



**POLITECHNIKA  
GDAŃSKA**

WYDZIAŁ CHEMICZNY

**LABORATORIUM ODNAWIALNYCH ŹRÓDEŁ ENERGII**

Katedra Aparatury i Maszynoznawstwa Chemicznego

Wydział Chemiczny Politechniki Gdańskiej

# INSTRUKCJA LABORATORYJNA NR 1-BD

## WYTWÓRNIA BIODIESLA



### **Cel ćwiczenia**

Celem ćwiczenia jest eksperymentalne wytworzenie estru metylowego oleju rzepakowego poprzez transestryfikację alkoholem metylowym w obecności katalizatora (KOH) metodą bezciśnieniową, przeprowadzaną w temperaturze 30 stopni C i przy ciśnieniu atmosferycznym.

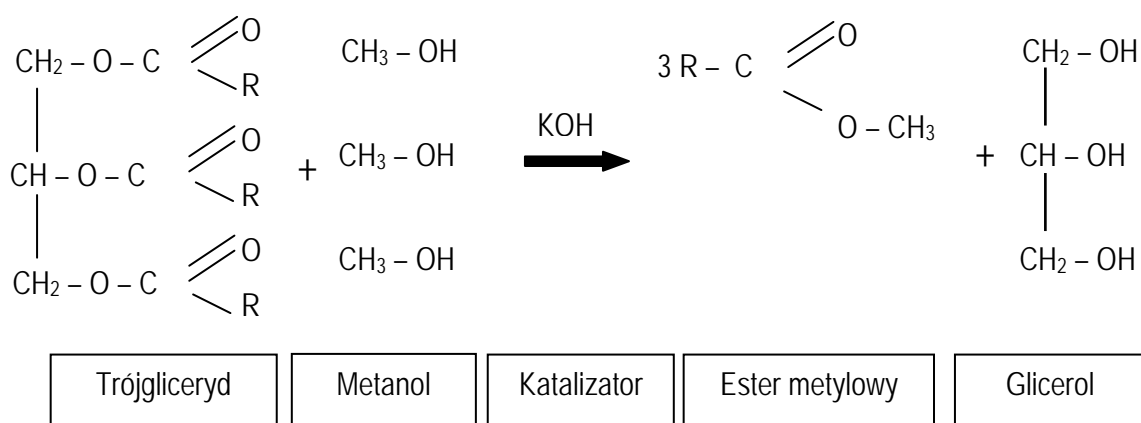
## PRZEPROWADZENIE PROCESU WYTWARZANIA BIODIESLA POPRZEZ REAKCJĘ TRANSESTRYFIKACJI OLEJU ROŚLINNEGO ALKOHOLEM METYLOWYM

### Produkcja biodiesla:

Zastosowanie oleju roślinnego jako zamiennika lub komponentu oleju napędowego wymaga obróbki. Istnieje wiele metod produkcji biodiesla z olejów roślinnych np.:

- kraking termiczny i katalityczny,
- elektroliza,
- transestryfikacja.

Przemysłowe zastosowanie znalazła przede wszystkim metoda transestryfikacji, polegająca na otrzymywaniu estrów niższych alkoholi i wyższych kwasów tłuszczowych olejów roślinnych w reakcji mieszaniny oleju z alkoholem etylowym lub metylowym w obecności alkalicznego katalizatora (Rys. 1).



Rys. 1 Ogólny schemat przebiegu reakcji transestryfikacji

W wyniku reakcji 3 cząsteczki alkoholu metylowego tworzą z resztą kwasu tłuszczowego 3 cząsteczki monoestru oraz produkt odpadowy - cząsteczkę gliceryny.

Standardowo proces przebiega następującymi etapami:

- estryfikacja oleju rzepakowego,
- rozdzielanie produktów estryfikacji,
- oddestylowanie metanolu,
- oczyszczanie estru.

W rzeczywistości w rozbudowanej instalacji produkcyjnej proces złożony jest z większej ilości etapów. Parametrami, mającymi największy wpływ na przebieg reakcji, wydajność i jakość estrów metylowych oleju rzepakowego są proporcje molowe oleju do metanolu, rodzaj i ilość katalizatora, temperatura procesu, intensywność mieszania i czas separacji. Proces produkcji estrów alkoholowych można prowadzić w różnych warunkach temperatury i ciśnienia. W praktyce stosuje się najczęściej jedną z dwóch metod: ciśnieniową lub bezciśnieniową.

