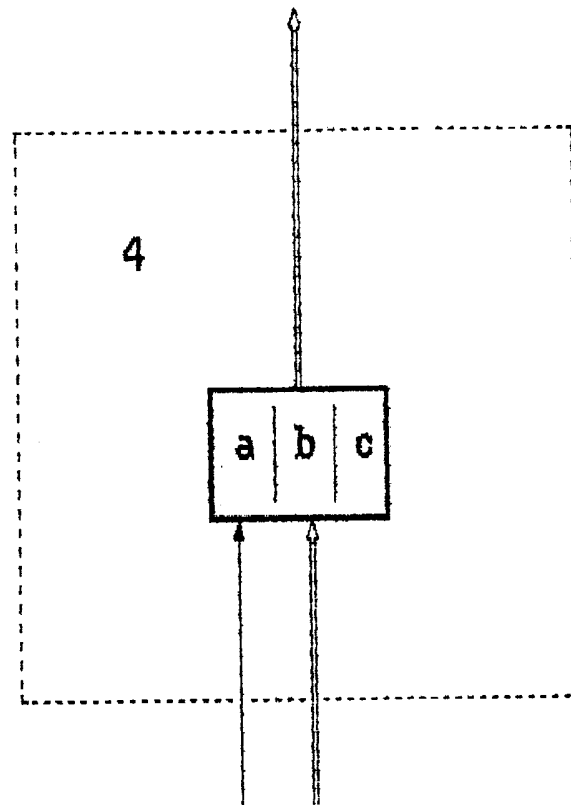




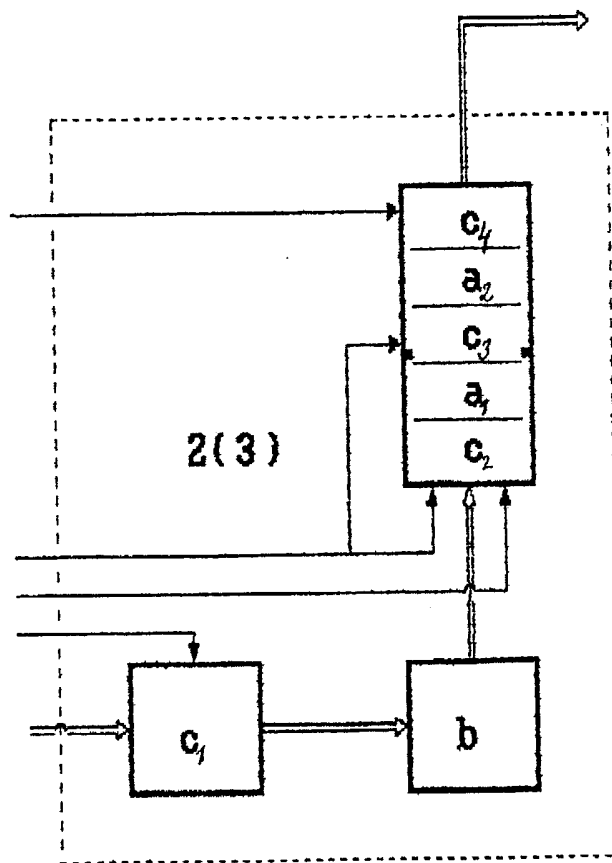
Obr. 6a



