



Norges miljø- og  
biovitenskapelige  
universitet

Masteroppgave 2016 30 stp  
Institutt for Matematiske Realfag og Teknologi (IMT)

# **Biokjemisk omdanning av biprodukter fra matindustrien**

Morten Wiken Moltubakk  
Maskin, prosess- og produktutvikling







# Forord

Masteroppgaven avslutter en femårig mastergrad innenfor maskin, prosess- og produktutvikling på Instituttet for Matematiske Realfag og Teknologi (IMT) på Norges Miljø- og Biovitenskapelige Universitet (NMBU) og omfatter 30 studiepoeng. Oppgaven kommer etter ønske fra Norilia på bakgrunn av deres overskudd av fett fra slaktedyr og ønsket å se nærmere på hvilke muligheter de har for å utnytte dette.

Oppgaven har vært interessant og lærerik og det har vært spennende å se på metoder for hvordan man kan utnytte deler av slaktedyr som ikke brukes direkte i matindustrien.

Min hovedveileder for oppgaven har vært Odd-Ivar Lekang og jeg vil gjerne takke han for å ha hjulpet meg når jeg har hatt behov for det i tillegg til å styrt meg i riktig retning når jeg har vært litt på villspor. Min biveileder Olga Shapaval har også vært utrolig viktig og jeg vil takke henne for hjelpen jeg har fått gjennom hele masterperioden. Jeg vil også takke Kristian Sørby Omberg som har lest gjennom oppgaven og kommet med innspill der det trengtes.

Til slutt vil jeg takke familien min som har vært god moralsk støtte for meg gjennom hele min tid på universitet.

**Ås, 13. mai 2016**

**Morten Wiken Moltubakk**

# Sammendrag

I denne masteroppgaven er det presentert et prosessanlegg som tar imot 3 400 kg fett, fra slaktedyr, i timen som råstoff. Formålet med anlegget er å gjøre dette råstoffet om til frie fettsyrer, for deretter å skille de mettede og umettede fettsyrene fra hverandre. Et utvalg komponenter blir gjennomgått for de viktigste prosessene før de som blir sett på som best egnet velges. På forhånd var det bestemt at anlegget skulle bruke hydrolyse med en syrekatalysator for å splitte glyserolen og fettsyrene, og en form for destillering skulle brukes for å skille mettede og umettede fettsyrer. Videre ble en beregning av masse- og energibalanse gjort gjennom hele anlegget som skal gå 24 timer i døgnet, 365 dager i året.

Hydrolysemetoden som er valgt er en kontinuerlig motstrøms autoklav som er basert på et patent av Victor Mills. For destillering av frie fettsyrer brukes flash destillasjon over tre trinn.

Beregningen av massebalansene viser at anlegget produserer 1 442,3 kg mettede frie fettsyrer og 1 587,1 kg umettede frie fettsyrer i timen og resten går ut som glyserol og uhydrolysert fett. Dette gir dermed et utbytte på 89 % med tanke på andel ut i forhold andel inn.

Den beregnede energibalansen viser at anlegget årlig vil ha et energiforbruk på 754,8 MWh.

# Abstract

In this master thesis, a processing plant capable of handling 3 400 kg of fat from slaughtered animals an hour is presented. The aim is to process the raw material into free fatty acids before separating between saturated and unsaturated fatty acids from each other. A selection of components is presented for the most important processes before the most suitable component is chosen. It's decided in advance that the plant will use hydrolysis with an acidic catalyst to split the glycerol from the fatty acids, and that distillation will be used to separate the saturated and unsaturated fatty acids. Furthermore, a complete calculation of the plants mass- and energy balance was made with the consideration of continuous operation, running 24 hours a day, 365 days a year.

The hydrolysis method chosen is a continuous countercurrent autoclave, based on a patent made by Victor Mills. To distil the free fatty acids a flash distillation working over three steps is used.

The calculation of the mass balances of the plant gives a resulting flow rate of 1 442,3 kg of saturated fatty acids and 1 587,1 kg of unsaturated fatty acids per hour. This means that the plant has a yield of 89 % when comparing the amount withdrawn free fatty acid with the amount of fat added.

The calculated energy balance is showing that the yearly energy consumption of the plant is 754,8 MWh.

# Innholdsfortegnelse

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Forkortelser.....</b>                 | <b>vii</b>  |
| <b>Tabelliste.....</b>                   | <b>viii</b> |
| <b>Figurliste.....</b>                   | <b>x</b>    |
| <b>1 Introduksjon.....</b>               | <b>1</b>    |
| 1.1 Mål og føringer for oppgaven.....    | 1           |
| <b>2 Teori.....</b>                      | <b>2</b>    |
| 2.1 Hva er fett? .....                   | 2           |
| 2.2 Fettsyrer .....                      | 2           |
| 2.3 Splitting av fett .....              | 4           |
| <b>3 Komponentbeskrivelse .....</b>      | <b>6</b>    |
| 3.1 Lager.....                           | 6           |
| 3.2 Knuser.....                          | 6           |
| 3.3 Pumper.....                          | 6           |
| 3.4 Varmeveksler.....                    | 7           |
| 3.4.1 Dobbelt rør varmeveksler .....     | 7           |
| 3.4.2 Skall-rør varmeveksler .....       | 7           |
| 3.4.3 Platevarmeveksler.....             | 8           |
| 3.4.4 Valg av varmeveksler .....         | 8           |
| 3.5 Hydrolyse.....                       | 9           |
| 3.5.1 Twitchell metoden .....            | 9           |
| 3.5.2 Batch autoklav .....               | 9           |
| 3.5.3 Kontinuerlig autoklav .....        | 9           |
| 3.5.4 Kontinuerlig høytrykk metoden..... | 10          |
| 3.5.5 Biokjemisk metode .....            | 10          |
| 3.5.6 Valg av hydrolysemetode .....      | 10          |



|   |           |
|---|-----------|
| 3.6 Separering.....                                       | 12        |
| 3.6.1 Rørformet sentrifuge.....                           | 12        |
| 3.6.2 Disk bolle sentrifuge.....                          | 13        |
| 3.6.3 Dekanter sentrifuge.....                            | 14        |
| 3.6.4 Membranfiltrering .....                             | 15        |
| 3.6.5 Flash destillasjon .....                            | 15        |
| 3.6.6 Valg av separasjonsmetode .....                     | 15        |
| 3.7 Destillasjon .....                                    | 16        |
| 3.7.1 Satsvis destillering.....                           | 16        |
| 3.7.2 Kontinuerlig destillering.....                      | 16        |
| 3.7.3 Fraksjonert destillasjon.....                       | 17        |
| 3.7.4 Molekylær destillasjon .....                        | 17        |
| 3.7.5 Flash destillering.....                             | 17        |
| 3.7.6 Valg av destillasjonsmetode .....                   | 18        |
| <b>4 Prosessbeskrivelse.....</b>                          | <b>19</b> |
| <b>5 Masse- og energibalanse.....</b>                     | <b>22</b> |
| 5.1 Massebalanser.....                                    | 22        |
| 5.1.1 Pumper.....   | 22        |
| 5.1.2 Varmeveksler.....                                   | 24        |
| 5.1.3 Hydrolysereaktor .....                              | 25        |
| 5.1.4 Flashdestillering av vann og FFA.....               | 26        |
| 5.1.5 Flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3 ..... | 27        |
| 5.1.6 Flashdestillering av C:14 og C:16 .....             | 27        |
| 5.1.7 Flashdestillering av C:18-1.....                    | 28        |
| 5.1.8 Varmeveksler for oppvarming av FFA.....             | 28        |
| 5.2 Energibalanse.....                                    | 29        |
| 5.2.1 Pumper.....   | 29        |

|           |   |           |
|-----------|---|-----------|
| 5.2.2     | Varmeveksler.....   | 30        |
| 5.2.3     | Flashdestillering av vann og fettsyrer.....   | 32        |
| 5.2.4     | Flash destillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3 .....  | 35        |
| 5.2.5     | Flash destillering av C:14 og C:16 .....  | 37        |
| 5.2.6     | Flash destillering av C:18-1.....   | 38        |
| 5.2.7     | Varmeveksler for oppvarming av fettsyrer.....   | 39        |
| 5.3       | Avfallsvann.....  | 41        |
| 5.4       | Total masse- og energibalanse.....  | 41        |
| <b>6</b>  | <b>Diskusjon .....</b>  | <b>44</b> |
| <b>7</b>  | <b>Videre arbeid.....</b>   | <b>46</b> |
| <b>8</b>  | <b>Konklusjon .....</b>   | <b>47</b> |
| <b>9</b>  | <b>Bibliografi.....</b>   | <b>48</b> |
| <b>10</b> | <b>Vedlegg .....</b>  | <b>52</b> |
|           | Vedlegg B: Fettsyresammensetning .....  | 52        |
|           | Vedlegg B: Karakteristiske verdier for oksygenholdige sammensetninger ved utregning av varmekapasiteten til fettsyrer ..... | 53        |
|           | Vedlegg C: Patent for kontinuerlig motstrøms hydrolyse av fett.....   | 54        |

## Forkortelser

|            |  |
|------------|--|
| <b>FFA</b> | <b>Frie fettsyrer (Free fatty acids)</b> |
| <b>TG</b>  | <b>Triglyserider</b>                     |
| <b>MG</b>  | <b>Monoglyserider</b>                    |
| <b>DG</b>  | <b>Diglyserider</b>                      |

## Tabelliste

|   |    |
|---|----|
| Tabell 5.1: Fettsyresammensetning. ....   | 22 |
| Tabell 5.2: Massebalanse for pumping av fett. ....  | 23 |
| Tabell 5.3: Massestrøm ved pumping av hydrolysevann. ....   | 24 |
| Tabell 5.4: Massebalanse for varmeveksler fett. ....  | 24 |
| Tabell 5.5: Massebalanse for varmeveksler hydrolysevann. ....   | 25 |
| Tabell 5.6: Massebalanse hydrolyse. ....  | 26 |
| Tabell 5.7: Massestrøm av fettsyrer. ....   | 26 |
| Tabell 5.8: Massebalanse for destillering av vann og fettsyrer. ....  | 27 |
| Tabell 5.9: Massebalanse for destillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3. ....   | 27 |
| Tabell 5.10: Massebalanse for destillering av C:14 og C:16. ....  | 28 |
| Tabell 5.11: Massebalanse for destillering av C:18-1. ....  | 28 |
| Tabell 5.12: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3. ....  | 28 |
| Tabell 5.13: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16. ....  | 29 |
| Tabell 5.14: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1. ....  | 29 |
| Tabell 5.15: Verdier og parametere for beregning av masse- og energibalanse for pumpene. ....   | 29 |
| Tabell 5.16: Effektforkbruk pumpe. ....   | 30 |
| Tabell 5.17: Årlig energiforkbruk pumper. ....  | 30 |
| Tabell 5.18: Viktige verdier og parametere for beregninger masse- og energibalanse av varmevekslere. ....   | 31 |
| Tabell 5.19: Beregnet varmekapasitet for fett. ....   | 31 |
| Tabell 5.20: Varmeoverføring i varmevekslere. ....  | 31 |
| Tabell 5.21: Parametere og verdier for beregninger i flashdestillasjon. ....  | 32 |
| Tabell 5.22: Kristisk temperatur og asentrisk faktor for fettsyrer [30]. ....   | 34 |
| Tabell 5.23: Beregnet varmekapasitet for fettsyrene og entalpi for destillat og bunnprodukt. ....   | 34 |
| Tabell 5.24: Entalpi flash destillering av vann. ....   | 34 |
| Tabell 5.25: Entalpi for flashdestillering av vann i energi per år. ....  | 34 |
| Tabell 5.26: Kokepunkt og fardampningsentalpi for fettsyrer. 1) Referanser for fardampningsentalpi C:14 [32], C:16 [33], C:16-1 [34], C18 [35], C:18-1 [36], C:18-2 [37] og C:18-3 [38]. .... | 35 |

|   |    |
|---|----|
| Tabell 5.27: Parametere for destillat og bunnprodukt for beregning av masse- og energibalanse. ....                       | 36 |
| Tabell 5.28: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon fettsyrene C:16-1, C:18-2 og C:18-3..... | 36 |
| Tabell 5.29: Entalpi for flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.....   | 36 |
| Tabell 5.30: Entalpi for flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3 i energi per år. ....                              | 36 |
| Tabell 5.31: Parametere for flashdestillasjon av C:14 og C:16. ....   | 37 |
| Tabell 5.32: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon av fettsyrene C:14 og C:16 .....         | 37 |
| Tabell 5.33: Entalpi for flashdestillering av fettsyrene C:14 og C:16.....  | 37 |
| Tabell 5.34:Entalpi for flashdestillering av C:14 og C:16 i energi per år .....   | 38 |
| Tabell 5.35: Parametere for flashdestillasjon av C:18-1. ....   | 38 |
| Tabell 5.36: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon av fettsyren C:18-1.....                 | 38 |
| Tabell 5.37: Entalpi for flashdestillering av fettsyrene C:18-1. ....   | 38 |
| Tabell 5.38: Entalpi for flashdestillering av C:18 i energi per år .....  | 39 |
| Tabell 5.39: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.....                | 39 |
| Tabell 5.40: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16. ....                           | 40 |
| Tabell 5.41: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1.....                                  | 40 |
| Tabell 5.42: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.....                      | 40 |
| Tabell 5.43: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16. ....                                 | 40 |
| Tabell 5.44: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1.....  | 40 |
| Tabell 5.45: Massestrøm for avfallsvann .....   | 41 |
| Tabell 5.46: Total massestrøm av mettet og umettet FFA . ....   | 41 |
| Tabell 5.47: Samlet energi for anlegg. ....   | 41 |

## Figurliste

|  |    |
|--|----|
| Figur 2.1: Kjemisk oppbygning av den mettede fettsyren laurinsyre der metylgruppen, CH <sub>3</sub> , og karboksylgruppen, COOH. er markert i hver sin ende..... | 3  |
| Figur 2.2:Kjemisk oppbygning av den ω-6 flerumettede fettsyren linolsyre. ....   | 3  |
| Figur 2.3: karbonkjeden for cis- og trans-struktur [6]. ....   | 4  |
| Figur 3.1: Sentrifugalpumpe.....   | 7  |
| Figur 3.2: Dobbelrør varmeveksler [14]. ....   | 7  |
| Figur 3.3: Rør-skall varmeveksler [14]. ....   | 8  |
| Figur 3.4: Platevarmeveksler [15]. ....  | 8  |
| Figur 3.5: bildet viser hvordan reaktoren for hydrolyse fungerer. ....   | 12 |
| Figur 3.6: Rørformet sentrifuge [17]. ....   | 13 |
| Figur 3.7: "Disc bowl" sentrifuge [18]. ....   | 14 |
| Figur 3.8: Dekanter sentrifuge [20]. ....  | 14 |
| Figur 3.9: Flash destillasjon.....   | 15 |
| Figur 4.1: Skjematisk prosessbeskrivelse .....   | 21 |
| Figur 5.1: Andel vann løselig i forhold til temperatur [16]. ....  | 23 |
| Figur 5.2: Skjematisk oversikt over massestrømmer.....   | 42 |
| Figur 5.3: Skjematisk oversikt over energiforbruk.....   | 43 |







## 1 Introduksjon

Mennesker har i århundrer benyttet seg av fett, ikke bare som næringskilde, men også til en rekke andre bruksområder. Dette kan være tidlige sivilisasjoner som brukte det som en kilde til belysning, mat og såpe eller dagens samfunn som blant annet bruker det til biodieselproduksjon, dyrefôr og mat. Der bruken av fett på begynnelsen av 1800-tallet var basert på empiriske grunnlag over mange århundrer baserer man seg i dag på kunnskapen som har blitt opparbeidet gjennom forskning på egenskaper, struktur og sammensetning av molekylene.

