



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0019685

(51)⁷ **C11B 9/02, 3/06, B01J 35/12, C10G**
3/00, C10L 1/14

(13) **B**

(21) 1-2012-00105

(22) 13.01.2012

(45) 27.08.2018 365

(43) 27.08.2012 293

(73) **ĐẠI HỌC QUỐC GIA THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH (VN)**
Phường Linh Trung, quận Thủ Đức, thành phố Hồ Chí Minh.

(72) Lê Xuân Hải (VN), Lê Duy Hùng (VN)

(54) **PHƯƠNG PHÁP CHUYỂN HÓA MỠ CÁ DA TRƠN THÀNH NHIÊN LIỆU
ĐIEZEL SINH HỌC VỚI SỰ CÓ MẶT CỦA DẦU ĐIEZEL HÓA THẠCH (TÁC
NHÂN KHÁNG KẾT TINH SD)**

(57) Sáng chế đề xuất phương pháp chuyển hóa mỡ cá da trơn thành nhiên liệu diesel sinh học sử dụng dầu diesel hóa thạch (Diesel Oil - DO) làm tác nhân kháng kết tinh nhằm ngăn chặn sự hình thành các vi thể cấu trúc tiền kết tinh ở pha lỏng để rút ngắn thời gian phản ứng, hạ thấp nhiệt độ phản ứng trong quá trình chuyển hóa mỡ cá da trơn. Phương pháp theo sáng chế bao gồm các bước: chuẩn bị các chất tham gia quá trình sản xuất biodiesel từ mỡ cá gồm có mỡ cá lỏng, metanol (CH_3OH), xúc tác kali hydroxit (KOH) và đặc biệt là dầu diesel hóa thạch DO; cho dầu diesel với tỷ lệ từ 4% đến 8% so với khối lượng mỡ cá vào khuấy trộn đều với mỡ cá trong bình phản ứng; cho xúc tác KOH (0,5% đến 1,2% khối lượng mỡ cá) vào khuấy trộn đều với metanol (4 đến 10 lần số mol của mỡ cá); cho hỗn hợp metanol, KOH vào bình phản ứng và tiến hành khuấy trộn liên tục ở nhiệt độ 35°C - 40°C trong thời gian 15 phút - 30 phút; sau khi kết thúc phản ứng thực hiện lắng tách pha, rửa tinh chế biodiesel thô để thu được sản phẩm biodiesel theo cách lắng tách pha, rửa tinh chế phổ biến thông thường đang được sử dụng trong các quy trình sản xuất biodiesel không dùng tác nhân kháng kết tinh diesel hóa thạch.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp chuyển hóa mỡ cá da trơn thành nhiên liệu diesel sinh học, phương pháp này sử dụng dầu diesel hoá thạch (Diesel Oil - DO) làm tác nhân kháng kết tinh nhằm ngăn chặn sự hình thành các vi thể cấu trúc tiền kết tinh ở pha lỏng để rút ngắn thời gian phản ứng, hạ thấp nhiệt độ phản ứng trong quá trình chuyển hóa mỡ cá da trơn (cá tra, cá basa) bằng metanol (có công thức hoá học là CH_3OH) với xúc tác kali hydroxit (có công thức hoá học là KOH) tạo ra nhiên liệu diesel sinh học (Biodiesel Fuel - BDF), một loại nhiên liệu đang được nhiều nước trên thế giới đầu tư phát triển mạnh hướng vào mục tiêu đáp ứng nhu cầu thay thế dần từng bước cho nhiên liệu diesel hoá thạch DO.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Việc nuôi và chế biến cá da trơn vùng đồng bằng Sông Cửu Long để lấy sản phẩm phi lê cá xuất khẩu là lĩnh vực sản xuất kinh doanh có tầm quan trọng hàng đầu trong ngành thủy hải sản Việt Nam. Phụ phẩm thu được trong quá trình chế biến là mỡ cá đã và đang được sử dụng như một nguồn nguyên liệu hiện thực để chế biến chuyển hóa thành nhiên liệu diesel sinh học (biodiesel), một loại nhiên liệu đang được nhiều nước trên thế giới đầu tư phát triển mạnh nhằm đáp ứng nhu cầu thay thế dần từng bước cho nhiên liệu diesel hoá thạch DO.