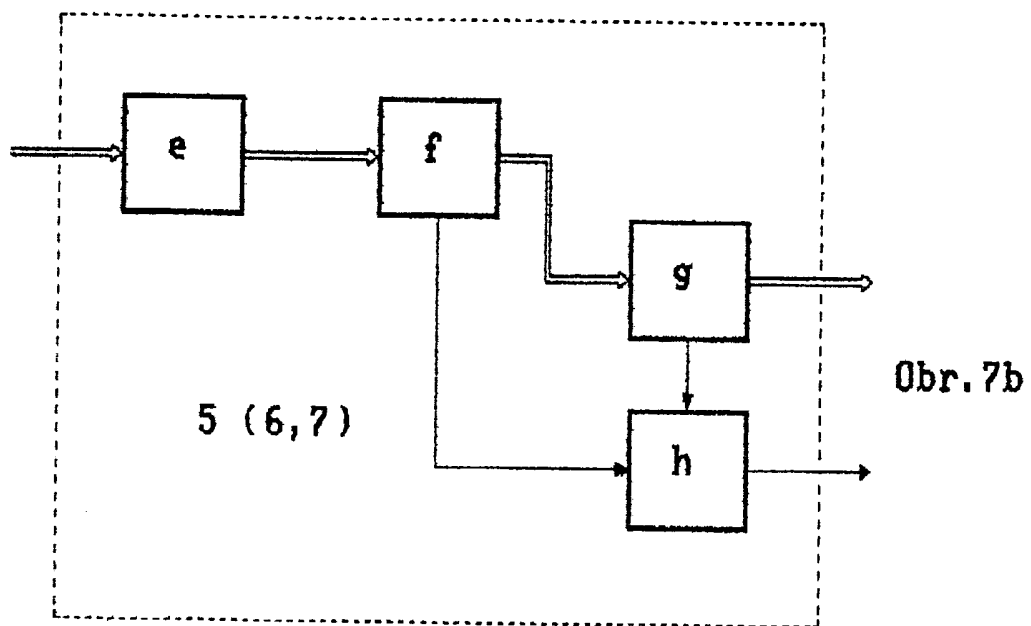
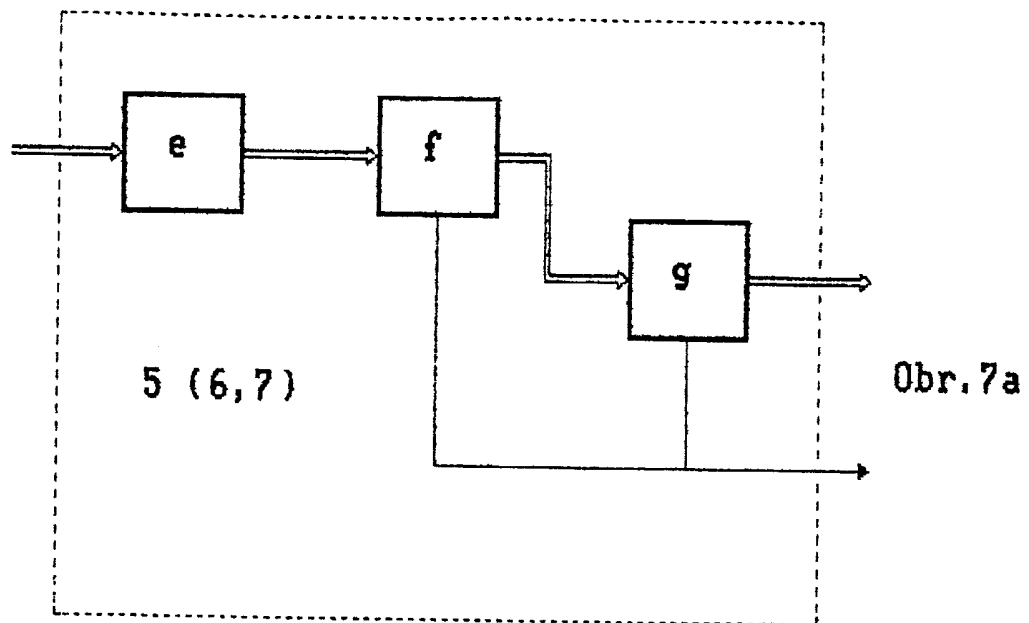
Obr. 6b