Der mat i store deler i verden er en mangelvare har fokuset på å utnytte hele dyret blitt et viktig satsningsområde. Ved slakting ender omtrent 50 % av dyret opp som biprodukter, det vil si produkter av som ikke direkte brukes i matproduksjon. Disse biproduktene består gjerne av fett, skinn, tarm og lignende [1].

Når man ser nærmere på oppbygningen av fett er det lett å gå seg bort i den kjemiske verden men siden oppgaven i hovedsak ikke er i kjemi vil kun det mest essensielle og relevante delen av dette blir satt fokus på.

Slik samfunnet har utviklet seg er det fremdeles ønskelig å benytte seg av egenskapene fett har, men økonomiske og energikrevende utfordringer må løses for å kunne utnytte seg av dette på best mulig måte.

### 1.1 Mål og føringer for oppgaven

Det vil i denne oppgaven bli sett nærmere på hvordan et anlegg som har et årlig inntak på nærmere 30 000 tonn fett i året skal prosessere dette. Målene til oppgaven er å bestemme de komponentene som er best egnet slik at anlegget produserer mettede og umettede frie fettsyrer hver for seg, og gjøre en masse- og energibalanse gjennom anleggets viktigste komponenter.

Før oppgaven ble skrevet var det kjent at hydrolyse med en syrekatalysator skulle brukes for å spalte triglyserider og for å skille mellom mettede og umettede frie fettsyrer skulle en destilleringsmetode brukes.

## 2 Teori

### 2.1 Hva er fett?

Det som på overflaten virker som et enkelt spørsmål, viser seg å være mer komplisert enn ved første øyekast og hvis man ønsker å utnytte fett er det et viktig spørsmål å stille.

Først må måten fett er bygd opp på studeres nærmere. I dagligtale omtales det gjerne som fett, men nærmere bestemt er dette triglyserider (TG) og er det finnes i vev hos både mennesker og dyr [2]. TG er bygget opp av ett glyserolmolekyl og tre lange fettsyrekjeder der den største bestanddelen av TG er fettsyrene som utgjør 90 % av vekten. I kroppen er oppgaven til TG å ta vare på og transportere fettsyrer mellom ulike organer [3]. I tillegg til triglyserider finnes det også monoglyserider (MG) og diglyserider (DG) som består av en glyserolkjerne og henholdsvis én og to fettsyrer.

TG er en ester, noe som vil si at de er organiske sammensetninger av syrer og alkohol og som vanligvis kjennetegnes ved lukt og smak i blomster og frukt. Dette viser seg å ikke være tilfellet for fett, noe som kommer av at den ikke er like flyktig. En viktig ting med estere er at de kan spaltes i vann [4]. Dette er en egenskap som vil bli sett nærmere på i oppgaven.

De vanligste kildene til fett er melk, fisk, planteoljer og slaktedyr der hovedforskjellen mellom disse er fettsyrene som utgjør TG, et tema som vil utdypes i kapittel 2.2

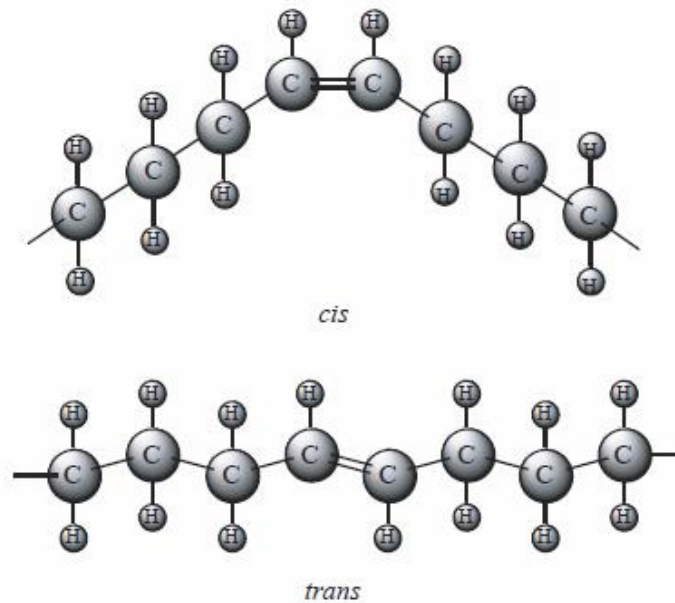
Fett kan man tak i fra mange forskjellige kilder hvorav de vanligste er melk, fisk, planteoljer og fra slaktedyr. Hovedforskjellen mellom disse er først og fremst hva slags fettsyre de er bygd opp av.

### 2.2 Fettsyrer

Fettsyrer er hovedbestanddelen i både fett og olje og når fettsyrene løser seg fra et glyserolmolekylet får man det man kaller frie fettsyrer (FFA). FFA er rette alifatiske karboksylsyriske kjeder, som vil si at det er åpne karbonkjeder som er har en syregruppe i den ene enden som er bygd opp av atomgruppen karboksyl, COOH. I den andre enden finner man en metylgruppe som består av CH<sub>3</sub>. Sammen med karbonatomene i kjeden finner man hydrogenatomer [5]. Måten en FFA er bygd opp er illustrert i Figur 2.1. Det kjennes til over 1000 forskjellige fettsyrer, men omtrent 20 av disse er vanlige nok til at man kan si at de har en kommersiell betydning. Lengden på kjedene er avhengig av antall karbonatomer og kan variere stort, men de vanligste naturlige fettsyrene består gjerne av 4 – 22 karbonatomer [6].



hydrogenering. Hydrogenering er en prosess som tilfører hydrogen, under høye trykk og temperaturer til flerumettet fett slik at man får et enumettet fett som har mange av egenskapene til mettet fett.



Figur 2.3: karbonkjeden for cis- og trans-struktur [6].

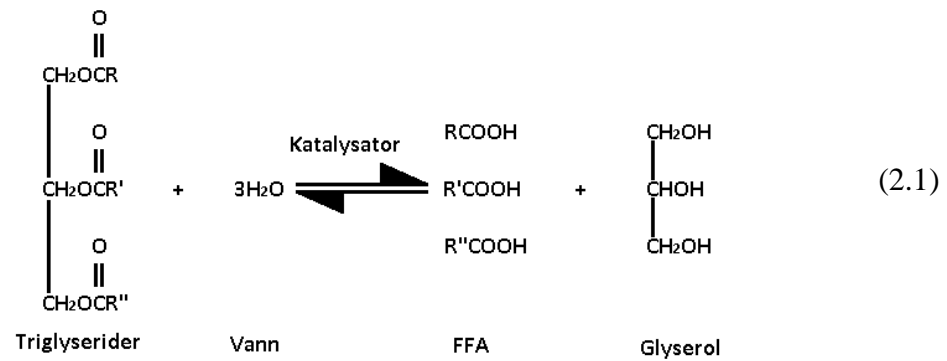
Struktur og bindinger har også innvirkning på kokepunktene. Jo lenger lengde det er på karbonkjeden, desto høyere er kokepunktet for FFA. I tillegg synker også kokepunktet med antall dobbeltbindinger [8].

Systematiske navn er gitt til ulike FFA for å enklere beskrive oppbygningen av dem. En vanlig måte å gjøre det på er å bruke formen C:D, der C er antall karbonatomer fettsyren inneholder og D er hvor mange dobbeltbindinger den inneholder. I visse tilfeller er det også ønskelig å vite hvor den første dobbeltbindingen er. Da bruker man formen  $\omega$ -x, der x er antall karbonatomer fra dobbeltbindingen til og med karbonet i metylgruppen. Et eksempel på en  $\omega$ -6 fettsyre kan man se i Figur 2.2.

Vanlige bruksområder for fettsyrer er blant annet i matvareindustrien, dyrefôrproduksjon og farmasi- og kosmetikkindustrien [6].

### 2.3 Splitting av fett

Splitting av fett er et begrep som innebærer at man ønsker å splitte TG slik at man ender opp med glyserol og FFA. For å gjøre dette brukes hydrolyse som er en reversibel kjemisk prosess som utnytter en overflod av vann til å splitte molekyler. Når et molekyl er splittet vil det ene produktet av splittingen ta opp et hydrogenatom og det andre produktet ta opp et hydrogenatom og et oksygenatom [9]. For hydrolyse av TG er metoden som oftest simplificert og uttrykt med den kjemiske ligningen (2.1).



Der R, R' og R'' representerer ulike oppbygninger av fettsyrer.

I realiteten er hydrolyse mer komplisert enn dette. Når TG og vann kommer i kontakt med hverandre vil hydrogenionet angriper en elektronrik del og hydroksidgruppen angriper en elektronfattig del av TG, som vil si at hydrogenionet danner glyserolen og hydroksidgruppen danner FFA [10]. Fettsyrene brytes av trinnvis som vil si at først vil TG gjøres om til DG før det blir MG og tilslutt ende opp som tre FFA og ett glyserolmolekyl [11]. På bakgrunn av dette er det vanskelig å oppnå likevekt og industrielle anlegg bruker derfor en overskudd av vann for å unngå at man ender opp med fett som ikke er blitt hydrolysert.

Noen praktiske egenskaper ved en hydrolyseprosess som er nyttig er at blir vann mer og mer løselig ettersom andel DG, MG og FFA øker i forhold til hva det er når det kun består av TG og vann, høyere temperatur og trykk øker hastigheten på hydrolyseringen på grunn av den økte løselighet til vann i alle fettfasene. Dette vil si at reaksjonene i en hydrolyseprosess har en rolig start før den øker i mellomstadiet og til slutt vil bremser ned igjen på slutten desto høyere glyserolkonsentrasjonen er [11]. Når man er klar over dette finnes det metoder på hvordan man kan prøve å holde reaksjonshastigheten oppe. De vanligste metodene er å ha et høyt forbruk av vann slik at det til enhver tid er tilgjengelig, holde trykk og temperatur oppe for å optimalisere løseligheten og kontinuerlig ta ut både glyserol og fettsyrer for å holde konsentrasjonen av dette nede [11].

### 3 Komponentbeskrivelse

For at et anlegg skal fungere optimalt er det viktig å vurdere hvilke metoder som skal brukes og hvilke komponenter som gir best resultater i forhold til hvilke faktorer man ønsker å legge vekt på. Disse faktorene kan være alt fra effektivitet til kostnader og miljøhensyn. Motivasjonen for oppgaven er basert på at man har et overskudd av fett og det er ønskelig å få ut fettsyrer av dette. Det vil si at det er nødvendig å gjøre triglyseridene om til glyserol og fettsyrer.

For å komme frem til de mest passende komponentene vil det bli tatt en gjennomgang av alternativene som skal gi et godt vurderingsgrunnlag til å ta en beslutning på hvordan et anlegg kan se ut.

#### 3.1 Lager

Når fett kommer frem til lageret er det fremdeles i fast form. For å unngå at råmaterialet ikke skal oksidere er det viktig at det ikke blir lagret over lang tid og kommer i minst mulig kontakt med luft. Lagringstemperaturen burde være mellom 18,3 og 35 °C [12].

#### 3.2 Knuser

For å gjøre TG om til en «slurry» som kan pumpes i rør brukes en knuser som bryter det ned.

#### 3.3 Pumper

Når råstoffet er i form av en væske og skal transporteres videre i anlegget bruker man pumper. Pumper er komponenter som generelt ikke er dyre i drift og med tanke på hvor lite effekt de bruker er dette kun en liten del av energiforbruket til prosessanlegget.

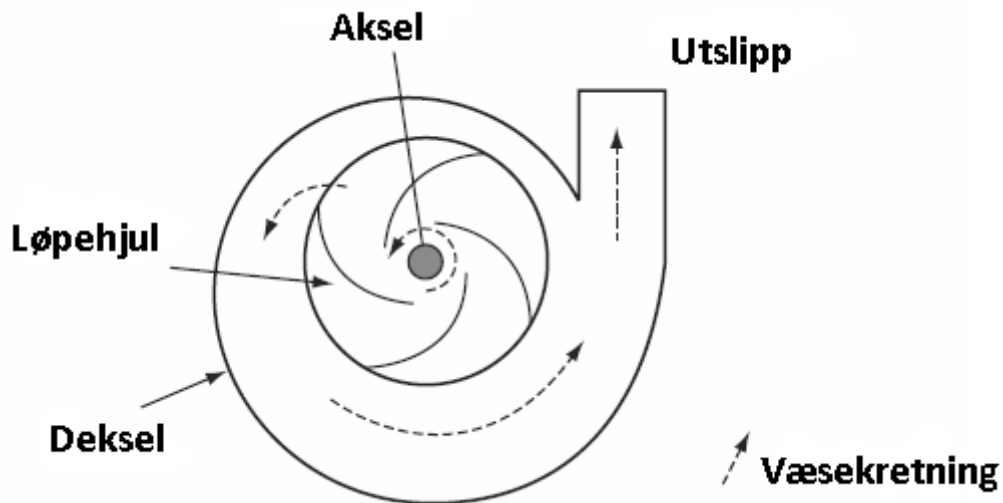
Ulike pumper brukes til ulik bruk og klassifiseres gjerne i to forskjellige typer

- Dynamiske pumper
- Fortrengningspumper

Fortrengningspumper gjerne stempel- eller membranpumper som ofte brukes i anlegg med lave strømningshastigheter der f. eks. tilsetningsstoffer skal mates inn i prosessen [13].

Blant de dynamiske pumpene er sentrifugalpumper den som er desidert mest brukt i prosessindustrien. Det kommer av at den er kompakt, billig og robust samtidig som den også kan pumpe mange forskjellige typer materiale [13]. Det er også derfor en sentrifugalpumpe vil bli brukt i anlegget på denne oppgaven.

Som illustrert i Figur 3.1 er en sentrifugalpumpe designet med løpehjul og kurvede radielle skovler som er drevet av en elektrisk motor som gjør at løpehjulene roterer i en høy hastighet. Fødingen kommer i aksial retning i sentrum av løpehjulene som dytter væsken med hjelp av sentrifugalkraften.



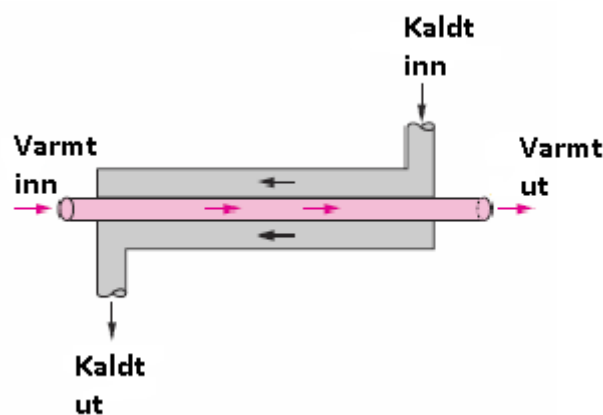
Figur 3.1: Sentrifugalpumpe

### 3.4 Varmerveksler

En viktig del av et prosessanlegg er varmeoverføring mellom væsker, der design og valg av varmeveksler står sentralt for dens effekten og virkningsgrad. Videre vil de mest aktuelle typene varmevekslere bli kort beskrevet.

#### 3.4.1 Dobbeltrør varmeveksler

En dobbelttrør varmeveksler er blant de enkleste formene for varmevekslere der man har et rør i et annet rør som vist i Figur 3.2. I en slik varmeveksler strømmer en fluid i det innerste røret samtidig som en fluid som skal overføre eller ta imot varme strømmer i røret rundt. Denne typen varmeveksler ofte ganske kompakte [14].