## Stanowisko laboratoryjne:

Laboratoryjna wytwórnia paliwa charakteryzuje się następującymi parametrami technicznymi:

- Maksymalna ilość wytworzonego paliwa w ciągu 1 cyklu produkcyjnego: 60 l/24h
- Zapotrzebowanie surowców do pełnego cyklu produkcyjnego:
  - ◆ Olej roślinny: 70,5 l
  - ◆ Metanol: 10,3 l
  - ◆ Katalizator: 1,2 kg
- Moc elektryczna zainstalowana: 3,35 kW
- Masa: 130 kg
- Obsługa: 1 osoba

Stanowisko wyposażone jest w reaktor o pojemności 90 l, zbiornik do przygotowywania mieszanki katalitycznej (KOH+metanol) o pojemności 14 l oraz zbiornik na metanol, wszystkie wykonane z blachy kwasoodpornej. Ponadto w skład instalacji wchodzi także: grzałka elektryczna do podgrzania oleju rzepakowego, pompa, zespół filtracyjny, a także zestaw zaworów, ustawianymi w zadanej konfiguracji podczas kolejnych etapów i układ sterujący.

Proces mieszania zachodzi w urządzeniu trzema sposobami zachodzącymi równolegle:

- Mieszanie mechaniczne za pomocą obrotowego mieszadła napędzanego silnikiem
- Mieszanie hydrauliczne poprzez przetłaczanie substratów z dna zbiornika do góry
- Mieszadło statyczne – system odpowiednio ukształtowanych przegród w króćcu doprowadzającym mieszankę w górnej części zbiornika

## Układ sterujący

Układ sterujący obsługiwany jest za pomocą przycisków i pokręteł umieszczonych na szafce sterowniczej (Rys. 2).



Rys. 2 Pulpit układu sterującego

### **Opis ustawień zaworów**

Urządzenie wyposażone jest w 8 zaworów. Poszczególne etapy pracy urządzenia wymagają określonych ustawień zaworów (Tabela 1).

**Tabela 1 Ustawienie zaworów sterujących**

Oznaczenie zaworu	Ustawienie zaworów sterujących					
	Etap procesu technologicznego – położenie zaworów					
	Napełnianie zbiornika reaktora olejem roślinnym	Napełnianie zbiornika mieszalnika metanolem	Reestryfikacja	Odprowadzenie gliceryny Etap 1	Odprowadzenie gliceryny Etap 2	Filtracja paliwa
1	Z	Z	Z	O	Z	Z
2	Z	Z	O	Z	O	O
3	Z	Z	Z	Z	O	Z
4	Z	Z	O	Z	O	O
5	2	2	1	1	1	1
6	2	2	2	1	1	1
7	Z	O	Z	Z	Z	Z
8	Z	Z	O	Z	Z	Z

### **Zalecenia wstępne:**

Należy pamiętać, że olej roślinny podczas przechowywania narażony jest na zachodzące niekorzystne procesy chemiczne, polegające między innymi na wzroście zawartości wolnych kwasów tłuszczowych. Powodują one w procesie estryfikacji niekorzystny efekt zmydlenia znacznej części oleju, powodując pogorszenie jakości paliwa. Dlatego najkorzystniejsze jest stosowanie stosunkowo świeżego oleju rzepakowego.

Na jakość wytwarzanego tą technologią paliwa wpływają przede wszystkim następujące czynniki:

- jakość zastosowanych reagentów,
- dokładność odmierzenia ilości składników potrzebnych do procesu,
- przestrzeganie czasów trwania poszczególnych etapów procesu produkcji.

Przed przystąpieniem do transestryfikacji większej ilości oleju roślinnego w zbiorniku-reaktorze zaleca się przeprowadzić próbę na małej ilości oleju (1 litr) dla wypróbowania obliczonej proporcji reagentów. Jeżeli zastosowana próbka ulegnie transestryfikacji, wówczas obliczone proporcje mogą być zastosowane do produkcji większej ilości paliwa.

### **Przebieg ćwiczenia:**

Po włączeniu panelu sterującego włącznikiem głównym (1) i przyciskiem (3) proces wytwarzania estrów należy wykonać według następujących po sobie etapów:

1. Napełnić zbiornik reaktora olejem rzepakowym zasysanym pompą z kanistra (Rys.3a). Zadaną ilość odmierzyć należy na przepływomierzu (Rys.3b)



Rys. 3. Pompowanie oleju rzepakowego do zbiornika

Aby rozpocząć napełnianie należy odpowiednio ustawić zawory (według tabeli 1) oraz wcisnąć przycisk pompowania (11). Kiedy na przepływomierzu osiągnięta zostanie wartość 20 litrów należy zatrzymać pompowanie przyciskiem (11).

2. Podgrzać olej do zadanej temperatury 30 °C, za pomocą grzałki elektrycznej zainstalowanej w zbiorniku głównym. Temperaturę ustawić na regulatorze (4), a następnie załączyć grzanie przełącznikiem (5).
3. Podczas podgrzewania oleju należy przygotować mieszkankę katalityczną składającą się z metanolu i KOH.