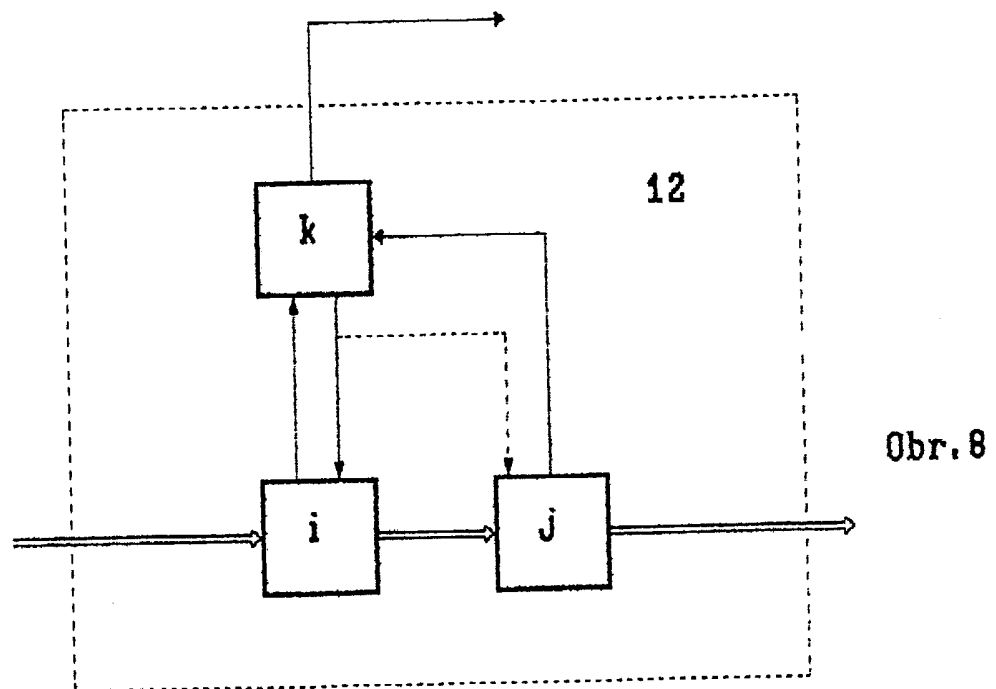
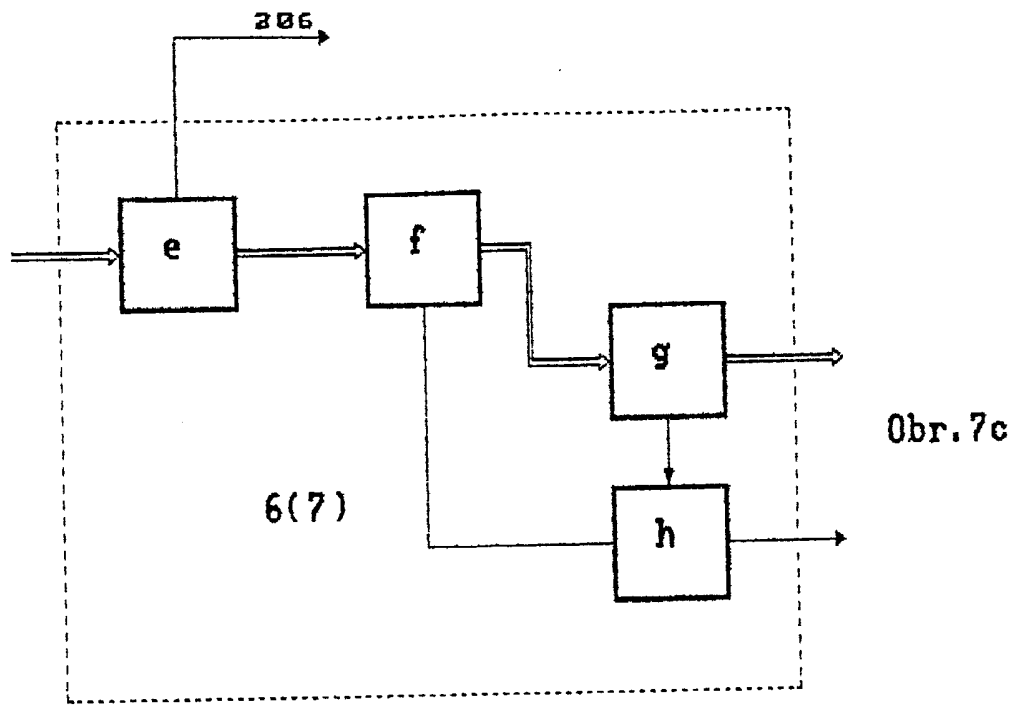