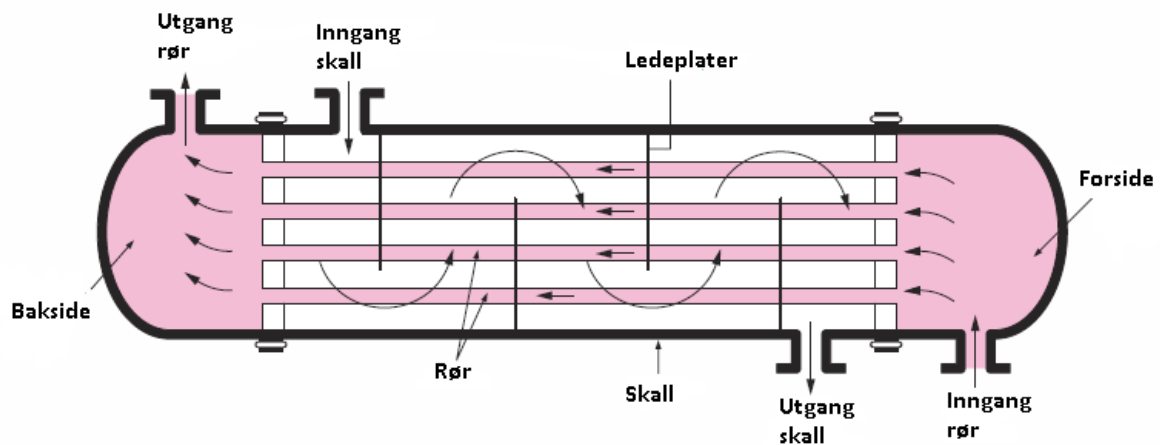


Figur 3.2: Dobbeltrør varmeveksler [14].

#### 3.4.2 Skall-rør varmeveksler

Skall-rør varmeveksler er den mest brukte formen for varmeveksler i industrisammenheng på grunn av at den har såpass stor kapasitet. En slik varmeveksler består av et stort antall rør på innsiden av et skall der varmeoverføringen foregår ved at en fluid strømmer gjennom rørene og

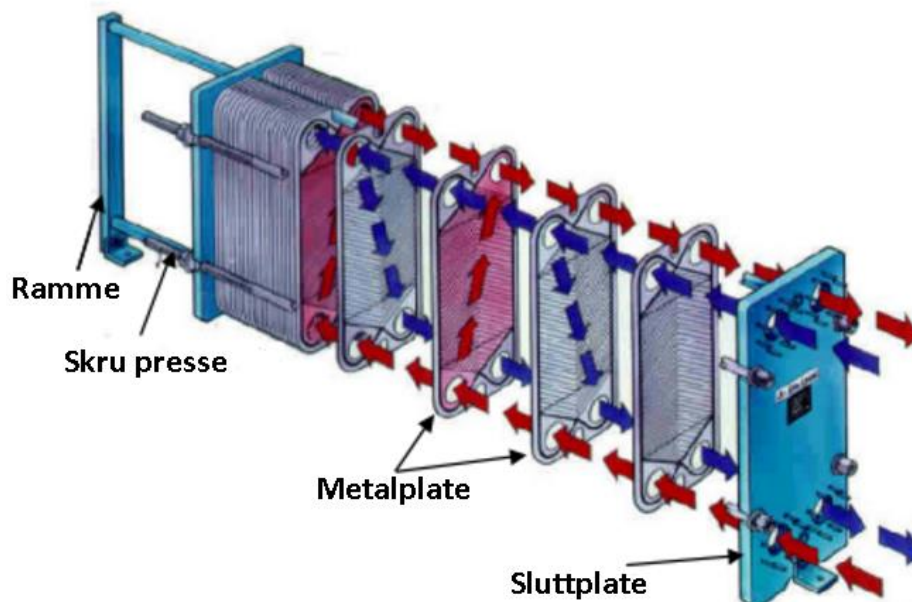
et annet fluid strømmer gjennom skallet, men utenfor rørene. Som man kan se i Figur 3.3 er det vanlig å bruke ledeplater som sørger for at fluidet i skallet strømmer over rørene og dermed øker varmeoverføringen.



Figur 3.3: Rør-skall varmeveksler [14].

### 3.4.3 Platevarmeveksler

Platevarmevekslere består av en rekke plater presset sammen som overfører varme mellom strømmene. Som illustrert i Figur 3.4 går de varme og kalde strømmene i motsatt retning, på hver sin side av platene slik at den kalde strømmingen blir omringet av varme strømmer [14].



Figur 3.4: Platevarmeveksler [15].

### 3.4.4 Valg av varmeveksler

Varmevekslere er kompliserte og det er mange faktorer å ta hensyn til når man gjør beregninger og tester på det. Blant annet har varmevekslere mulighet for både motstrøms og medstrøms varmeoverføring avhengig av hva som er best for sammenhengen den skal brukes



til. Andre ting som er med på å påvirke en varmeveksler er U-verdier, begroing faktorer og turbulens.

For dette anlegget vil det bli tatt i bruk en motstrøms skall-rør varmeveksler på grunn av den kan ta imot en stor mengde fluider og dens egenskap til gi en god og effektiv varmeoverføring.

### **3.5 Hydrolyse**

Det finnes mange ulike patenter og metoder på hvordan man kan gjøre utføre hydrolyse, hvor blant de eldste metodene stammer helt tilbake til 1845 [11]. Metodene er gjerne baserte på de samme prinsippene, men bruk av katalysator og utstyr kan variere. Noe av det viktigste er at man finner riktig forhold mellom vann og fett, noe som vil variere med parameterne temperatur og trykk.

#### **3.5.1 Twitchell metoden**

Twitchell metoden er en av de mer tradisjonelle metodene for gjennomføring av hydrolyse og ble tatt i bruk allerede i 1845. Prosessen bruker høyt trykk på mellom 5-6 MPa og temperatur mellom 250-260 °C. Som katalysator brukes en blanding av svovelsyre og Twitchell reaktant som tilsettes i en blanding av 50% fett og 50% vann. Metoden går over to til fire stadier der man mellom hvert stadium tas ut glyserol. Investeringskostnader er lave, men ulemper med Twitchell metoden er at den har et høyt damp- og energiforbruk, lang oppholdstid og avgir misfargede fettsyrer [10].

#### **3.5.2 Batch autoklav**

Batch autoklav metoden er blant de eldste kommersielle metodene for å splitte fett. Metoden har en oppholds tid som ligger mellom 6-10 timer som omdanner 95% av fett. Reaktoren er en sylindrerformet autoklav som holder en temperatur på 321 °C og mottar fett og vann der andelen vann er 60% av andelen fett. Metoden har bruk for både mekaniske rørere og damp som kontinuerlig sprøytes inn i blandingen ved 1135 kPa. Etter oppholdet i reaktoren er omme, tappes innholdet over i en bunnfellingstank som skal skille fettsyrer, glyserol og rester som ikke er blitt hydrolysert [10].

#### **3.5.3 Kontinuerlig autoklav**

En kontinuerlig autoklav består av en reaktor som holder et trykk mellom 0,9 - 11 MPa og tar inn vann og fett med temperatur mellom 177°C - 316°C. Reaktoren er en 3-15 meter høy vertikal motstrøms autoklav. Fødingen av oppvarmet vann kommer inn i toppen samtidig som fett, ved samme temperatur, kommer inn i bunn. Oppholdstiden er på 1 time, der opp til 99% blir hydrolysert [16].

### **3.5.4 Kontinuerlig høytrykk metoden**

En kontinuerlig høytrykk metode er blant den mest brukte metodene i industrien, der den best kjent er Colgate-Emery-prosessen. Den består av «splitting» tårn som er mellom 18-25 meter høyt, der damp tilføres i øvre halvdel av tårnet og fett og vann tilføres i bunnen. Andelen vann som kommer inn med fettene ligger mellom 40-50% av vekten til fettene. Trykket i tårnet er rundt 5 Mpa og temperaturen ligger mellom 250-260 °C. Metoden er kontinuerlig, uten katalysator og motstrøms med mekaniske hjelpemidler som mikser blandingen for å fremskynde prosessen. Denne metoden gir høy grad av hydrolyse der 99% av fettene blir hydrolysert og har en oppholdstid på mellom 2-3 timer. Metoden gir et produkt av fettsyrer som kan tas ut i toppen av tårnet og glyserol som legger seg i bunn og kan tas ut der. En av de største ulempene med denne metoden er at den har et høyt dampforbruk [10].

### **3.5.5 Biokjemisk metode**

Biokjemiske metoder benytter seg av enzymer, hvor blant de vanligste er lipase fra *Candida rugosa*, *Aspergillus niger*, og *Rhizopus arrhizus*. Ved å bruke disse enzymene kan man oppnå en grad av hydrolyse på opp til 98 % med en temperatur på mellom 26-46 °C. En slik prosess vil ta mellom 48-72 timer. Metoden er ikke helt moden til å fungere på industriell skala enda, der høye kapital- og vedlikeholdskostnader og lange oppholdstider er blant de viktigste faktorene som holder den tilbake [10]. Med videre forskning kan dette vise seg å være en metode for fremtiden.

### **3.5.6 Valg av hydrolysemetode**

Twitchell-metoden er enkel, men gammeldags. På bakgrunn av at den har et høyt energiforbruk, lang oppholdstid og gir ut et produkt av dårlig kvalitet er den ikke aktuell.

En batch autoklav har mange av de ønskelige egenskapene. Den benytter seg av syrekatalysator og oppnår en stor grad av hydrolyse. Siden metoden har en lang oppholdstid har den også et høyt energiforbruk som går til både oppvarming og omrøring samtidig som også damp brukes for å få en jevn varmfordeling over tid er også den uaktuell for dette anlegget.

En kontinuerlig høytrykk prosess er mye brukt i industrien i dag mye på grunn av at den har en lav oppholdstid. Grunnen til at den ikke er aktuell for dette anlegget er at den har et høyt energiforbruk og den benytter seg ikke av en syrekatalysator.

Den biokjemiske metoden er spennende for fremtiden, men ikke helt moden nok til å fungere på et industriell nivå foreløpig. Per dags dato har den alt for lang oppholdstid. I tillegg er prisene på enzymer veldig høye og vil derfor føre til store kostnader på tross av lavt energiforbruk.

Valget av hydrolysemetode faller på en kontinuerlig autoklav metode. Metoden er effektiv og skjer under noe lavere temperaturer og trykk enn en kontinuerlig høytrykk metode samtidig som den også kan benytte seg av syre som katalysator.

Målet med hydrolysen er at fettsyrene i fett skal splittes fra glyserolen på en rask og effektiv måte. I en kontinuerlig motstrøms reaktor introduseres vannet i toppen og fett i bunnen av reaktoren, der riktig trykk og temperatur gjør at de begge holder seg i flytende tilstand. Derfra beveger fett seg oppover i reaktoren samtidig som hydrolysen foregår samtidig som det kontinuerlig kommer i kontakt med en motstrøm av vann som beveger seg nedover. På den måten vil vannet inneholde mer og mer glyserol desto lenger ned kolonnen det beveger seg, samtidig som fett som når toppen av kolonnen vil være fri for glyserol og kun bestå av frie fettsyrer.

Metoden brukes på temperaturer som kan variere mellom 177°C - 316°C og trykket kan variere mellom 0,9 – 11 MPa. Forsøk viser at for en vertikal reaktor som er 15 meter og har en diameter på 0,8 meter vil de optimale driftsparameteren være ved 244°C og 4,137 MPa [16]. For oppgaven er det ønskelig å bruke syre som katalysator. Derfor blir svovelsyre, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, blandet med fett før det går inn i reaktoren. For å unngå korrosjon og syreskader er reaktoren være laget i syrefast stål.

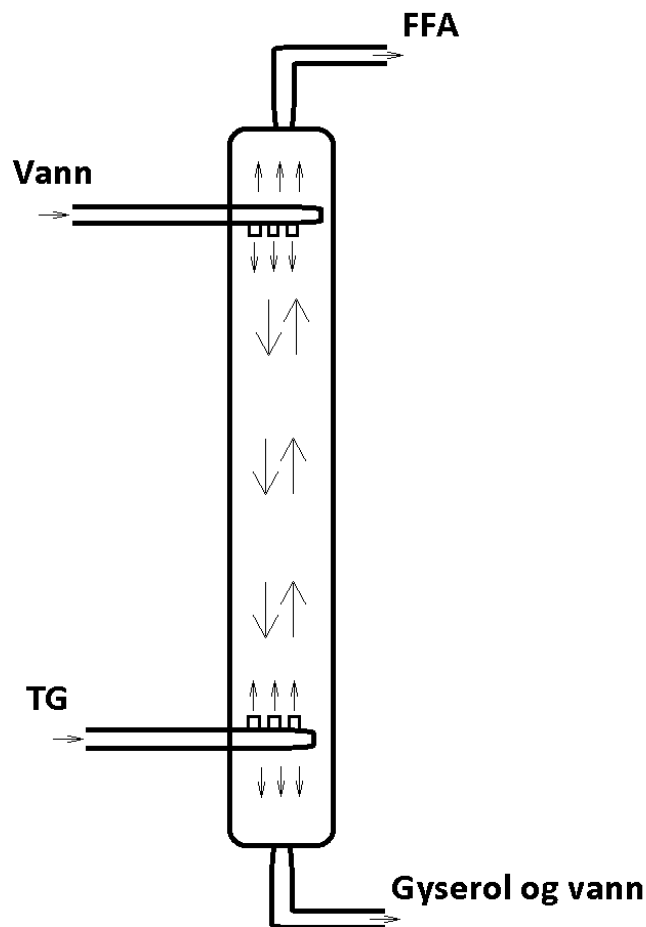
Under betingelsene som er nevnt vil en stor andel av vannet løses opp i fett. Dette skjer under forhold som ikke har behov for noen form for agitasjon, hverken mekanisk eller ved bruk av damp. På den måten kommer ikke glyserolen og fettsyrene som allerede har blitt splittet i veien for det som ikke har blitt splittet [16].

Ved oppstart fylles autoklaven med vann helt til den er full og påfyllingen av vann blir stoppet. Deretter pumpes fett, som også er i flytende tilstand, inn helt til det er på nivå med inngangsrøret til vannet. Samtidig som fett pumpes inn må noe av vannet som allerede er der fjernes slik at det skal bli plass. Dette vannet tas ut i bunnen med samme hastighet som fett kommer inn. Når dette er gjort er apparatet klart for kontinuerlig drift [16].

Noen av de største fordelene med en slik løsning er at den bruker ingen mekanisk omrøring eller annen form for agitasjon for å fremskynde prosessen. Dette gjør at man kan spare mye på vedlikehold og reparasjoner over tid.

Som man kan se på Figur 3.5 er det plass i under inntaksrøret for fett. Her samles det glyserol, vann og «klumper» av fett som ikke har blitt hydrolysert. På grunn tetthetsforskjeller legger blandingen av vann og glyserol seg nederst og kan dreneres uten problemer. I toppen av autoklaven er det også plass over vanninntaksrøret. Der samles fettsyrer og klumper av fett som ikke har blitt hydrolysert på veien opp til toppen. Også her skilles de på grunn av

tetthetsforskjeller og fettsyrene blir tatt ut i for seg selv. Disse fettsyrene inneholder omtrent 11% vann som må separeres vekk [16].



Figur 3.5: bildet viser hvordan reaktoren for hydrolyse fungerer.

### 3.6 Separering

Etter at fettene har gått gjennom hydrolyseprosessen er fettsyrene skilt fra glyserolen. Fettsyrene inneholder rundt 11% vann som må separeres ut for at man skal få en ren fraksjon med kun fettsyrer. For å utnytte glyserolen må også denne fraksjonen videre prosesseres, men i denne oppgaven ligger fokuset kun på videre arbeid av fettsyrene.