Ilość metanolu i KOH oblicza się według następujących zależności empirycznych:

metanol = 0,146 x ilość oleju rzepakowego w l

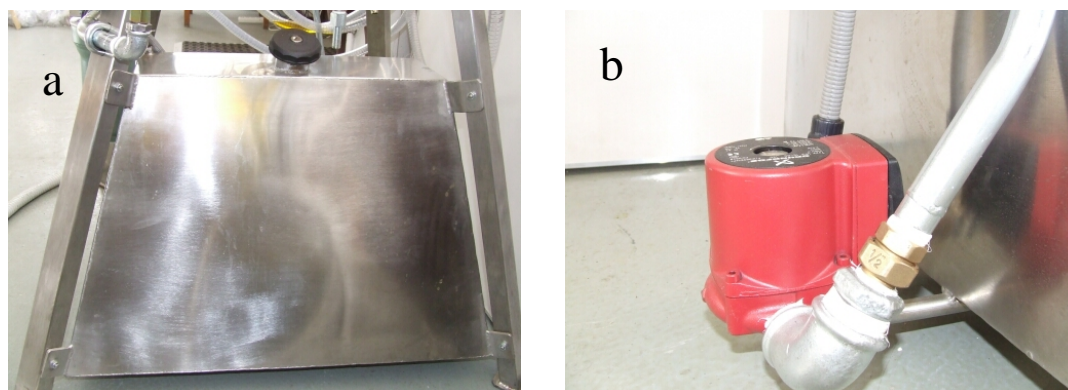
KOH = 0,0167 x ilość oleju rzepakowego w kg

**Uwaga: KOH jest substancją żrącą. Kontakt ze skórą i drogami oddechowymi powoduje silne podrażnienie, dlatego przygotowując katalizator należy użyć rękawic ochronnych i maski przeciwpyłowej.**



Rys. 4. Odważenie wyznaczonej ilości katalizatora

Urządzenie posiada osobny zbiornik na metanol (Rys. 5a), z którego za pomocą pompy (Rys. 5b) i przepływomierza przetłacza się zadaną ilość alkoholu do zbiornika do mieszaniny katalitycznej,



Rys. 5. Zbiornik na metanol oraz pompa zatłaczająca alkohol do zbiornika na mieszaninę katalityczną



Obliczoną ilość metanolu dozujemy do zbiornika na mieszaninę katalityczną poprzez właściwe ustawienie zaworów (Tabela 1) oraz załączenie pompy przyciskiem (6). Po osiągnięciu właściwej wartości na przepływomierzu należy zatrzymać pompę przyciskiem (6).

Następnie do górnego leja wsypać należy odważoną wcześniej ilość KOH.

Po nastawieniu czasu mieszania 10 minut na timerze (8) należy uruchomić silnik mieszadła przyciskiem (7). Po przestawieniu dźwigni (rys. 6) katalizator wsypany zostanie do metanolu i wymieszany mechanicznie.



Rys. 6. Dozowanie KOH do zbiornika na mieszaninę katalityczną

4. Po przygotowaniu mieszaniny katalitycznej i podgrzaniu oleju rzepakowego można przejść do procesu transestryfikacji. W tym celu należy ustawić zawory w odpowiedniej konfiguracji (tabela 1), nastawić czas mieszania za pomocą timera (9) na 30 minut, a następnie uruchomić silnik mieszadła znajdującego się w zbiorniku głównym za pomocą przycisku (10).
5. Po upływie 30 minut silnik zostanie automatycznie wyłączony, a mieszanina musi pozostać w zbiorniku na okres minimum 16 godzin. Po tym okresie wytrącona woda glicerynowa z rozpuszczonym w niej nadmiarowym metanolem oraz innymi związkami chemicznymi znajdzie się w dolnej części zbiornika. Należy ją spuścić do osobnego zbiornika dwuetapowo ustawiając zawory w odpowiedniej konfiguracji (Tabela 1). Podczas etapu 1 zakończenie spuszczenia gliceryny rozpoznawalne będzie po zmianie barwy cieczy (odciek glicerynowy jest ciemnoszary, a ester jasnożółty). Wówczas należy zamknąć zawór 1 i przejść do etapu 2 ustawiając odpowiednio zawory (Tabela 1). Następnie postępować według poniższej kolejności:
  - Otworzyć zawór 3 i zawór 2 przy zamkniętym zaworze 4 aż do momentu gdy z zaworu 3 zacznie wypływać paliwo
  - Zamknąć zawór 2, otworzyć zawór 3 i zawór 4 aż do momentu kiedy z zaworu 3 przestanie wypływać ciecz.
6. Ostatnim etapem jest filtracja estru metylowego. Konieczne jest ustawienie zaworów w odpowiedniej konfiguracji (tabela 1) oraz załączenie wypompowywania gotowego paliwa przyciskiem (11).