Biodiesel từ mỡ cá được tạo thành bằng cách cho mỡ cá phản ứng với metanol (MT). Về thành phần hoá học, mỡ cá chủ yếu là triglyxerit (TG). Đó chính là một họ este (ES) với ba gốc axit béo (FA) liên kết trên một gốc glyxerin (GL). Một phân tử triglyxerit tham gia phản ứng chuyển vị este với ba phân tử metanol sẽ tạo thành ba phân tử metyleste của axit béo (FAME) và một phân tử glyxerin (GL). Sản phẩm FAME chính là nhiên liệu diesel sinh học.

Quá trình chuyển vị este nói trên thường được thực hiện trong một thiết bị hoạt động gián đoạn có khuấy trộn và gia nhiệt tới nhiệt độ khoảng $60^\circ\text{C} - 65^\circ\text{C}$. Có nhiều loại xúc tác có thể sử dụng cho phản ứng này nhưng hiệu quả và thông dụng hơn cả là xúc tác kali hydroxit (KOH). Tùy thuộc vào các thông số như tỷ lệ metanol/mỡ cá, nhiệt độ phản ứng,

tỷ lệ xúc tác, v.v., thời gian thực hiện phản ứng chuyển vị este dao động trong khoảng 60 – 120 phút.

Thực tế đã có một số nhóm nghiên cứu công nghệ sản xuất biodiesel từ mỡ cá tập trung vào các phương pháp sử dụng các hỗ trợ cụ thể như:

Nguyễn Hồng Thanh và các đồng tác giả, “Điều chế biodiesel từ mỡ cá basa bằng phương pháp hóa siêu âm”, Tạp chí Phát triển KH&CN, Tập 12, số 03-2009. Phương pháp mô tả sản xuất biodiesel từ mỡ cá basa bằng phương pháp hóa siêu âm với việc bổ sung metanol/KOH, siêu âm ở tần số 35kHz hoặc 130kHz trong 5 đến 40 phút, để nguội, rửa, sấy và thu sản phẩm. Phương pháp giúp rút ngắn thời gian phản ứng, tách pha và thu sản phẩm tinh khiết hơn.

Lê Thị Thanh Hương và các đồng tác giả, “Sản xuất biodiesel từ mỡ cá tra sử dụng xúc tác KOH trong điều kiện khuấy trộn siêu âm”, Tạp chí Journal of Chemistry, tập 47 (4A), Trang 101-106 năm 2009. (Le Thi Thanh Huong, et al., “ Biodiesel production from fat of Tra catfish using KOH catalyst under the conditon of ultrasonic mixing, Journal of Chemistry, vol 47 (4A), P.101-106, 2009). Phương pháp mô tả sản xuất biodiesel từ mỡ cá tra với metanol và xúc tác KOH trong điều kiện khuấy trộn siêu âm ở tần số 20kHz. Phương pháp này giúp rút ngắn thời gian phản ứng và có hiệu suất cao so với phương pháp truyền thống.

Lê Thị Thanh Hương và các đồng tác giả, “Sản xuất biodiesel từ mỡ cá tra sử dụng xúc tác KOH trong điều kiện chiếu vi sóng”, Tạp chí Journal of Chemistry, tập 47 (2A), Trang 440-446 năm 2009. (Le Thi Thanh Huong, et al., “ Biodiesel production from fat of Tra catfish using KOH catalyst assisted by microwave, Journal of Chemistry, vol 47 (2A), P.440-446, 2009). Phương pháp này sản xuất biodiesel từ mỡ cá tra với metanol và xúc tác KOH trong điều kiện chiếu vi sóng hỗ trợ quá trình khuấy và phản ứng, giúp giảm thời gian phản ứng và tách pha.

Lê Thị Thanh Hương và các đồng tác giả, “ Tối ưu hóa chuyển hóa este mỡ cá da trơn cá tra với xúc tác KOH/gama- Al_2O_3 sử dụng phương pháp bề mặt đáp ứng”, Tạp chí phát triển KH&CN, Tập 12, số 13-2009. Phương pháp mô tả sản xuất biodiesel từ mỡ cá tra sử dụng metanol và chất xúc tác dị thể KOH/ gama- Al_2O_3 , được tối ưu hóa bằng phương pháp bề mặt đáp ứng.