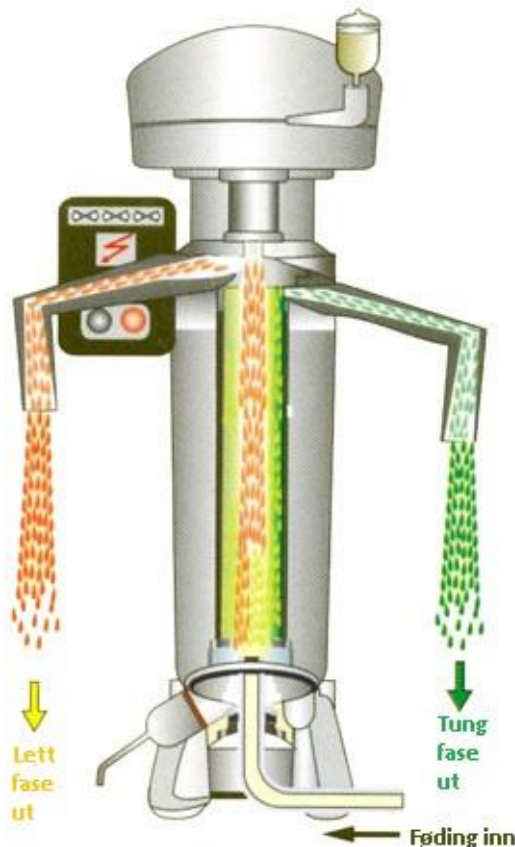
Før man velger måten man separerer vannet fra fettsyrene er det viktig å vurdere hvilke alternativer man har. Derfor blir det i her sett nærmere på vanlige separasjonsmetoder.

#### 3.6.1 Rørformet sentrifuge

En rørformet sentrifuge er rørformet og er en form for sedimentasjonsentriuge. Det vil si at måten den separer på er avhengig av de forskjellige tetthetene til det som skal separeres. Sentrifugen er en rørformet bolle og er mest brukt når man ønsker å separere ikke blandbare

væsker. Bollen i sentrifugen har en hastighet på opptil 15 000 rpm og genererer en sentrifugalkraft som kan overgå 130 000 N [13].

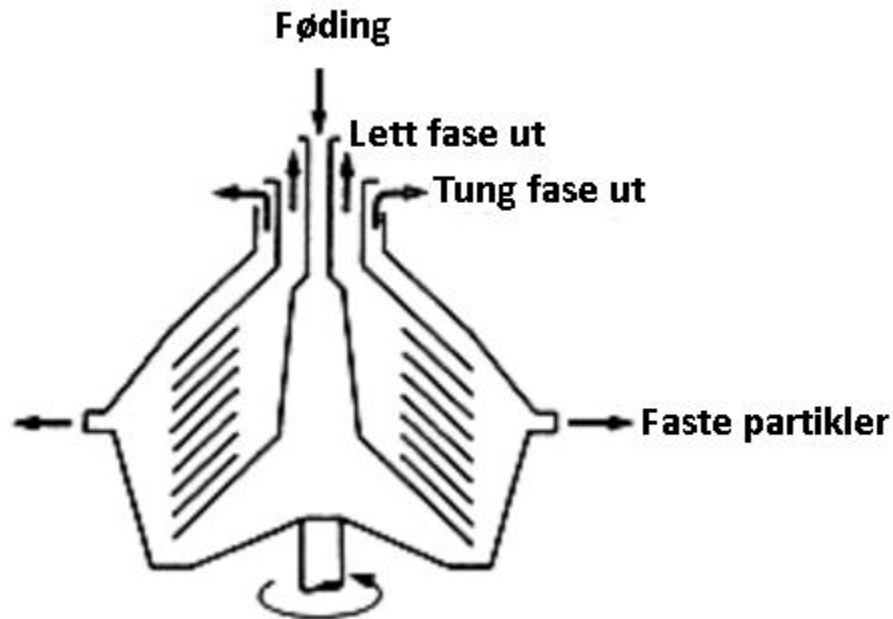
Som man kan se i Figur 3.6 kommer fødingen inn i bunnen og sentrifugen separer væsken slik at man får en tung fase og en lett fase som har to forskjellige uttak på sentrifugen. En rørformet sentrifuge brukes vanligvis på områder som rensing av vaksiner og smøremidler eller industrioljer.



Figur 3.6: Rørformet sentrifuge [17].

### 3.6.2 Disk bolle sentrifuge

En disk bolle sentrifuge er også en type sedimentasjonssentrifuge. Den har et konisk design og består av mellom 50 og 150 kjegleformede diskere som kun som er plassert med millimeters avstand fra hverandre som illustrert i Figur 3.7. På den måten blir separasjonen mer effektiv. I en slik sentrifuge kommer væsken som skal separeres inn samtidig som sentrifugen roterer i høy hastighet. Den lette fasen vil bevege seg mellom de kjegleformede diskene og den tunge fasen vil bevege seg oppover i toppen, fri for den lette fasen. En slik sentrifuge er brukes ofte når man ønsker å separere væske og små faste partikler [13].

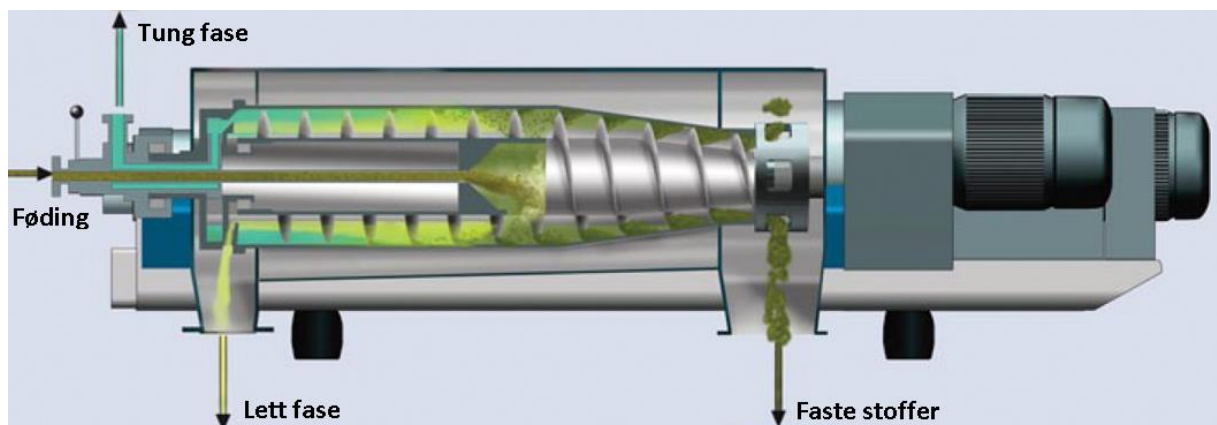


Figur 3.7: "Disc bowl" sentrifuge [18].

### 3.6.3 Dekanter sentrifuge

Det finnes mange varianter av en dekanter sentrifuge, også kjent som en «solid bowl» sentrifuge, der de vanligste skiller faste biter fra en væske, men det finnes også en type som separerer tre faser som illustrert i Figur 3.8. En slik dekanter kan gå kontinuerlig og kan separere tre faser fra hverandre, en fast og to ikke blandbare væsker. På den måten blir man kvitt faste biter som ikke har blitt løst opp og samtidig skille en lett og tung fase [19].

En dekanter er en avansert maskin, men basert på enkle prinsipper. Den består av en skruetransportør som skal ta med seg solids og en sylindrisk bolle rundt som roterer i en annen hastighet. Rotasjonen sørger for at de faste bitene samles i veggene og kan tas med videre ut av skruen. Væsken beveger seg gjennom bollen og kommer ut i motsatt ende.



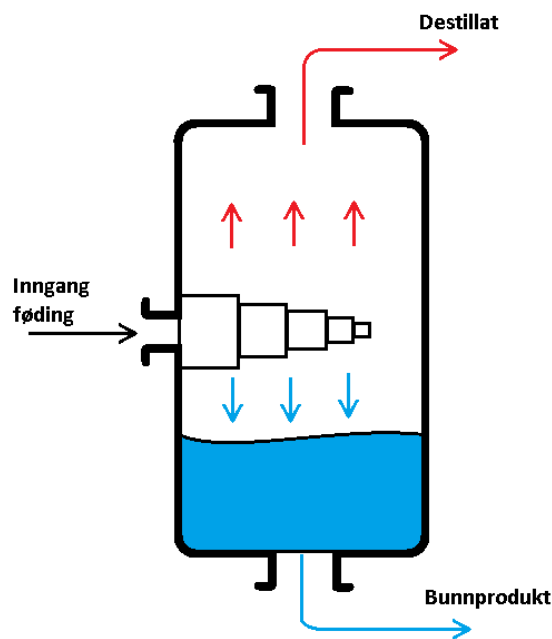
Figur 3.8: Dekanter sentrifuge [20].

### 3.6.4 Membranfiltrering

Membransepareringsteknologi blir mer og mer vanlig i industrisammenheng og er en teknologi som brukes mye i matindustrien og for rensing av drikkevann. Å bruke nanofiltrering kan ha sine fordeler når man ønsker å separere fettsyrer der man kan skille den utfra antall karbon- eller dobbeltbindinger. Metoden mangler derimot noen teknologiske fremskritt før den kan brukes i industrien og er hovedsakelig på forskningsstadiet. Et av de største problemene er temperatursensitiviteten til fettsyrene gjør at de ofte avvises ved økt temperatur [21].

### 3.6.5 Flash destillasjon

I en flash destillasjon har man en blanding av flytende væsker som, under trykk, ligger på kokepunktet til den væsken som man ønsker å separere. Deretter eksponeres blandingen for et lavere trykk som gjør det mulig for væsken å fordampe hurtig [22]. Som illustrert i Figur 3.9 vil væsken som fordamper gå ut i toppen av flashtanken som destillat og den resterende væsken fortsette å være flytende og gå videre som bunnprodukt.



Figur 3.9: Flash destillasjon.

### 3.6.6 Valg av separasjonsmetode

Så lenge stoffene som skal skilles har stor nok tetthetsforskjell stiller sedimentasjonsmetoder sterkt når man skal velge separeringsmetoder. Hvis det er tilfellet vil væskene naturlig separeres ved hjelp av tyngdekraften uten at det er alt for tidkrevende og dermed gjøre prosessen mindre energikrevende.

### 3.7 Destillasjon

Etter at triglyseridene har vært gjennom en kontinuerlig autoklav som splittet fettsyrene fra glyserolen og deretter blitt flash destillert for å separere ut det resterende vannet er det kun FFA som er igjen. Disse kan destilleres slik at man til slutt står igjen med mettede og umettede FFA hver for seg. Rensing av fettsyrer gjennom destillasjon har blitt praktisert i mange år og er kjent for å gi fettsyrer av høy kvalitet [23].

Siden FFA er følsomme for varme er det viktig at destilleringen skjer ved metoder som ikke eksponerer dem for høye temperaturer over lenger tid på en måte som både er praktiske og økonomisk gjennomførbart [23].

Destilleringen kan foregå som en satsvis eller som en kontinuerlig prosess. Avhengig av hva slags produkt man er ute etter, kan destilleringen omfatte rensing av en blanding fettsyrer eller man kan kjøre en fraksjonert destillering der fettsyrene renses for urenheter i tillegg til at de separeres i henhold til lengden til karbonkjeden. Dagens destillasjonsmetoder avhenger av høyt vakuum, effektiv oppvarming, økonomisk bruk av damp og effektiv masseoverføring mellom damp og kondensat [23].

Nedenfor er det en gjennomgang av de mest aktuelle metodene for destillering av fettsyrer.

#### 3.7.1 Satsvis destillering

Satsvis destillering er blant de eldste kommersielle variantene som er brukt innenfor fettsyredestillasjon. Metoden bruker direkte oppvarmingen til å varme opp destillasjonskammeret slik at innholdet får en temperatur mellom 260 °C-316 °C. En spreder tilfører mettet damp ved 149 °C der forholdet mellom damp og FFA er 5:1. På grunn av det høye forbruket av damp er metoden dyr i drift. Andre negative sider ved metoden er at en god del FFA blir innfanget i den kondenserte dampen og siden reaktoren bruker direkte oppvarming over lenger tid. Kombinasjonene av dette kan føre til dekarboksylering, som vil si at de gir fra seg en karboksylgruppe, og at det dannes polymerer som gir store restmengder av bek.

Hvis man ser for seg en prosess som gir 95% hydrolyse vil 15-20% av fettsyrene innfanges i dampen og 10-15% gå til reststoffer. Ønsker man å «re-splitte» reststoffene ender man opp med fettsyrer av lav kvalitet og 5-8% bek [23].

#### 3.7.2 Kontinuerlig destillering

Løsningen på mange av problemene man kommer over under en satsvis destillering kan man finne ved benytte seg av en kontinuerlig destillasjonsprosess. Det er ikke uvanlig at anlegg har sin egen vri på hvordan de kjører en kontinuerlig destillasjon men hovedpunktene er det samme. Fettsyrene blir kontinuerlig forvarmet før fødingen går inn i et destillasjonskammer med



reduisert trykk. Fettsyrene blir på den måten raskt fordampet og må deretter gjennom scrubbere for å bli rensset før det kondenseres. En slik destillasjon foregår under lavt trykk og en oppholdstid på under 30 minutter [24].

En av ulempene ved å bruke kontinuerlig destillasjon er dannelsen av emulsjon i den siste fasen for kondensering noe som kan føre til dannelsen av såpe. Hvis man ønsker utvinne fettsyrer fra dette må man tilsette såpen syre og kjøre den gjennom destillasjonen på nytt [23].

For å unngå dette kan man bruke tørr destillasjon. Det vil si destillasjon som ikke bruker vandamp eller gass som en bærer av fettsyrene. En slik prosess bruker en kombinasjon av tørr og flash destillering brukes for å utvinne fettsyrer fra hydrolysert fett og olje.

### **3.7.3 Fraksjonert destillasjon**

Fraksjonert destillering bygger på mange av de samme prinsippene som i kontinuerlig destillering der hovedforskjellen ligger i måten en fraksjonert destillasjonskolonne er designet. Den fraksjonerte kolonnen er utstyrt med flere dampmagasiner som gjør at mer FFA blir tatt ut med vandampen og ført tilbake og sendt gjennom kolonnen på nytt [23].

Fordampede fettsyrer beveger oppover i kolonnen før de kondenserer i toppen. Deler av de kondenserte FFAene faller nedover i kolonnen som gjør at de kommer i kontakt med fordampet FFA som stiger oppover. Varme overføres mellom de fallende og stigende FFAene slik at de mest flyktige fraksjonene i kondensatet fordampes og de fraksjonene i dampen som har lett for å kondensere kondenserer. Resultatet av dette blir at de mest flyktige FFA fraksjonene tas ut i toppen av kolonnen og de resterende FFAene legger seg i bunnen av kolonnen [25].

### **3.7.4 Molekylær destillasjon**

I industrien er molekylær destillasjon nyttig hvis ønsket er å rense ustabile og lett oksidativ fett og oljer. En slik destillasjon blir gjennomført under vakuum som tillater destillasjonen å skje under lavere temperaturer sammenlignet med de konvensjonelle metodene og på den reduserer risikoen for oksidative skader på produktet. Ved å separere partiklene/komponentene i forhold til vekt reduseres forurensingene til en standard som er mye lavere enn industristandard. I industrien brukes denne teknologien foreløpig til kosmetisk anvendelse, korrespondere estere i fiskeolje og fjerning av forurensning.

### **3.7.5 Flash destillering**

På samme måte som man kan separere en blanding av vann og FFA kan man også gjøre det samme for å separere mettede og umettede fettsyrer. Med denne metoden blir fettsyrene varmet opp, under trykk, av en varmeveksler til de når kokepunktet og sendes inn i destillasjonskammeret der trykket er lavere slik at FFAene fordampes. Det vil si at hvis alle de umettede fettsyrene har lavest kokepunkt holder det med å flash destillere over ett trinn, men

hvis kokepunktene til de noen umettede fettsyrer er over og noen er under kokepunktene til de mettede fettsyrene må fettsyrene flash destilleres over flere trinn.

### **3.7.6 Valg av destillasjonsmetode**

Destillasjon er en energikrevende prosess, og som presentert ovenfor finnes det flere gode løsninger på hvordan man kan skille de forskjellige fettsyrene fra hverandre.

En satsvis destillering er energikrevende, bruker mye damp og er dermed lite økonomisk. Dette gjør at den ikke er aktuell for dette anlegget.

