

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **236277**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **421039**

(22) Data zgłoszenia: **29.03.2017**

(51) Int.Cl.

C07C 29/76 (2006.01)

C07C 31/22 (2006.01)

B01D 61/02 (2006.01)

(54)

Sposób zatężania oczyszczonych roztworów gliceryny

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

08.10.2018 BUP 21/18

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

28.12.2020 WUP 21/20

(73) Uprawniony z patentu:

POLITECHNIKA ŚLĄSKA, Gliwice, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:

EWA LASKOWSKA, Czechowice-Dziedzice, PL

MARIAN TUREK, Gliwice, PL

PIOTR DYDO, Ornontowice, PL

KRZYSZTOF MITKO, Skrzyszów, PL

AGATA JAKÓBIK-KOLON, Kleszczów, PL

DYMITR CZECHOWICZ, Katowice, PL

(74) Pełnomocnik:

rzec. pat. Katarzyna Borkowy

PL 236277 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób zatężania oczyszczonych roztworów gliceryny (glicerolu) zwłaszcza powstających w procesach chemicznych jako produkt uboczny.

Gliceryna otrzymywana jest jako produkt uboczny w procesie transestryfikacji, który polega na otrzymywaniu estrów niższych alkoholi i wyższych kwasów tłuszczowych olejów roślinnych w reakcji mieszaniny oleju z alkoholem metylowym w obecności katalizatora, najczęściej NaOH lub KOH, który jest zobojętniany kwasem solnym lub siarkowym. W reakcji tej powstają dwie główne fazy: estrowa zwana biodiesłem oraz glicerynowa stanowiąca odpad/produkt uboczny. Odpadowa gliceryna, jako gliceryna techniczna zawiera zazwyczaj: 50%–80% gliceryny, sole 3–0% takie jak NaCl, KCl lub K_2SO_4 w zależności od zastosowanej technologii produkcji biodiesła i 1–5% zanieczyszczeń organicznych.

Produkt o podobnym składzie powstaje w wyniku otrzymywania mydeł metodą hydrolizy alkalicznej tłuszczów. Surowe ługi pomydlane podlegają wstępnemu oczyszczaniu metodą koagulacji i filtracji, a następnie zatężaniu z wydzieleniem większości soli w formie krystalicznej. Odpadowa gliceryna zawiera: 80% gliceryny, ok. 10% rozpuszczonej soli i 1–2% zanieczyszczeń organicznych.

Produktem handlowym o dużej wartości jest gliceryna o wysokiej czystości i stężeniu powyżej 99,5%. Przerób gliceryny technicznej obejmuje jej oczyszczanie z substancji organicznych oraz soli, a następnie jej zatężanie.

Usuwanie zanieczyszczeń organicznych i odsalanie można przeprowadzić w jednym procesie stosując frakcjonowaną destylację próżniową. Oddestylowanie gliceryny prowadzone jest w temperaturze 200°C i pod ciśnieniem 5–15 hPa. W procesie tym konieczne jest częste usuwanie wydzielonej soli, oraz wywaru poglicerynowego. Zachodzi też częściowa destrukcja termiczna gliceryny do akroleiny. Wydajność procesu nie przekracza 80%. Produkt destylacji najczęściej poddawany jest dodatkowym zabiegom oczyszczania przez adsorpcję na węglu aktywnym.

Odsalanie prowadzi się metodą wymiany jonowej lub elektrodializy.

Przed oczyszczaniem roztworów gliceryny pożądane jest jej rozcieńczenie do stężenia około 50%, ze względu na dużą lepkość roztworu stężonego. Najczęściej roztwór rozcieńczony, po oczyszczeniu jest zatężany do stężenia co najmniej 99%. W tym celu stosuje się zatężanie termiczne, metodą destylacji próżniowej. Metoda ta jest energochłonna, przez co ma duży udział w kosztach przerobu gliceryny. Niestabilność termiczna gliceryny powoduje, że prosta destylacja jest nieskuteczna.

Wymuszona osmoza (FO) jest procesem membranowym, w którym przez membrany zachodzi dyfuzja wody wywołana różnicą wartości ciśnienia osmotycznego roztworów po obu stronach membrany. Woda przechodzi z nadawy (roztwór o mniejszym stężeniu) do roztworu odbierającego (roztwór o wyższym stężeniu).