Các phương pháp nói trên cũng đã đạt được những kết quả nhất định. Tuy nhiên, ở mỗi phương pháp lại phát sinh những trở ngại riêng. Ví dụ như khi sử dụng tác nhân hỗ trợ là sóng siêu âm hoặc vi sóng trong hệ thống thiết bị bắt buộc phải trang bị thêm các bộ

phát siêu âm hoặc lò vi sóng (microwave) làm tăng thêm chi phí đầu tư và chi phí vận hành.

Nhóm tác giả của sáng chế đã đi sâu nghiên cứu để tìm ra một phương thức rút ngắn thời gian phản ứng và hạ thấp nhiệt độ thực hiện phản ứng chuyển vị este nhưng không tạo ra thêm bất kỳ một trở ngại phát sinh nào.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế nhằm đề xuất phương pháp sản xuất nhiên liệu biodiezel sinh học từ mỡ cá da trơn mà rút ngắn được thời gian phản ứng và hạ thấp nhiệt độ phản ứng chuyển vị este chuyển hóa mỡ cá da trơn thành nhiên liệu biodiezel sinh học.

Để đạt được mục đích nêu trên, sáng chế đề xuất phương pháp chuyển hóa mỡ cá da trơn thành nhiên liệu diesel sinh học sử dụng dầu diesel hóa thạch làm tác nhân kháng kết tinh để hạ thấp nhiệt độ phản ứng và rút ngắn thời gian phản ứng, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau:

- bổ sung dầu diesel hóa thạch (DO) với lượng từ 4% – 8% trọng lượng so với trọng lượng mỡ cá vào bình phản ứng có trang bị cánh khuấy và hệ thống ngưng tụ hơi metanol chứa mỡ cá đã được định lượng trước, khuấy và duy trì nhiệt độ bình phản ứng nằm trong khoảng từ 35°C đến 40°C,

- bổ sung dung dịch đồng nhất chứa metanol và KOH đã được pha chế trước đó với tỷ lệ từ 4/1 đến 10/1 phân tử gam metanol/mỡ cá và từ 0,5% đến 1,2% trọng lượng KOH/mỡ cá vào bình phản ứng nêu trên, khuấy và duy trì nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 35°C đến 40°C, trong khoảng thời gian từ 15 phút đến 30 phút,

- để nguội bình phản ứng về nhiệt độ trong phòng, các dung dịch phản ứng được tách thành hai lớp, lớp phía trên là lớp sản phẩm biodiezel thô, lớp phía dưới là lớp glyxerin thô chứa metanol dư,

- tách riêng lớp phía dưới chứa glyxerin thô và thu được lớp phía trên chứa sản phẩm biodiezel thô,

- tinh chế sản phẩm biodiezel thô bằng cách rửa bằng nước nóng có nhiệt độ khoảng 70°C. Sau khi loại bỏ nước rửa, tiếp tục gia nhiệt sản phẩm biodiesel ở nhiệt độ nằm trong khoảng 100°C – 110°C trong thời gian 60 phút, thu được sản phẩm biodiezel sạch.

Mô tả chi tiết sáng chế

Ngạc nhiên khi các tác giả sáng chế phát hiện ra rằng, dầu diesel hóa thạch (DO) có khả năng kìm hãm quá trình tự kết tinh của mỡ cá theo hướng làm cho cấu trúc của mỡ cá

chuyển dịch xa hơn trạng thái lỏng tiền kết tinh khi được sử dụng với tỷ lệ nhất định, điều này là hữu ích trong việc rút ngắn thời gian phản ứng, hạ thấp nhiệt độ phản ứng của quá trình chuyển hóa mỡ cá da trơn (cá tra, cá basa) bằng metanol (có công thức hoá học là CH_3OH) với xúc tác kali hydroxit (có công thức hoá học là KOH) tạo ra nhiên liệu diesel sinh học.