Molekylær destillasjon er metoden som gir det reneste og beste produktene og er derfor mest brukt til å fremstille FFA som er egnet til kosmetikk, rene omega-3 fettsyrer og andre produkter som krever at fettsyrene er minimalt forurenset. Metoden er mest brukt til å få renere fettsyrer og derfor ikke aktuell for dette anlegget.

Både kontinuerlig, fraksjonert og flash destillasjon er metoder som ligner veldig på hverandre og bruker mange av de samme prinsippene. Valget faller til slutt på flash destillering på grunn av sitt lave forbruk vann og vanndamp. I tillegg vil flash destillasjon ta opp mindre plass enn hva kontinuerlige og fraksjonerte destillasjons kolonner vil gjøre.

## 4 Prosessbeskrivelse

For å gi et innblikk av hvordan anlegget vil fungere med de valgte komponentene vil dette kapittelet gi en beskrivelse av hvordan hele prosessen vil foregå. Prosessen er også skjematisk beskrevet i Figur 4.1.

Fettet fra slaktedyrene må oppbevares på et lager for å unngå skader på fettene som fører til både dårligere kvalitet og utbytte. De største problemene tilknyttet til feil ved oppbevaring av fett er først og fremst oksidering og hydrolyse, men andre problemer som forurensing kan også være et problem. Siden fettene ofte oppbevares i temperaturer som oppfordrer til enzymatisk og bakteriell vekst er det viktig at alt av fosfolipider, fuktighet, frøfraksjoner og proteinholdige materialer er fjernet fra fettene før det blir satt til oppbevaring. Fettene lagres på en tank som holder en temperatur på rundt 40°C.

Fra tanken fraktes fettene videre til en knuser som kverner fettene slik det ender opp som en «slurry», før en pumpe øker trykket til 4,137 MPa og sender det videre. Neste steg er å varme opp fettene til 244 °C ved hjelp av en varmeveksler og tilsette en syrekatalysator i form av svovelsyre som skal være med på å øke hastighetene på prosessen. Etter dette er fettene klart for selve hydrolyseprosessen og går inn i den kontinuerlige motstrøms autoklaven. Reaktoren er 15 meter høy og holder trykket på 4,137 MPa og er designet slik at fødingen av fett er i bunnen og fødingen av vann er i toppen. Vannet som benyttes holder også 244 °C. Her kommer fettene i kontakt med vannet samtidig som det beveger seg oppover kolonnen. På den måten gjøres triglyseridene og vannet om til frie fettsyrer og glyserol. De frie fettsyrene fortsetter opp i kolonnen og ut i toppen og glyserolen går ut i bunn. Denne formen for hydrolyse bruker omtrent 1 time og hydrolyserer opptil 99% av fettene.

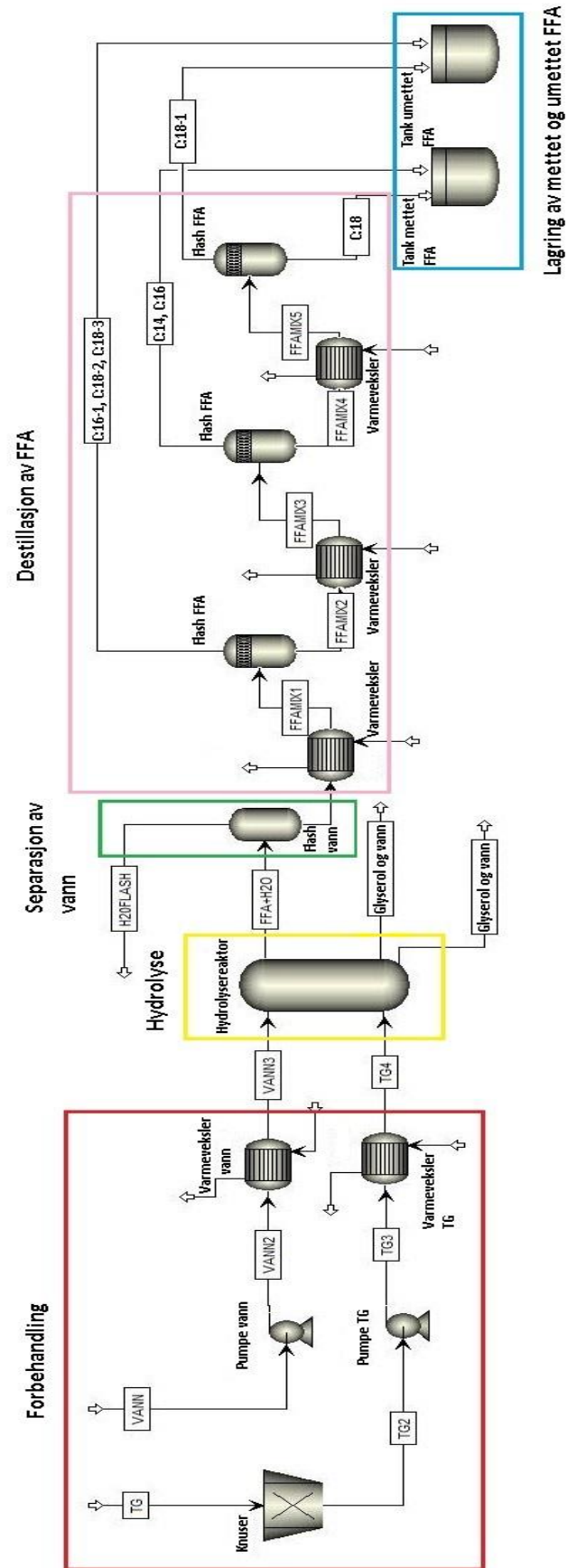
Etter hydrolysen er over inneholder fettsyrene, som fremdeles har en temperatur på 244°C, 11% vann. For å separere ut dette avkjøles det i en flash destillasjon ved atmosfærisk trykk og 100°C. På den måten fordampes vannet og forlater fettsyrene i toppen av flashtanken og man står igjen med kun rene fettsyrer.

Videre er målet å separere de umettede fettsyrene fra de mettede fettsyrene. Dette gjøres ved å flash destillere dem over 3 steg der man tar hensyn til kokepunktene til de ulike fettsyrene. De tre fettsyrene med lavest kokepunkt er C:16-1, C:18-2 og C:18-3. Alle 3 er umettede fettsyrer og kan derfor flash-destilleres ut sammen. Av disse er det fettsyren C:16-1 som har det høyeste kokepunktet på 181°C ved atmosfærisk trykk så dette settes derfor som temperaturen i flashtanken. På den måten fordampes disse 3 fettsyrene og går ut i toppen som destillat og resten av fettsyrene går ut som bunnprodukt. Fettsyrene som nå har lavest kokepunkt

er de mettede fettsyrene C:14 og C:16, der C:16 har det høyeste kokepunktet av disse to på 351 °C. 351 °C blir dermed temperaturen for flash destilleringen der fettsyrene C:14 og C:16 går ut som destillat og de resterende fettsyrene går videre i prosessen som bunnprodukt.

I den siste flash-destillasjonen er det kun 2 gjenstående fettsyrer, C:18 og C:18-1. Av disse er det den umettede fettsyren, C:18-1, som har det laveste kokepunktet på 360 °C og dette settes derfor til temperaturen i den siste flash-destillasjonen. Dermed fordamper C:18-1 og går ut som destillat og C:18 går ut som bunnproduktet.

Når alle fettsyrene har blitt separert lagres de umettede og mettede fettsyrene på hver sin tank.



Figur 4.1: Skjematiske prosessbeskrivelse

## 5 Masse- og energibalanse

I dette kapitlet blir det sett nærmere et anlegget der masse- og energibalanse av de viktigste komponentene blir gjort. Anlegget skal kunne bearbeide 3 400 kg fett fra slaktedyr i timen, noe som utgjør opp mot 30 000 tonn i året slik at man står igjen med et sluttprodukt som består av mettede og umettede fettsyrer som er separert fra hverandre. I tillegg til antagelsene som er gjort på de enkelte komponentene antas det at

- Det er ingen trykktap i rørene.
- Det er ingen varmetap i rørene.
- Mengden av katalysatoren som tilføres er såpass liten at den ikke tas med i massebalansen.

Fettsyresammensetningen er basert på tallene fra vedlegg A. Ettersom andel av noen fettsyrer er såpass lav, er det kun 92 % av fettsyresammensetning som er oppgitt. På bakgrunn av dette er sammensetningen justert slik at de 92 % utgjør 100 % av sammensetningen som vist i Tabell 5.1

Tabell 5.1: Fettsyresammensetning.

| Sammensetning i %              |      |
|--------------------------------|------|
| <b>Myrisinsyre, C:14</b>       | 2,2  |
| <b>Palmitinsyre, C:16</b>      | 23,9 |
| <b>Palmitoleinsyre, C:16-1</b> | 2,3  |
| <b>Stearinsyre, C:18</b>       | 21,5 |
| <b>Oljesyre, C:18-1</b>        | 43,6 |
| <b>Linolsyre, C:18-2</b>       | 5,5  |
| <b>Linolensyre, C:18-3</b>     | 1,0  |

### 5.1 Massebalanser

For å enkelt kunne ha oversikt over strømmingen gjennom anlegget følger dette delkapitlet massestrømmen gjennom de utvalgte komponentene.

#### 5.1.1 Pumper

##### TG

Som nevnt innledningsvis av kapitlet skal anlegget ha kapasitet til å prosessere 3 400 kg TG i timen. Dette gir en massestrøm for pumping av TG som gitt i Tabell 5.2.

Tabell 5.2: Massebalanse for pumping av fett.

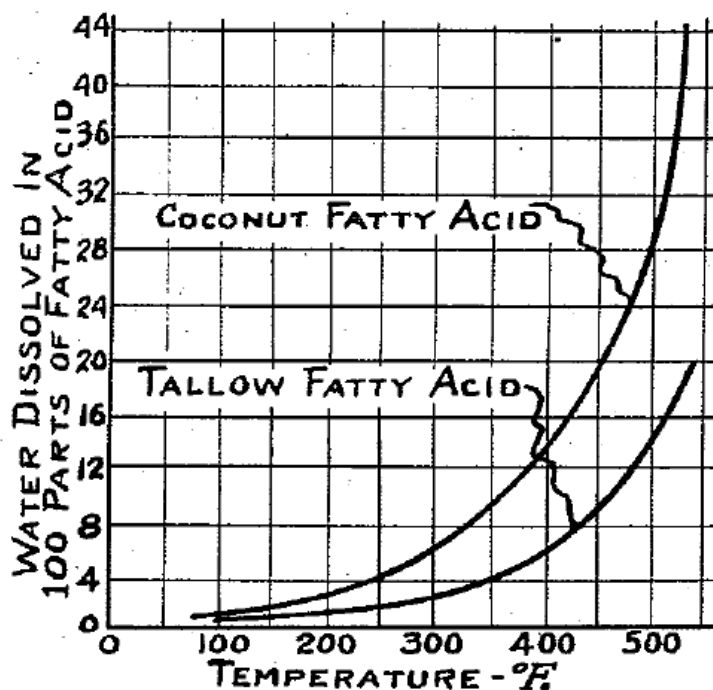
|                  | Inn [kg/t] | Ut [kg/t] |
|------------------|------------|-----------|
| $\dot{m}_{flow}$ | 3 400      | 3 400     |

### Hydrolysevann

For at hydrolyseprosessen skal være gjennomførbar må andelen vann som må tilføres beregnes i henhold til formel (5.1) [16].

$$W = SY + \frac{54X}{92} + \frac{X}{G} - X \quad (5.1)$$

Der W representer andelen vann i pund per 100 pund fett som tilføres, S er hvor mange pund vann som er løselig i 100 pund vann, dette kan leses av i Figur 5.1. Y er andelen fettsyrer som er vannløselig, X er hvor mange pund som er frigjort av i 100 pund fett, G er andelen glyserol i 1 pund med vann, som kan variere mellom 0,2 og 0,5. 54 representer molekylvekten til tre vannmolekyler og 92 representerer molekylvekten til glyserin.



Figur 5.1: Andel vann løselig i forhold til temperatur [16].

Ved formel (5.1) kan man finne at andelen vann må være 26% av vekten til fett. Dermed blir massebalansen gjennom pumpen som vist i Tabell 5.3.

Tabell 5.3: Massestrøm ved pumping av hydrolysevann.

|                  | Inn [kg/t] | Ut [kg/t] |
|------------------|------------|-----------|
| $\dot{m}_{flow}$ | 884        | 884       |

### 5.1.2 Varmeveksler

#### TG

En viktig del av massebalansen for en varmeveksler er å vite hvor mye vann man må benytte seg av for å øke temperaturen av fett.

For å finne massestrømmen,  $\dot{m}$ , til vannet som skal varme fett brukes formel (5.2) [14].

$$\dot{m} = \frac{\dot{Q}}{C_p \Delta T_{lm}} \quad (5.2)$$

Der  $\dot{Q}$  er varmeoverføringen,  $C_p$  er varmekapasiteten til vannet og  $\Delta T_{lm}$  er den logaritmiske gjennomsnittstemperaturdifferansen. Beregningen av  $\dot{Q}$  blir gjort i delkapittel 5.2.1. Formel (5.3) viser hvordan man finner  $\Delta T_{lm}$  [14].

$$\Delta T_{lm} = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln(\Delta T_1 / \Delta T_2)} \quad (5.3)$$

Der  $\Delta T_1$  er temperaturforskjellen til de to væskene på den varme siden og  $\Delta T_2$  er temperaturforskjellen til de to væskene på den kalde siden.

Siden massestrømmen til fett er kjent kan man med formel (5.2) finne varmeoverføringen for så deretter bruke samme formel for å finne massestrømmen til oppvarmingsvannet som er gitt i Tabell 5.4.

Tabell 5.4: Massebalanse for varmeveksler fett.

|                  | Inn [kg/t]   | Ut [kg/t]    |
|------------------|--------------|--------------|
| $\dot{m}_{fett}$ | 3 400        | 3 400        |
| $\dot{m}_{vann}$ | 382          | 382          |
| <b>Total</b>     | <b>3 782</b> | <b>3 782</b> |

#### Hydrolysevann

Ved å bruke samme fremgangsmåte som fett bare man bruke formel (5.2) og (5.3) til å komme frem til massebalansen for varmeveksleren. Resultatet av beregningene er gitt i Tabell 5.5.



Tabell 5.5: Massebalanse for varmeveksler hydrolysevann.

|                           | Inn [kg/t]   | Ut [kg/t]    |
|---------------------------|--------------|--------------|
| $\dot{m}_{hydrolysevann}$ | 884          | 884          |
| $\dot{m}_{vann}$          | 1 734        | 1 734        |
| <b>Total</b>              | <b>2 618</b> | <b>2 618</b> |

### 5.1.3 Hydrolysereaktor

For hydrolyseprosessen er følgende antagelser gjort:

- Adiabatisk
- Ingen trykktap
- «Steady state»
- Konstant masse og tetthet

I hydrolysereaktoren holdes trykket på 4, 137 MPa og temperaturen på 244 °C samtidig som fødingen av fett og vann kommer henholdsvis i bunnen og toppen. Fettet beveger seg oppover kolonnen og møter vannet som beveger seg nedover. Når disse møtes splittes glyserol og fettsyrer fra hverandre slik at fettsyrene forsvinner ut i toppen og glyserolen går ut i bunnen. Siden prosessen aldri oppnår likevekt mellom fett og vann vil det si at noe vann blandes og går ut med glyserolen og noe går ut med fettsyrene [16].

Reaktoren er 15,2 meter høy og har en diameter på 0,8 meter og såpass godt isolert at den ikke avgir varme til omgivelsene [16].

Massebalansen til anlegget tar utgangspunkt i at hydrolysereaktoren har kapasitet til å prosessere 3 400 kg/t. Ut i fra dette ble massestrømmen til vannet beregnet med formel (5.1) [16].