Dotychczas prowadzone były badania nad zastosowaniem wymuszonej osmozy głównie do produkcji wody pitnej, zatężania solanek, zmiękczenia wód oraz oczyszczania ścieków.

Z literatury znane są rozcieńczone roztwory gliceryny jako roztwory odbierające do wymuszonej osmozy FO [T. Mazzuca Sobczuka, M.J. Ibanez Gonz leza, E. Molina Grima, Y. Chistib, Forward osmosis with waste glycerol for concentrating microalgae slurries, *Algal Research*, Vol. 8, (2015) 168–173].

Celem wynalazku jest uzyskanie zatężonego roztworu gliceryny oczyszczonej.

Cel ten osiągnięto stosując metodę wymuszonej osmozy, w której jako roztwór odbierający stosowana jest gliceryna techniczna.

Sposób zatężania oczyszczonych roztworów gliceryny z wykorzystaniem membrany polega na tym, że proces zatężania prowadzi się w module membranowym wyposażonym w membranę półprzepuszczalną, gdzie rozcieńczony wodny roztwór gliceryny jest nadawą w procesie wymuszonej osmozy, natomiast jako roztwór odbierający stosuje się roztwór o ciśnieniu osmotycznym większym, niż ciśnienie osmotyczne nadawy o co najmniej 5 bar.

Korzystnie proces zatężania prowadzi się w przeciwnym kierunku.

Korzystnie, jako membranę stosuje się membranę do nanofiltracji, odwróconej osmozy lub wymuszonej osmozy.

Korzystnie, jako roztwór odbierający stosuje się glicerynę techniczną.

Korzystnie różnica ciśnień osmotycznych nadawy i roztworu odbierającego w procesie wynosi co najmniej 30 bar.

Zaletą rozwiązania według wynalazku jest zmniejszenie: kosztów destylacji próżniowej gliceryny, energochłonności procesu zatężania oraz kosztów związanych z rozcieńczaniem gliceryny technicznej przygotowywanej do oczyszczania.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład 1

W module płytowo – ramowym, w trybie wsadowym, z zamontowaną membraną płaską o powierzchni 60 cm² przeprowadzono proces wymuszonej osmozy w układzie 40% roztwór wodny oczyszczonej gliceryny i 80% roztwór wodny gliceryny technicznej, przy użyciu membrany do odwróconej osmozy wody wodociągowej (TW30 – Filmtec). W module po jednej stronie membrany znajdowało się 500 ml 40% roztworu wodnego gliceryny, po drugiej 360 ml roztworu wodnego gliceryny technicznej. Eksperyment prowadzono bez mieszania. Wartość strumienia wody przez membranę wynosiła 0,19, co odpowiada zwiększeniu stężenia zatężanego roztworu gliceryny o 0,1%/h.

Przykład 2

W module płytowo – ramowym, w trybie cyrkulacyjnym, z zamontowaną membraną płaską o powierzchni 140 cm² przeprowadzono proces wymuszonej osmozy. Stosowano, membranę do odwróconej osmozy (TW30 – Filmtec). Jako nadawę stosowano 40% roztwór wodny oczyszczonej gliceryny, a jako roztwór odbierający 80% roztwór wodny gliceryny technicznej, z dziesięciokrotną różnicą prędkości przepływu między nadawą a roztworem odbierającym. Strumień wody przez membranę wynosił 0,33 l/m²h.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób zatężania oczyszczonych roztworów gliceryny z wykorzystaniem membrany **znamienny tym**, że proces zatężania prowadzi się w module membranowym wyposażonym w membranę półprzepuszczalną, gdzie rozcieńczony wodny roztwór gliceryny jest nadawą w procesie wymuszonej osmozy, natomiast jako roztwór odbierający stosuje się roztwór o ciśnieniu osmotycznym większym, niż ciśnienie osmotyczne nadawy o co najmniej 5 bar.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces zatężania prowadzi się w przeciwnym kierunku.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako membranę stosuje się membranę do nanofiltracji, odwróconej osmozy lub wymuszonej osmozy.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako roztwór odbierający stosuje się glicerynę techniczną.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że różnica ciśnień osmotycznych nadawy i roztworu odbierającego w procesie wynosi co najmniej 30 bar.