Xét về trạng thái tồn tại, pha lỏng được xem là có những đặc điểm giống như pha khí bởi ở cả hai trạng thái này vật chất đều không thể tự xác định và duy trì hình dạng tồn tại của mỗi pha do các phân tử đều có khả năng chuyển động hỗn loạn tự do trong toàn khoảng không gian đã được xác định nhờ hình dạng của bình chứa. Tuy nhiên xét về cách sắp xếp các phân tử vật chất pha lỏng lại có cấu trúc khác rất xa với cấu trúc pha khí và có mức độ tương đồng cao hơn so với cấu trúc của pha rắn tinh thể. Trên biểu đồ nhiễu xạ X-ray của chất lỏng phát hiện được những cực đại dạng thoải, không nhọn, không đủ đặc trưng cho một cấu trúc trật tự tuần hoàn như cấu trúc tinh thể nhưng cũng cho phép kết luận rằng các tiểu phân cấu trúc của chất lỏng có khuynh hướng liên kết với nhau ở những mức độ bền vững nhiệt động khác nhau để tạo ra những vi thể phân bố ngẫu nhiên và hỗn loạn nhưng đã có được cấu trúc trật tự hơn. Càng ở gần trạng thái chuyển pha kết tinh thành pha rắn các vi thể này càng nhiều hơn, càng có cấu trúc gần với pha tinh thể tương ứng hơn. Đây là trạng thái lỏng tại điểm chuyển pha kết tinh mà thông thường là trạng thái lỏng quá bão hòa hoặc trạng thái lỏng quá lạnh và được gọi chung là trạng thái lỏng tiền kết tinh. Trong một điều kiện cụ thể nhất định các vi thể cấu trúc của trạng thái lỏng tiền kết tinh vượt qua các rào cản nhiệt động chuyển thành các mầm tinh thể để có thể tiếp tục phát triển thành tinh thể. Khi đó quá trình kết tinh được thực hiện.

Dầu béo thu được từ mỡ cá, ở phạm vi nhiệt độ thường, tồn tại một cách đặc trưng ở thể lỏng độ nhớt cao. Theo thời gian trạng thái lỏng đồng nhất của mỡ cá dần dần bị phá vỡ với sự hình thành ngày càng nhiều pha phân tán màu trắng đục làm cho mỡ cá chuyển thành trạng thái lỏng đặc sệt. Nếu tách phần mỡ cá lỏng ra khỏi phần đã bị kết tinh thì theo thời gian bảo quản mỡ cá lỏng lại tiếp tục chuyển dần thành pha phân tán trắng đục như đã mô tả.

Có thể thấy rằng các triglycerit (TG) trong mỡ cá được hình thành từ những mạch liên kết khá công kênh của carbon. Do vậy dù có ở trạng thái lỏng thì trong pha lỏng đó luôn luôn có mặt những liên kết dạng chuỗi, dạng khung kích cỡ lớn có khả năng gây ra các tương tác không gian cản trở lẫn nhau. Hậu quả tất yếu của cấu trúc nói trên là những chất lỏng kiểu như mỡ cá thường có độ nhớt khá cao. Cũng do có cấu trúc dạng

chuỗi, dạng mạng không gian cổng kênh nên tại khu vực điểm chuyển pha kết tinh các phân tử lỏng tuy đã sắp xếp lại làm tăng tỷ lệ các vi thể có cấu trúc tinh thể nhưng vẫn chưa thể chuyển thành cấu trúc tinh thể thực sự và dẫn đến hiện tượng các pha lỏng này chuyển sang tồn tại ở trạng thái quá ngưỡng kết tinh. Nói cách khác mỡ cá tồn tại ở trạng thái lỏng có cấu trúc vi thể hỗn loạn đặc trưng của trạng thái tiền kết tinh.

Với cách tiếp cận theo lý thuyết cấu trúc vi thể của trạng thái lỏng tiền kết tinh, mỡ cá dù đang tồn tại như một pha lỏng đồng nhất (ví dụ như trạng thái ứng với nhiệt độ 50°C) nhưng đã được xem như một hệ đa phân tán, trong đó pha phân tán là các “vi thể mỡ cá rắn” có cấu trúc tương tự các tinh thể tồn tại trong môi trường liên tục là các phân tử “mỡ cá lỏng” có cấu trúc vô trật tự như những pha lỏng thông thường. Trạng thái của hệ “mỡ cá lỏng đa phân tán” được mô tả bởi hàm mật độ phân bố các vi thể đa phân tán $f(X) = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$, trong đó $X = (x_1, x_2, \dots, x_n)$ - vector các đại lượng đặc trưng cho tính chất của vi thể đa phân tán, $f(X, t)$ - hàm mật độ phân bố các vi thể đa phân tán theo các thông số x_i .