Forsøk under disse betingelsene nevnt ovenfor viser at 99 % av fett som introduseres i reaktoren blir hydrolysert og at FFA som går ut i toppen av reaktoren inneholder 11 % vann [16]. Det er også kjent 10 % av vekten til triglyseridene består av glyserol [3]. Ut ifra dette er det mulig å beregne massestrømmene til hydrolysereaktoren som er fremstilt i Tabell 5.6.

Tabell 5.6: Massebalanse hydrolyse.

|                               | Inn [kg/h]   | Ut [kg/h]    |
|-------------------------------|--------------|--------------|
| $\dot{m}_{fett}$              | 3 400        | -            |
| $\dot{m}_{vann}$              | 884          | -            |
| $\dot{m}_{FFA}$               | -            | 3 029,4      |
| $\dot{m}_{glyserol}$          | -            | 336,6        |
| $\dot{m}_{vann\ i\ FFA}$      | -            | 374,4        |
| $\dot{m}_{vann\ i\ glyserol}$ | -            | 509,6        |
| $\dot{m}_{uhydrolysert}$      | -            | 34           |
| <b>Total</b>                  | <b>4 284</b> | <b>4 284</b> |

Tar man utgangspunkt i massestrømmen til fettsyrene og sammensetning i Tabell 5.1 kan man finne massestrømmen til de ulike fettsyrene som er gitt i Tabell 5.7.

Tabell 5.7: Massestrøm av fettsyrer.

|                                | Massestrøm [kg/t] |
|--------------------------------|-------------------|
| <b>Myrisinsyre, C:14</b>       | 65,9              |
| <b>Palmitinsyre, C:16</b>      | 724,4             |
| <b>Palmitoleinsyre, C:16-1</b> | 69,1              |
| <b>Stearinsyre, C:18</b>       | 652,0             |
| <b>Oljesyre, C:18-1</b>        | 1 320,4           |
| <b>Linolsyre, C:18-2</b>       | 167,9             |
| <b>Linolensyre, C:18-3</b>     | 29,7              |
| <b>Total</b>                   | <b>3 029,4</b>    |

#### 5.1.4 Flashdestillering av vann og FFA

Ved flashdestillering av fettsyrer som er blandet sammen med vann, går alt vannet ut som destillat når det fordampes ved 100 °C under atmosfærisk trykk, samtidig som fettsyrene går ut som bunnprodukt.

Siden massestrømmen av vann og fettsyrer inn i flashtanken er kjent fra hydrolysen blir massebalansen som vist i Tabell 5.8. For å finne energibalansen er det også viktig å vite molstrømmen til fettsyrene som beregnes ut ifra deres molare masse og massestrømmen til hver enkelt fettsyre.

Tabell 5.8: Massebalanse for destillering av vann og fettsyrer.

|                      | Inn [kg/t] | Inn [mol/t] | Ut [kg/t] | Ut [mol/t] |
|----------------------|------------|-------------|-----------|------------|
| $\dot{m}_{FFA+vann}$ | 3 403,8    | 32          | -         | -          |
| $\dot{m}_{FFA}$      | -          | -           | 3 029,4   | 11         |
| $\dot{m}_{vann}$     | -          | -           | 374,4     | 21         |
| <b>Total</b>         | 3 403,8    | 32          | 3 403,8   | 32         |

### 5.1.5 Flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3

Siden palmitoleinsyre, linolsyre og linolensyre er umettede og har lavest kokepunkt destilleres disse ut i første trinn.

Flashdestilleringen skjer på 181 °C under atmosfærisk trykk og det antas at 100 % av de ønskede fettsyrene fordampes, og går ut som destillat samtidig som resten går videre som bunnprodukt.

Massestrømmene til de enkelte fettsyrene er kjent fra Tabell 5.7. Dette gir massebalansen som vist i Tabell 5.9.

Tabell 5.9: Massebalanse for destillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.

|                                | Inn [kg/t] | Inn [mol/t] | Ut [kg/t] | Ut [mol/t] |
|--------------------------------|------------|-------------|-----------|------------|
| $\dot{m}_{FFA, f\ddot{o}ding}$ | 3 029,4    | 11          | -         | -          |
| $\dot{m}_{Destillat}$          | -          | -           | 266,7     | 1          |
| $\dot{m}_{Bunnprodukt}$        | -          | -           | 2 762,7   | 10         |
| $\dot{m}_{Total}$              | 3 029,4    | 11          | 3 029,4   | 11         |

### 5.1.6 Flashdestillering av C:14 og C:16

I andre destillasjonstrinn for fettsyrene er det de mettede fettsyrene myrisinsyre og palmitinsyre som har lavest kokepunkt og skal destilleres ut.

Fettsyrene destilleres på 352 °C ved atmosfærisk trykk der 100 % av myrisinsyrene og palmitinsyrene går ut som destillat og de resterende fettsyrene går ut som bunnprodukt. Fettsyrene sine massestrømmer er kjent fra Tabell 5.7 og man kan finne beregne massebalanse som er gitt i Tabell 5.10.

Tabell 5.10: Massebalanse for destillering av C:14 og C:16

|                                | Inn [kg/t] | Inn [mol/t] | Ut [kg/t] | Ut [mol/t] |
|--------------------------------|------------|-------------|-----------|------------|
| $\dot{m}_{FFA, f\ddot{o}ding}$ | 2 762,7    | 10          | -         | -          |
| $\dot{m}_{Destillat}$          | -          | -           | 790,3     | 3          |
| $\dot{m}_{Bunnprodukt}$        | -          | -           | 1 972,4   | 7          |
| $\dot{m}_{Total}$              | 2 762,7    | 10          | 2 762,7   | 10         |

### 5.1.7 Flashdestillering av C:18-1

I tredje og siste destillasjonstrinn for fettsyrene er det oljesyren som har det laveste kokepunktet og som skal destilleres ut.

Temperaturen i flashtanken er satt til 360 °C ved atmosfærisk trykk og 100 % av oljesyren går ut som destillat og den resterende stearinsyren går ut som bunnprodukt. Massebalansen i Tabell 5.11 er beregnet ut i fra fettsyrene sine massestrømmer som er gitt i Tabell 5.7.

Tabell 5.11: Massebalanse for destillering av C:18-1

|                                | Inn [kg/t] | Inn [mol/t] | Ut [kg/t] | Ut [mol/t] |
|--------------------------------|------------|-------------|-----------|------------|
| $\dot{m}_{FFA, f\ddot{o}ding}$ | 1 972,4    | 7           | -         | -          |
| $\dot{m}_{Destillat}$          | -          | -           | 1 320,4   | 5          |
| $\dot{m}_{Bunnprodukt}$        | -          | -           | 652,0     | 2          |
| $\dot{m}_{Total}$              | 1 972,4    | 7           | 1 972,4   | 7          |

### 5.1.8 Varmeveksler for oppvarming av FFA

Massestrømmen av FFA er kjent fra Tabell 5.9, Tabell 5.10 og Tabell 5.11. For å finne massestrømmen til vannet som varmer opp fettsyrene benyttes formel (5.2). Dette gir massebalansene til de tre varmevekslerene som er gitt i Tabell 5.12, Tabell 5.13 og Tabell 5.14.

Tabell 5.12: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3

|                  | Inn [kg/t]     | Ut [kg/t]      |
|------------------|----------------|----------------|
| $\dot{m}_{FFA}$  | 3 029,4        | 3 029,4        |
| $\dot{m}_{vann}$ | 1 105,0        | 1 105,0        |
| <b>Total</b>     | <b>4 134,4</b> | <b>4 134,4</b> |

Tabell 5.13: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16

|                  | Inn [kg/t]     | Ut [kg/t]      |
|------------------|----------------|----------------|
| $\dot{m}_{FFA}$  | 2 767,7        | 2 767,7        |
| $\dot{m}_{vann}$ | 1 634,9        | 1 634,9        |
| <b>Total</b>     | <b>4 402,6</b> | <b>4 402,6</b> |

Tabell 5.14: Massebalanse for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1

|                  | Inn [kg/t]     | Ut [kg/t]      |
|------------------|----------------|----------------|
| $\dot{m}_{FFA}$  | 1 972,4        | 1 972,4        |
| $\dot{m}_{vann}$ | 312,0          | 312,0          |
| <b>Total</b>     | <b>2 284,4</b> | <b>2 284,4</b> |

## 5.2 Energibalanse

### 5.2.1 Pumper

For å øke trykket til råstoffet benyttes pumper. Dette gjelder for både vannet som skal brukes i hydrolysen og fett. For pumpene er følgende antagelser gjort:

- «Steady state»
- Adiabatisk
- Vann og fett er inkompressible væsker

Viktige parametere og verdier for pumpene er oppført i Tabell 5.15

Tabell 5.15: Verdier og parametere for beregning av masse- og energibalanse for pumpene.

|   | Benevning         | Verdi |
|---|-------------------|-------|
| <b>Tetthet for fett, <math>\rho_{fett}</math> [6]</b> | kg/m <sup>3</sup> | 876   |
| <b>Tetthet vann, <math>\rho_{vann}</math> [26]</b>    | kg/m <sup>3</sup> | 997   |
| <b>Virkningsgrad pumpe, <math>\eta_p</math></b>       | %                 | 70    |
| <b>Trykk inn, <math>p_{inn}</math></b>                | kPa               | 101   |
| <b>Trykk ut, <math>p_{ut}</math></b>                  | kPa               | 4 164 |

Effekten, P, til pumpen kan man beregne ut i fra formel (5.4) [13].

$$P = \frac{\Delta p \dot{Q}}{\eta_p} \quad (5.4)$$

Der  $\Delta p$  er trykkdifferanse før og etter pumpen,  $\dot{Q}$  er volumstrømmingen og  $\eta_p$  er virkningsgraden til pumpen. Volumstrømmen beregnes med formel (5.5).

$$\dot{Q} = \frac{\dot{m}}{\rho} \quad (5.5)$$

Dermed blir effekten til pumpene som oppgitt i Tabell 5.16.

Tabell 5.16: Effektforbruk pumpe.

|                      | Effekt [kW] |
|----------------------|-------------|
| <b>Fett</b>          | 6,22        |
| <b>Hydrolysevann</b> | 1,47        |

Det totale årlige energiforbruket til pumpene er gitt i Tabell 5.17.

Tabell 5.17: Årlig energiforbruk pumper.

|                          | Energiforbruk [MWh] |
|--------------------------|---------------------|
| <b>Årlig pumpeenergi</b> | 67,5                |

### 5.2.2 Varveksler

Før fett og vannet går inn i hydrolysereaktoren skal temperaturen på begge råmaterialene økes til 244 °C. Dette skjer ved å bruke varmevekslere. Følgende antagelser har blitt gjort for varmevekslerene:

- Steady state.
- Prosessen er isobar.
- Det utveksles ingen varme med omgivelsene.
- Termodynamiske egenskaper som U-verdiene og varmekapasiteten er konstant gjennom hele prosessen.

Viktige verdier for beregningene er satt opp i Tabell 5.18.

Tabell 5.18: Viktige verdier og parametere for beregninger masse- og energibalanse av varmevekslere.

|  | Benevning     | Verdi       |
|--|---------------|-------------|
| <b>Varmekapasitet vann, <math>C_{p,vann}</math> [27]</b> | <b>kJ/kgK</b> | <b>5,65</b> |
| <b>Temperatur inn fett</b>                               | <b>°C</b>     | <b>40</b>   |
| <b>Temperatur ut fett</b>                                | <b>°C</b>     | <b>244</b>  |
| <b>Temperatur inn hydrolysevann</b>                      | <b>°C</b>     | <b>25</b>   |
| <b>Temperatur ut hydrolysevann</b>                       | <b>°C</b>     | <b>244</b>  |
| <b>Oppvarmingsvann fett inn</b>                          | <b>°C</b>     | <b>340</b>  |
| <b>Oppvarmingsvann fett ut</b>                           | <b>°C</b>     | <b>250</b>  |
| <b>Oppvarmingsvann hydrolysevann inn</b>                 | <b>°C</b>     | <b>320</b>  |
| <b>Oppvarmingsvann hydrolysevann ut</b>                  | <b>°C</b>     | <b>250</b>  |

Varmeoverføringen,  $Q$ , til både hydrolysevannet og fettene kan beregnes ved å gjøre om formel (5.2) slik at man får formel (5.6) [14].

$$\dot{Q} = \dot{m}C_{p,fett}\Delta T_{lm} \quad (5.6)$$

For å finne den må man finne varmekapasiteten til fett,  $C_{p,fett}$  brukes formel (5.7) [28].

$$C_{p,fett} = 2,172 + 0,0022(T - 80) + 0,0104(C - 18) - 0,566B \quad (5.7)$$

Der  $T$  gjennomsnittstemperaturen til fett under oppvarming,  $C$  er gjennomsnittet av antall karbonatomer i fettsyrene og  $B$  er gjennomsnittet av antall dobbeltbindinger i fettsyrene. Beregningene av  $C$  og  $B$  tar utgangspunkt i fettsyresammensetningen i Tabell 5.1. Den beregnede varmekapasiteten kan man finne i Tabell 5.19.

Tabell 5.19: Beregnet varmekapasitet for fett.

|                                | Varmekapasitet [kJ/kgK] |
|--------------------------------|-------------------------|
| <b><math>C_{p,fett}</math></b> | <b>2,3</b>              |

De beregnede varmeoverføringen til varmevekslerene er gitt i Tabell 5.20.

Tabell 5.20: Varmeoverføring i varmevekslere.

|                                       | Benevning | Verdi        |
|---------------------------------------|-----------|--------------|
| <b><math>Q_{fett}</math></b>          | <b>kW</b> | <b>312,0</b> |
| <b><math>Q_{hydrolysevann}</math></b> | <b>kW</b> | <b>190,5</b> |

### 5.2.3 Flashdestillering av vann og fettsyrer

Før man kan skille fettsyrene fra hverandre er man først nødt til å separere ut vannet som fulgte med under hydrolysen. Dette gjøres ved en flashdestillasjon.

For energiberegninger i flashdestillasjonen er følgende antagelser gjort

- «Steady state»
- Konstant varmekapasitet
- Irreversibel prosess

Viktige parametere og verdier for utregning masse- og energibalanse av flashdestillasjonen er gitt i Tabell 5.21.

Tabell 5.21: Parametere og verdier for beregninger i flashdestillasjon.

|   | Benevning | Verdi   |
|---|-----------|---------|
| <b>Vannets molare masse, <math>M_{\text{vann}}</math> [26]</b>      | [kg/kmol] | 18,015  |
| <b>Molar masse C:14 [29]</b>  | [kg/kmol] | 228,371 |
| <b>Molar masse C:16 [29]</b>  | [kg/kmol] | 256,424 |
| <b>Molar masse C:16-1 [29]</b>                                      | [kg/kmol] | 254,408 |
| <b>Molar masse C:18 [29]</b>  | [kg/kmol] | 284,478 |
| <b>Molar masse C:18-1 [29]</b>                                      | [kg/kmol] | 282,462 |
| <b>Molar masse C:18-2 [29]</b>                                      | [kg/kmol] | 280,446 |
| <b>Molar masse C:18-3 [29]</b>                                      | [kg/kmol] | 278,43  |
| <b>Temperatur i flashtank, T</b>                                    | °C        | 100     |
| <b>Referansetemperatur, <math>T_{\text{ref}}</math></b>             | °C        | 244     |
| <b>Trykk i tank</b>   | Atm       | 1       |
| <b>Ideell gasskonstant, R [26]</b>                                  | J/molK    | 8,314   |
| <b>Varmekapasitet for vann, <math>C_{p,\text{vann}}</math></b>      | kJ/kmolK  | 75,3    |
| <b>Fordampningsentalpi vann, <math>\Delta H_{\text{vap}}</math></b> | kJ/kmol   | 40 660  |

For energibalansen i flashdestillasjonen er det entalpien som er interessant å se nærmere på. Det er den som forteller hvor mye energi som frigis når vannet fordampes ut av prosessen. For å beregne entalpien,  $\Delta h$ , i energi per time benyttes formel (5.8).

$$\Delta h = \frac{DH_D + BH_B}{\dot{m}_{\text{inn}}} \quad (5.8)$$



Der  $D$  er molstrømmen til destillatet,  $H_D$  er entalpien til destillatet,  $B$  er molstrømmen til bunnproduktet,  $H_B$  er entalpien til bunnproduktet og  $\dot{m}_{inn}$  er massestrømmen inn i flashtanken.  $B$  og  $D$  er gitt i Tabell 5.8.