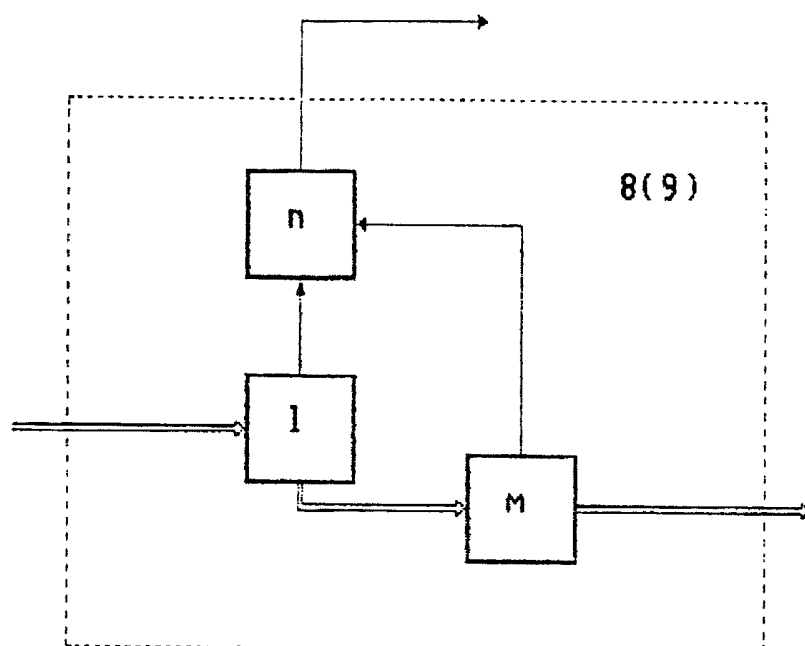
0br. 6c



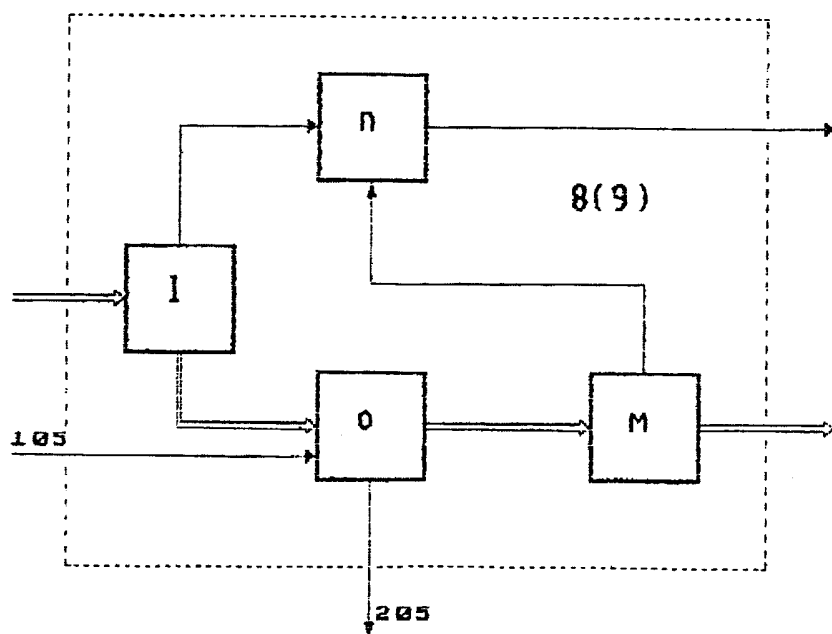
0br. 6d







Obr. 9a



Obr. 9b

Konec dokumentu