Có thể dễ dàng thấy rằng tốc độ phản ứng trong quá trình chuyển vị este từ các hợp phần của mỡ cá (trước hết là các triglycerit) bằng tác nhân metanol phụ thuộc rất nhiều vào hình thái, kích cỡ và độ hoạt tính đặc trưng cho khả năng tương tác với các phân tử metanol của các vi thể cấu trúc tiền kết tinh. Khi trong mỡ cá hàm phân bố các “vi thể mỡ cá rắn” $f(X)$ càng lệch về phía các vi thể kích thước cổng kênh, hoạt tính tương tác thấp thì các phân tử metanol sẽ càng khó thực hiện tương tác hóa học một cách hiệu quả để chuyển vị “mỡ cá” thành metyl este. Bởi vậy, vận dụng sự biểu đạt trạng thái hệ mỡ cá bằng hàm phân bố các “vi thể mỡ cá rắn” $f(X)$ đã chỉ ra một giải pháp cho phép tạo điều kiện thực hiện phản ứng chuyển vị este với nguyên liệu mỡ cá một cách có lợi hơn (nhiệt độ thấp hơn, thời gian ngắn hơn, tỷ lệ M/O thấp hơn, ...). Đó là sử dụng một tác nhân kháng kết tinh bổ sung vào hệ mỡ cá như một phương thức tiền xử lý để thực hiện chức năng ngăn cản sự hình thành các “vi thể mỡ cá rắn” có kích thước cổng kênh, hoạt tính tương tác thấp. Tác nhân kháng kết tinh phải thực hiện tốt chức năng dịch chuyển cấu trúc hệ mỡ cá về phía các vi thể kích thước càng nhỏ càng tốt, hoạt tính tương tác càng cao càng tốt và đồng thời không được làm suy giảm các tính chất của hệ sản phẩm biodiesel được tạo thành.

Căn cứ vào một trong những thông số đặc trưng đang được quan tâm là độ nhớt của mỡ cá có thể thấy ngay rằng tác nhân kháng kết tinh muốn thực hiện được chức năng như đã phân tích trước hết phải có khả năng làm giảm độ nhớt của mỡ cá.

Sáng chế đề xuất việc lựa chọn chính dầu diesel (DO) làm tác nhân kháng kết tinh cho quá trình chuyển hoá mỡ cá thành biodiesel (BDF). Để thuận tiện, tác nhân dầu diesel (DO) được viết tắt là tác nhân SD.

Dầu diesel DO là một loại nhiên liệu lỏng, sản phẩm chưng cất từ dầu mỏ. Xét theo độ dài của mạch hydro carbon dầu diesel thuộc phân nhóm các sản phẩm chưng cất có chuỗi hydro carbon vào khoảng C15 đến C18 (tính theo số phân tử carbon) đứng sau dầu hỏa (C12 đến C15). Dầu diesel DO chính là loại nhiên liệu được dùng cho động cơ diesel loại động cơ rất nổi tiếng mang tên nhà sáng chế Rudolf Diesel.

Dầu diesel có một số đặc tính cơ bản sau đây: Độ nhớt động học ở 40°C: 2 – 4,5 mm²/giây ; Điểm đông đặc: 5 – 6 °C ; Khối lượng riêng ở 15°C: 820 -860 kg/m³ ; Điểm chớp cháy: 60 - 80 °C ; Chỉ số xetan: 40 -55.

Kết quả nghiên cứu thực nghiệm đã chỉ ra rằng tác nhân SD khi phối trộn với mỡ cá nguyên liệu đã phát huy rất tốt khả năng ngăn cản sự hình thành các vi thể cấu trúc tiền kết tinh, làm cho độ nhớt của hỗn hợp mỡ cá giảm đi rõ rệt và khả năng phản ứng của mỡ cá với tác nhân metanol tăng lên. Quá trình chuyển vị triglyxerit của mỡ cá thành sản phẩm chính của biodiesel là FAME khi có bổ sung tác nhân SD được thực hiện có kết quả ở nhiệt độ 35°C – 40°C trong thời gian 15 – 30 phút.