Entalpien til destillatet kan beregnes ut fra formel (5.9)

$$H_D = f_D C_{p,D} (T - T_{ref}) + f_D \Delta H_{vap,D} \quad (5.9)$$

Der  $f_D$  er molfraksjonen til destillatet,  $C_{p,D}$  er destillatets varmekapasitet,  $T$  er flashtankens temperatur,  $T_{ref}$  er referansetemperaturen og  $\Delta h_{vap,D}$  er destillatets fordampningsentalpi.

Bunnproduktets entalpi kan beregnes ut ifra formel(5.10).

$$H_B = f_B C_{p,B} (T - T_{ref}) \quad (5.10)$$

Der  $f_B$  er molfraksjonen til bunnproduktet og  $C_{p,B}$  er varmekapasiteten til bunnproduktet. Molfraksjonene kan beregnes ut ifra Tabell 5.8.

Vannets varmekapasitet er gitt i Tabell 5.21, men varmekapasiteten til fettsyrene,  $C_{p,FFA}$ , varierer avhengig av fettsyresamlingen. For å beregne denne benyttes formel

(5.11) [30].

$$C_{p,FFA} = 1,45R + \frac{0,45}{1 - T_r} R \quad (5.11)$$

$$+ 0,25\omega \left( 17,11 + \frac{25,2(1 - T_r)^{1/3}}{T_r} + \frac{1,742}{1 - T_r} \right) + C_p^*$$

Der  $R$  er den ideelle gasskonstanten,  $T_r$  er den reproduserte temperaturen,  $\omega$  er den asentriske faktoren og  $C_p^*$  er varmekapasiteten for fettsyrene som idealgass.

For en blanding av fettsyrer er  $T_r$  beregnet ut ifra formel (5.12)

$$T_r = T/T_{C,mix} \quad (5.12)$$

For å finne  $T_{C,mix}$ ,  $\omega$  og  $C_p^*$  benyttes formel (5.13), (5.14) og (5.15).

$$T_{C,mix} = \sum x_i T_{C,i} \quad (5.13)$$

$$\omega = \sum x_i \omega_i \quad (5.14)$$

$$C_p^* = \sum x_i C_{p,i}^* \quad (5.15)$$

Der  $x_i$  er molfraksjonen,  $T_{C,i}$  er den kritiske temperaturen,  $\omega_i$  er den asentriske faktoren til de aktuelle fettsyrene. De kritiske temperaturene og asentriske faktorene er oppført i Tabell 5.22.

Tabell 5.22: Kristisk temperatur og asentrisk faktor for fettsyrer [30]

| Fettsyretype                   | Kritisk temperatur, $T_c$<br>[K] | Asentrisk faktor, $\omega$ |
|--------------------------------|----------------------------------|----------------------------|
| <b>Myrisinsyre, C:14</b>       | 779,07                           | 0,9760                     |
| <b>Palmitinsyre, C:16</b>      | 799,88                           | 1,1087                     |
| <b>Palmitoleinsyre, C:16-1</b> | 800,34                           | 1,0524                     |
| <b>Stearinsyre, C:18</b>       | 819,00                           | 1,2369                     |
| <b>Oljesyre, C:18-1</b>        | 819,14                           | 1,1850                     |
| <b>Linolsyre, C:18-2</b>       | 819,82                           | 1,1294                     |
| <b>Linolensyre, C:18-3</b>     | 820,23                           | 1,0724                     |

Beregningen av  $C_p^*$  skjer ved å bruke formel (5.16) [31]

$$C_p^* = a + bT + cT^2 + dT^3 \quad (5.16)$$

Der a, b, c og d er karakteristiske verdier avhengig av hvordan sammensetningen er bygd opp. Disse er oppgitt i vedlegg C med de aktuelle verdiene markert. Det er viktig å merke seg av formel (5.16) gir en løsning i cal/molK.

Varmekapasiteten til fettsyrene og entalpien til destillatet og bunnproduktet er gitt i Tabell 5.23.

Tabell 5.23: Beregnet varmekapasitet for fettsyrene og entalpi for destillat og bunnprodukt.

|   | Benevning | Verdi   |
|---|-----------|---------|
| <b>Varmekapasitet, <math>C_{p,FFA}</math></b> | kJ/molK   | 223,02  |
| <b>Entalpi destillat, <math>H_D</math></b>    | kJ/kmol   | 19480   |
| <b>Entalpi bunnprodukt, <math>H_B</math></b>  | kJ/kmol   | -11 133 |

Entalpien for flashdestillasjonen beregnes av formel (5.8) og gitt i Tabell 5.24.

Tabell 5.24: Entalpi flash destillering av vann

|                              | Entalpi [kJ/kg] |
|------------------------------|-----------------|
| <b><math>\Delta h</math></b> | 82,9            |

Den årlige entalpien er gitt i Tabell 5.25.

Tabell 5.25: Entalpi for flashdestillering av vann i energi per år

|                              | Entalpi [GJ] |
|------------------------------|--------------|
| <b><math>\Delta H</math></b> | 2 471,9      |

### 5.2.4 Flash destillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3

Separeringen av mettede og umettede fettsyrer skjer ved flashdestillering over tre trinn. Flashdestillasjonene er avhengig av kokepunktene til de ulike fettsyrene, derfor varmes fettsyrene før vært enkelt trinn til den ønskede temperaturen med en varmeveksler.

For flashdestillasjonen er følgende antagelser gjort:

- «Steady state»
- Konstant varmekapasitet
- Irreversibel prosess

Viktige verdier og parametere for flashdestillasjon av fettsyrer er gitt i Tabell 5.26.

Tabell 5.26: Kokepunkt og fordampningsentalpi for fettsyrer. 1) Referanser for fordampningsentalpi C:14 [32], C:16 [33], C:16-1 [34], C18 [35], C:18-1 [36], C:18-2 [37] og C:18-3 [38]

|                                | Kokepunkt [°C] [39] | Fordampningsentalpi<br>1) [kJ/mol] |
|--------------------------------|---------------------|------------------------------------|
| <b>Myrisinsyre, C:14</b>       | 326,2               | 70,18                              |
| <b>Palmitinsyre, C:16</b>      | 351,5               | 74,64                              |
| <b>Palmitoleinsyre, C:16-1</b> | 181,0               | 74,59                              |
| <b>Stearinsyre, C:18</b>       | 376,1               | 79,09                              |
| <b>Oljesyre, C:18-1</b>        | 360,0               | 79,05                              |
| <b>Linolsyre, C:18-2</b>       | 179,0               | 79,00                              |
| <b>Linolensyre, C:18-3</b>     | 137,0               | 78,96                              |

Nye verdier for fettsyrene i destillat og bunnprodukt beregnes på samme måte som i delkapittel 5.2.3 og er gitt i Tabell 5.27.

Tabell 5.27: Parametere for destillat og bunnprodukt for beregning av masse- og energibalanse.

|   | Benevning | Verdi |
|---|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet destillat, <math>C_{p,D}</math></b>   | kJ/kmolK  | 207,7 |
| <b>Varmekapasitet bunnprodukt, <math>C_{p,B}</math></b> | kJ/kmolK  | 263,5 |
| <b>Temperatur i flashtank, T</b>                        | °C        | 181   |
| $C_{p,D}^*$   | kJ/kmolK  | 52,5  |
| $C_{p,B}^*$   | kJ/kmolK  | 52,5  |
| <b>P</b>  | Atm       | 1     |
| <b><math>T_{r,D}</math></b>                             |           | 0,56  |
| <b><math>T_{r,B}</math></b>                             |           | 0,56  |
| <b><math>\omega_D</math></b>                            |           | 1,7   |
| <b><math>\omega_B</math></b>                            |           | 1,2   |

Som i delkapittel 5.2.3 beregnes entalpien for destillatet og bunnproduktet med formel (5.9) og (5.10) som er gitt i Tabell 5.28.

Tabell 5.28: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon fettsyrene C:16-1, C:18-2 og C:18-3

|  | Entalpi [kJ/kmol] |
|--|-------------------|
| <b>Entalpi destillat, <math>H_D</math></b>   | 7,0               |
| <b>Entalpi bunnprodukt, <math>H_B</math></b> | 0                 |

Med formel (5.8) og verdiene i Tabell 5.9 og Tabell 5.28 kan man finne entalpien til flashdestilleringen av C:16-1, C:18-2 og C:18-3 som er gitt i Tabell 5.29.

Tabell 5.29: Entalpi for flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3

|                              | Entalpi [kJ/kg]    |
|------------------------------|--------------------|
| <b><math>\Delta h</math></b> | $7 \times 10^{-3}$ |

Den årlige entalpien er gitt i Tabell 5.30

Tabell 5.30: Entalpi for flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3 i energi per år.

|                              | Entalpi [GJ] |
|------------------------------|--------------|
| <b><math>\Delta H</math></b> | 0,2          |

### 5.2.5 Flash destillering av C:14 og C:16

For flash destillasjonen er følgende antagelser gjort

- «Steady state»
- Konstant varmekapasitet
- Irreversibel prosess

Ettersom sammensetningen av fettsyrer har forandret seg har nye kalkulasjoner blitt gjort etter samme fremgangsmåte som i delkapittel 5.2.3. Verdiene er satt opp i Tabell 5.31.

Tabell 5.31: Parametere for flashdestillasjon av C:14 og C:16.

|   | Benevning | Verdi |
|---|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet destillat, <math>C_{p,D}</math></b>   | kJ/kmolK  | 192,7 |
| <b>Varmekapasitet bunnprodukt, <math>C_{p,B}</math></b> | kJ/kmolK  | 202,1 |
| <b>Temperatur i flashtank, T</b>                        | °C        | 352   |
| $C_{p,D}^*$   | kJ/kmolK  | 62,1  |
| $C_{p,B}^*$   | kJ/kmolK  | 62,1  |
| <b>P</b>  | Atm       | 1     |
| $T_{r,D}$   |           | 0,78  |
| $T_{r,B}$   |           | 0,76  |
| $\omega_D$  |           | 1,1   |
| $\omega_B$  |           | 1,2   |

Etter samme fremgangsmåte som delkapittel 5.2.3 beregnes entalpien for destillatet og bunnproduktet etter formel (5.9 og (5.10. Dette gir entalpiene gitt i Tabell 5.32.

Tabell 5.32: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon av fettsyrene C:14 og C:16

|  | Entalpi [kJ/kmol] |
|--|-------------------|
| <b>Entalpi destillat, <math>H_D</math></b>   | 22,9              |
| <b>Entalpi bunnprodukt, <math>H_B</math></b> | 0                 |

Med formel (5.8) og samme fremgangsmåte som i kapittel 5.2.3 er det mulig å beregne entalpien som er gitt i Tabell 5.33.

Tabell 5.33: Entalpi for flashdestillering av fettsyrene C:14 og C:16.

|                              | Entalpi [kJ/kg]       |
|------------------------------|-----------------------|
| <b><math>\Delta h</math></b> | $25,8 \times 10^{-3}$ |

Den årlige entalpien er gitt i Tabell 5.34.

Tabell 5.34: Entalpi for flashdestillering av C:14 og C:16 i energi per år

| Entalpi [GJ] |     |
|--------------|-----|
| $\Delta H$   | 0,6 |

### 5.2.6 Flash destillering av C:18-1

Parameterne for fettsyrene i destillatet og bunnproduktene beregnes på nytt, etter samme fremgangsmåte som i delkapittel 5.2.3 og er gitt i Tabell 5.35.

Tabell 5.35: Parametere for flashdestillasjon av C:18-1.

|   | Benevning | Verdi |
|---|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet destillat, <math>C_{p,D}</math></b>   | kJ/kmolK  | 201,0 |
| <b>Varmekapasitet bunnprodukt, <math>C_{p,B}</math></b> | kJ/kmolK  | 201,0 |
| <b>Temperatur i flashtank, T</b>                        | °C        | 360   |
| $C_{p,D}^*$   | kJ/kmolK  | 62,4  |
| $C_{p,B}^*$   | kJ/kmolK  | 62,4  |
| <b>P</b>  | Atm       | 1     |
| $T_{r,D}$   |           | 0,77  |
| $T_{r,B}$   |           | 0,77  |
| $\omega_D$  |           | 1,2   |
| $\omega_B$  |           | 1,2   |

Entalpiene for destillat og bunnprodukt beregnes etter og samme fremgangsmåte som i kapittel 5.2.3. Formel (5.9) og (5.10) gir verdiene som oppført i Tabell 5.36.

Tabell 5.36: Beregnet entalpi for destillat og bunnprodukt for flashdestillasjon av fettsyren C:18-1.

| Entalpi [kJ/kmol]                            |      |
|--|------|
| <b>Entalpi destillat, <math>H_D</math></b>   | 35,6 |
| <b>Entalpi bunnprodukt, <math>H_B</math></b> | 0    |

Entalpien for flashdestillasjonen beregnes med formel (5.8) etter samme fremgangsmåte som i kapittel 5.2.3. Det gir verdien som er oppført i Tabell 5.37.

Tabell 5.37: Entalpi for flashdestillering av fettsyrene C:18-1.

| Entalpi [kJ/kg] |                       |
|-----------------|-----------------------|
| $\Delta h$      | $84,4 \times 10^{-3}$ |

Den årlige entalpien er gitt i Tabell 5.38.

Tabell 5.38: Entalpi for flashdestillering av C:18 i energi per år

| Entalpi [GJ] |     |
|--------------|-----|
| $\Delta H$   | 1,5 |

### 5.2.7 Varmeveksler for oppvarming av fettsyrer

Før fettsyrene kan flashdestilleres må de varmes opp til den riktige temperaturen slik at de ønskede fettsyrene fordampes. For å gjøre det benyttes varmevekslere. Dermed må det installeres tre varmevekslere, én før hver av flashdestillasjonene.

For varmevekslerene er følgende antagelser gjort:

- Steady state.
- Prosessen er isobar.
- Det utveksles ingen varme med omgivelsene.
- Termodynamiske egenskaper som U-verdiene og varmekapasiteten er konstant gjennom hele prosessen.

Viktige verdier og parametere til utregning av masse- og energibalanse for de tre varmevekslerene er oppført i Tabell 5.39, Tabell 5.40 og Tabell 5.41.

Tabell 5.39: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.

|  | Benevning | Verdi |
|--|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet vann, <math>C_{p,vann}</math> [27]</b> | kJ/kgK    | 4,18  |
| <b>Varmekapasitet fettsyrer, <math>C_{p,FFA}</math></b>  | kJ/kgK    | 0,75  |
| <b>Temperatur inn fettsyrer</b>                          | °C        | 100   |
| <b>Temperatur ut fettsyrer</b>                           | °C        | 181   |
| <b>Oppvarmingsvann inn</b>                               | °C        | 220   |
| <b>Oppvarmingsvann ut</b>                                | °C        | 190   |

Tabell 5.40: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16.

|  | Benevning | Verdi |
|--|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet vann, <math>C_{p,vann}</math> [27]</b> | kJ/kgK    | 4,18  |
| <b>Varmekapasitet fettsyrer, <math>C_{p,FFA}</math></b>  | kJ/kgK    | 0,72  |
| <b>Temperatur inn fettsyrer</b>                          | °C        | 181   |
| <b>Temperatur ut fettsyrer</b>                           | °C        | 352   |
| <b>Oppvarmingsvann fett inn</b>                          | °C        | 400   |
| <b>Oppvarmingsvann fett ut</b>                           | °C        | 370   |

Tabell 5.41: Parametere og verdier for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1.

|  | Benevning | Verdi |
|--|-----------|-------|
| <b>Varmekapasitet vann, <math>C_{p,vann}</math> [27]</b> | kJ/kgK    | 4,18  |
| <b>Varmekapasitet fettsyrer, <math>C_{p,FFA}</math></b>  | kJ/kgK    | 0,72  |
| <b>Temperatur inn fettsyrer</b>                          | °C        | 352   |
| <b>Temperatur ut fettsyrer</b>                           | °C        | 360   |
| <b>Oppvarmingsvann fett inn</b>                          | °C        | 400   |
| <b>Oppvarmingsvann fett ut</b>                           | °C        | 370   |

Varmekapasiteten til fettsyrene i Tabell 5.39, Tabell 5.40 og Tabell 5.41 er beregnet ut i fra formel 5.11.