Khi sử dụng làm nhiên liệu, sản phẩm biodiesel lại được phối trộn với chính dầu diesel hoá thạch (ví dụ, B5 là nhiên liệu phối trộn 95% DO với 5% biodiesel FAME, B20 là nhiên liệu phối trộn 80% DO với 20% biodiesel FAME). Do vậy không cần phải thực hiện quá trình tinh chế để tách tác nhân SD ra khỏi sản phẩm thu được sau quá trình chuyển vị este mỡ cá thành FAME. Đó chính là ưu điểm quan trọng thứ nhất của tác nhân SD. Ưu điểm vượt trội thứ hai là tác nhân SD rất thông dụng vì SD chính là DO hoá thạch và sự có mặt của tác nhân SD không ảnh hưởng tới giá thành của sản phẩm BDF.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Chuyển hóa mỡ cá của công ty Thuận An (tỉnh An Giang) thành biodiesel.

Mỡ cá của công ty Thuận An có thành phần và một số chỉ tiêu tính chất như sau: axit Lauric (C 12:0) – 0,30%, axit Myristic (C 14:0) – 5,34%, axit Pentadecanoic (C 15:0) – 0,21%, axit Palmitic (C 16:0) – 31,47%, axit Palmitoleic (C 16:1) – 1,70%, axit Stearic (C 18:0) – 8,70%, axit Oleic (C 18:1) – 43,19%, axit Linoleic (C 18:2) – 8,02%, axit Linolenic (C 18:3) – 1,07%; chỉ số axit – 2,33 (mgKOH/g), độ ẩm – 0,2%, tạp chất – 0,02%.

Metanol được sử dụng cho quá trình chuyển hóa mỡ cá thành biodiesel là loại có hàm lượng 99,0% CH_3OH . Xúc tác kali hydroxit được sử dụng là loại có hàm lượng 85% KOH.

Tác nhân kháng kết tinh SD là dầu diesel nhiên liệu loại DO 0,05 S.

Để chuyển hóa 25 kg mỡ cá của công ty Thuận An thành biodiesel cần sử dụng 6 kg metanol, 0,2 kg KOH và 1,5 kg dầu diesel nhiên liệu loại DO 0,05 S.

Quá trình chuyển hóa mỡ cá thành biodiesel được thực hiện như sau:

1. Định lượng lượng mỡ cá: 25 kg.
2. Định lượng lượng metanol cần sử dụng theo tỷ lệ mol metanol/mỡ cá (tỷ lệ tính theo số phân tử gam) 6/1: 6 kg.
3. Định lượng lượng xúc tác KOH cần sử dụng theo tỷ lệ KOH/mỡ cá 0,8% tính theo khối lượng: 0,2 kg.
4. Định lượng lượng tác nhân kháng kết tinh SD (dầu diesel hóa thạch) cần sử dụng theo tỷ lệ SD/mỡ cá – 6% tính theo khối lượng: 1,5kg.
5. Cho xúc tác KOH và metanol với lượng cần dùng vào bình pha trộn và khuấy đều để thu được một hỗn hợp đồng nhất.
6. Mỡ cá cùng với tác nhân kháng kết tinh SD được định lượng theo tỷ lệ đã lựa chọn và cho vào bình phản ứng có trang bị cánh khuấy và hệ thống ngưng tụ hơi metanol. Khuấy và duy trì hỗn hợp ở nhiệt độ 35°C .
7. Sau khi hỗn hợp mỡ cá, tác nhân SD ổn định ở nhiệt độ đã lựa chọn, cho hỗn hợp metanol, xúc tác KOH vào bình phản ứng.
8. Thực hiện quá trình phản ứng bằng cách tiếp tục khuấy, duy trì hỗn hợp ở nhiệt độ 35°C và thực hiện quá trình phản ứng trong khoảng thời gian 30 phút.
9. Thực hiện lắng tách pha, rửa tinh chế biodiesel thô để thu được sản phẩm biodiesel theo quy trình lắng tách pha, rửa tinh chế phổ biến thông thường đang được sử dụng trong các quy trình sản xuất biodiesel không dùng tác nhân kháng kết tinh diesel hóa thạch, ví dụ như quy trình sau:
 - 9.1. Sau khi kết thúc phản ứng, thực hiện quá trình để nguội tự nhiên và lắng tách pha. Hỗn hợp lỏng được tách làm hai lớp. Lớp trên là lớp sản phẩm biodiesel thô có lẫn một phần tạp chất cần loại bỏ. Lớp dưới là lớp glycerin thô có lẫn một số sản phẩm phụ và một phần metanol dư.
 - 9.2. Tiến hành tách pha, sản phẩm biodiesel thô được đem đi rửa bằng nước nóng ba lần. Mỗi lần rửa, để lắng khoảng 15 phút sau đó tách loại bỏ lớp nước rửa.

9.3. Gia nhiệt để loại hết nước trong sản phẩm biodiezel sau khi rửa ở nhiệt độ $100^{\circ}\text{C} - 110^{\circ}\text{C}$ trong thời gian 60 phút để thu được sản phẩm biodiezel tinh sạch đạt tiêu chuẩn quy định.

10. Lớp glyxerin thô được xử lý theo một quy trình riêng để thu hồi glyxerin, metanol dư và các sản phẩm phụ khác.

Nếu thực hiện quá trình chuyển hóa mỡ cá Thuận An (An Giang) mà không sử dụng tác nhân kháng kết tinh SD (dầu diesel hóa thạch) như đã mô tả ở ví dụ này (tức là không thực hiện bước 4 và tác nhân SD không có mặt trong các bước tiếp theo) thì phải thực hiện quá trình phản ứng ở bước 8 tại nhiệt độ 60°C trong khoảng thời gian 70 – 80 phút.

Lợi ích của sáng chế

Nhờ việc sử dụng dầu diesel nhiên liệu DO làm tác nhân kháng kết tinh đã thực hiện quá trình chuyển hóa mỡ cá ở chế độ nhiệt độ được hạ thấp với thời gian được rút ngắn (35°C trong 30 phút). So sánh với chế độ chuyển hóa không dùng tác nhân SD (dầu diesel hóa thạch), như đã mô tả trong phần ví dụ thực hiện sáng chế, chế độ chuyển hóa mỡ cá thành biodiesel với sự có mặt của tác nhân SD cho phép tiết kiệm chi phí năng lượng để thực hiện phản ứng chuyển vị este và tăng năng suất của công đoạn phản ứng lên gấp đôi mà không đòi hỏi phải đầu tư trang bị thêm các thiết bị phụ trợ cũng như không đòi hỏi phải thực hiện thêm các biện pháp xử lý đối với sản phẩm biodiezel thu được.

1. Phương pháp chuyển hóa mỡ cá da trơn thành nhiên liệu diesel sinh học sử dụng dầu diesel hóa thạch làm tác nhân kháng kết tinh để hạ thấp nhiệt độ phản ứng và rút ngắn thời gian phản ứng, trong đó phương pháp này bao gồm các bước sau:

bổ sung dầu diesel hóa thạch (DO) với lượng từ 4% – 8% trọng lượng so với trọng lượng mỡ cá vào bình phản ứng có trang bị cánh khuấy và hệ thống ngưng tụ hơi metanol chứa mỡ cá đã được định lượng trước, khuấy và duy trì nhiệt độ bình phản ứng nằm trong khoảng từ 35°C đến 40°C;

bổ sung dung dịch đồng nhất chứa metanol và KOH đã được pha chế trước đó với tỷ lệ từ 4/1 đến 10/1 phân tử gam metanol/mỡ cá và từ 0,5% đến 1,2% trọng lượng KOH/mỡ cá vào bình phản ứng nêu trên, khuấy và duy trì nhiệt độ phản ứng nằm trong khoảng từ 35°C đến 40°C, trong khoảng thời gian từ 15 phút đến 30 phút;

để nguội bình phản ứng về nhiệt độ trong phòng, các dung dịch phản ứng được tách thành hai lớp, lớp phía trên là lớp sản phẩm biodiesel thô, lớp phía dưới là lớp glyxerin thô chứa metanol dư;

tách riêng lớp phía dưới chứa glyxerin thô và thu được lớp phía trên chứa sản phẩm biodiesel thô;

tinh chế sản phẩm biodiesel thô bằng cách rửa bằng nước nóng có nhiệt độ khoảng 70°C; sau khi loại bỏ nước rửa tiếp tục gia nhiệt sản phẩm biodiesel ở nhiệt độ nằm trong khoảng 100°C – 110°C trong thời gian 60 phút, thu được sản phẩm biodiesel sạch.