Varmeoverføringen til varmevekslerene er beregnet ut i fra formel (5.6). Det gir verdiene oppført i Tabell 5.42, Tabell 5.43 og Tabell 5.44.

Tabell 5.42: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:16-1, C:18-2 og C:18-3.

|                              | Verdi [kW] |
|------------------------------|------------|
| <b><math>Q_{fett}</math></b> | 38,5       |

Tabell 5.43: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:14 og C:16.

|                              | Verdi [kW] |
|------------------------------|------------|
| <b><math>Q_{fett}</math></b> | 57,0       |

Tabell 5.44: Varmeoverføring for varmeveksler før flashdestillering av C:18-1.

|                              | Verdi [kW] |
|------------------------------|------------|
| <b><math>Q_{fett}</math></b> | 10,9       |



### 5.3 Avfallsvann

Hovedsakelig vil avfallsvannet for dette anlegget komme fra destillasjon av fettsyrene og videre rensing av glyserol. Vannet som brukes i varmevekslerene skal gå syklisk der det varmes opp av en boiler før det på nytt varmer opp TG, vann eller FFA.

Siden glyseroldelen av anlegget ikke er i fokus i denne oppgaven vil avfallsvannet kun bestå av vannet som separeres ut av flash tanken i delkapittel 5.2.3.

Andelen avfallsvann er gitt i Tabell 5.45.

Tabell 5.45: Massestrøm for avfallsvann

| Massestrøm [kg/t]  |       |
|--------------------|-------|
| <b>Avfallsvann</b> | 374,4 |

### 5.4 Total masse- og energibalanse

For å få en oversikt over den totale massebalansene dette illustrert skjematisk i Figur 5.2 der massestrømmene er markert med blått. I tillegg er totale massestrømmen til mettet og umettet FFA etter destillering er gitt i Tabell 5.46

Tabell 5.46: Total massestrøm av mettet og umettet FFA .

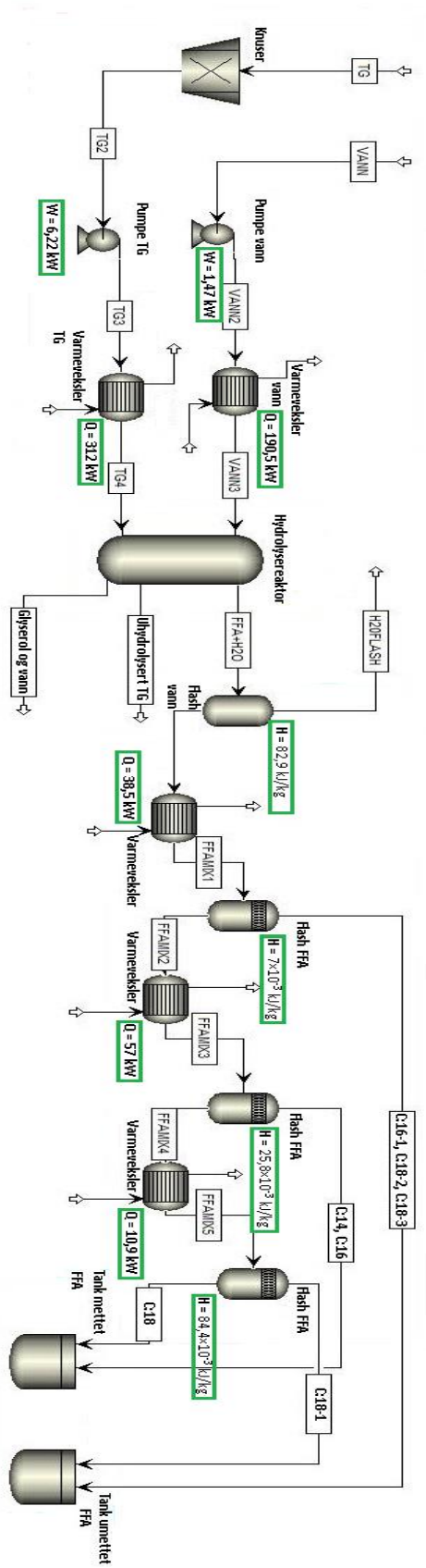
| Massestrøm [kg/t]  |         |
|--------------------|---------|
| <b>Mettet FFA</b>  | 1 442,3 |
| <b>Umettet FFA</b> | 1 587,1 |

Oversikten over energiforbruket til de ulike komponentene er illustrert skjematisk i Figur 5.3 der de ulike energiene er markert i grønt. Energiforbruket konverteres til MWh for å se på det årlige forbruket og er fremstilt i Tabell 5.47.

Tabell 5.47: Samlet energi for anlegg.

| Energiforbruk [MWh]                            |         |
|--|---------|
| <b>Total pumpearbeid, <math>W_{tot}</math></b> | 67,5    |
| <b>Varmevekslere</b>                           | 5 333,3 |
| <b>Total <math>\Delta H</math></b>             | 687,3   |





Figur 5.3: Skjematisk oversikt over energiforbruk.

## 6 Diskusjon

I oppgaven har det blitt presentert et forslag til et anlegg med et utvalg komponenter som skal omgjøre fett fra slaktedyr til fettsyrer. I tillegg har en beregning av masse- energibalanse blitt gjort, som kan brukes som grunnlag for et eventuelt pilotanlegg og muliggjør en fremtidig analyse av hvorvidt et slikt anlegg vil være økonomisk lønnsomt.

I industrielle anlegg som produserer fettsyrer er det vanlig å bruke enten kontinuerlig eller fraksjonert destillasjonsmetode. Disse anleggene produserer gjerne fettsyrer i en større skala og har derfor behov for metoder som kan destillere mye fettsyrer samtidig. Anlegget presentert i oppgaven vil produsere mindre frie fettsyrer og har derfor muligheten til å ta i bruk flash destillasjon som er en som er mindre energikrevende metode, i tillegg til at den ikke har noe vannforbruk.

Selv om en masse- og energibalanse har blitt gjort på anlegget er det nødvendig å vite at tallene er teoretiske og det vil alltid være forskjell mellom teori og praksis. Det er derfor viktig å huske på at mindre relevante ting som kinetisk og potensiell energi har blitt neglisjert samtidig som en «steady state» entalpibalanse kun er en tilnærming til en entalpibalanse i et virkelig anlegg. Det er også viktig å regne med at mer mekanisk effekt må tilføres på grunn av trykktap i rør, noe som vil føre til høyere pumpearbeid og flere pumper.

Beregningene for flash destillasjonene har også tatt utgangspunkt i at 100 % av fettsyrene vil fordampes og gå ut som destillat og resten fortsette som bunnprodukt. I praksis vil flyktig frie fettsyrer bære med seg frie fettsyrer som i teorien skulle gått ut som bunnprodukt.

I patentet som hydrolysereaktoren er basert på står det at den har en kapasitet på minst 3 400 kg/t. Det vil si at hvis anlegget kontinuerlig gjennom hele året vil den kunne prosessere opp mot 30 000 tonn fett hvert år. I realiteten vil det mest sannsynlig være dager anlegget må stoppes på grunn av mekaniske feil, menneskelige feil, vedlikehold, streik eller lignende. Siden kapasiteten er 3 400 kg/t vil det si at hvis man skulle få mer enn 30 000 tonn fett årlig har ikke reaktoren kapasitet til å ta mer og man må vurdere om det er verdt å gå til innkjøp av en ekstra reaktor og flere flash tanker.

Med tanke på alt utstyret, vil ikke anlegget ta opp alt for mye plass. Hydrolysereaktoren er 15 meter høy, så det er viktig med takhøyde, men den er kun 0,8 meter i diameter og vil derfor ikke ta opp mye gulvplass.

Siden hydrolyse er en kjemisk reaksjon vil vannmolekylene splittes for å dele opp triglyseridene. Det skal derfor i teorien være mindre vann som kommer ut med glyserolen. For å finne et bedre estimat av hvor mye vann som kommer ut med glyserolen kan

reaksjonsligningen (2.1) brukes. For denne oppgaven har det ingenting å si for resultatet videre, men hvis man ønsker å jobbe videre med rensing av glyserol vil andel vann ut med glyserolen være viktig for videre arbeid.

En ting som ikke er tatt med i energiregnskapet er transport av fettsyrer til anlegget. Transport av fett skjer ved tankbiler og energibruken deres er avhengig av hvor lang transporten er.

For å bruke avfallsvannet på en god måte kan dette resirkuleres slik at det pumpes inn i hydrolysereaktoren på nytt igjen.

Vannet som brukes i varmevekslerene går syklisk slik at etter det har mistet varme blir det varmet opp i en koker og pumpes videre for å varme opp råmaterialet, allikevel antas at energien i varmevekslerene går i null.

Et biokjemisk anlegg, som dette, drives under relativt lave temperaturer som i dette tilfellet ikke går høyere enn 360 °C. Energien som går ut med flashdestilleringene er hovedsakelig i form av varme, der denne spillvarmen kan utnyttes ved å tilføre noe av det tilbake i anlegget, noe som vil gi anlegget en høyere virkningsgrad.

Beregningene viser at anleggets energiforbruk er 754,8 MWh. For å sette dette forbruket i perspektiv er det blitt sett nærmere på forbruket til andre biokjemiske anlegg. Et anlegg som driver med satsvis kjemisk fremstilling av organiske sammensetninger har et forbruk 3 360 MWh elektrisitet i året når den produserer 7 320 tonn årlig [40]. Dette kan tyde på at energiforbruket til fettsyreanlegget beskrevet i denne oppgaven er noe lavere enn hva det burde være. Feilkilder for dette kan være menneskelige feil i beregningene, antagelser som har blitt gjort viser seg å være av større betydning enn først antatt og at anlegget burde bestått av flere komponenter som ville økt energiforbruket.

## 7 Videre arbeid

Videre arbeid vil være å se på mulighetene for å bygge et pilotanlegg med oppgaven som grunnlag. Dette vil kreve en mer detaljert komponentutarbeiding som ser nærmere på materialtyper, ventiler, rør, osv. Der vil det også gi en mulighet til å se nærmere på masse- og energibalanser som er realistiske for et anlegg av større skala. Et pilotanlegg vil også åpne muligheter for å teste ut ulike katalysatorer for å eventuelt øke hastigheten på reaksjonene i hydrolysereaktoren.

I oppgaven blir det ikke sett på videre behandling glyserol. Derfor vil videre utarbeiding om det er lønnsomt å rense dette videre eller om man skal selge det i sin nåværende form.

Varmevekslere er innviklede og er avhengig av mange parametere som det ikke er tatt hensyn i oppgaven, deriblant begroing, veggtykkelse, omgivelsestemperatur osv. Det er i denne oppgaven tatt utgangspunkt i generelle varmevekslere, men det er vanlig at industrielle anlegg har varmevekslere som er spesialdesignet for optimalisert drift. Dette området er såpass omfattende at det er mulig å skrive en egen oppgave som kun omhandler varmevekslere.

Videre optimalisering av anlegget kan omfatte reduksjon av trykk før flash destillering av fettsyrene. Dette krever omfattende innsikt i de ulike fettsyrene sine kokepunkter og fordampningsentalpien under ulike trykk slik at de kan destilleres under lavere temperaturer

Til slutt vil en økonomisk evaluering som tar hensyn til kapitalkostnader, driftskostnader, transport, salg av fettsyrer etc. for å se om det er penger å tjene på et anlegg av denne typen.

## 8 Konklusjon

I denne oppgaven har det blitt presentert et anlegg som går 24 prosesserer 3 400 kg fett fra slaktedyr i timen. Fettet skal gjennom en kontinuerlig motstrøms hydrolysereaktor som, ved å bruke en syrekatalysator splitter fett slik at man får ut frie fettsyrer og glyserol. Videre flash destilleres fettsyrene slik at mettede og umettede fettsyrer skilles fra hverandre.

Teoretisk viser beregnede massebalanser at anlegget produserer 1 442,3 kg mettede frie fettsyrer og 1 587,1 kg umettede frie fettsyrer i timen. Forholdet mellom andelen som fås ut og andelen som puttes inn gir et utbytte på 89 %.

Beregninger viser at det totale pumpearbeidet til anlegget er 7,7 kW, den totale varmeoverføringen til varmevekslerene er 608,9 kW og at den totale entalpiforandringen under destilleringene er 83,0 kJ/kg. Disse verdiene gir et årlig energiforbruk på 67,5 MWh for å drive pumpene og et årlig energiforbruk på 687,3 MWh i flash destilleringene. Varmevekslerene antas å bruke like mye energi til å varme opp vann som de gir tilbake til anlegget. Dette gir et årlig energiforbruk på 754,8 MWh. Et energiforbruk som kan virke noe lavt sammenlignet med andre biokjemiske anlegg.

## 9 Bibliografi

- [1] S. Woodgate og J. van der Veen, «The role of fat processing and rendering in the European Union animal production industry,» *Biotechnology, agronomy, society and environment*, pp. 283-294, 2004.
- [2] Norsk Opplysningskontor For Helsekost, «Fett og fettsyrer,» [Internett]. Available: <http://www.helsekostopplysningen.no/Innhold/Kost--Kosttilskudd/Fett-og-fettsyrer-2/>. [Funnet 11 02 2016].
- [3] Store Medisinske Leksikon, «Triglyserid,» 23 11 2015. [Internett]. Available: <https://sml.snl.no/triglyserid>. [Funnet 15 02 2016].
- [4] Britannica, «Ester,» 07 07 2015. [Internett]. Available: <http://www.britannica.com/science/ester-chemical-compound> . [Funnet 15 02 2016].
- [5] B. Lande, «Fettsyrer,» Store Medisinske Leksikon, 13 2 2009. [Internett]. Available: <https://sml.snl.no/fettsyrer>. [Funnet 8 Mai 2016].
- [6] F. Shahidi, *Bailey's Industrial Oil And Fat Products*, Wiley-Interscience, 2005.
- [7] Store Medisinske Leksikon, «Mettet fett,» 23 11 2015. [Internett]. Available: [https://sml.snl.no/mettet\\_fett](https://sml.snl.no/mettet_fett). [Funnet 24 02 2016].
- [8] L. M. L. Nollet, *Handbook of Food Analysis*, Marcel Dekker, Inc, 2004.
- [9] P. Kierulf, «Hydrolyse,» Store Medisinske Leksikon, 13 Februar 2009. [Internett]. Available: <https://sml.snl.no/hydrolyse>. [Funnet 12 Mai 2016].
- [10] N. Thirunavukarasu og R. C. Panda, «Modeling, identification, and control for the production of glycerol by the hydrolysis of tallow,» *Reviews in chemical engineering*, pp. 345-359, 07 05 2015.
- [11] N. O. Sonntag, «Fat Splitting,» *Journal of the American Oil Chemists' Society*, pp. 729A-732A, November 1979.
- [12] R. D. O'Brien, W. E. Farr og P. J. Wan, *Introduction to Fats and Oils Technology*, AOCS Press, 2000.
- [13] G. Towler og R. Sinnott, *Chemical Engineering design*, Butterworth-Heinemann, 2008.
- [14] Y. A. Cengel, *Heat and Mass Transfer: A Practical Approach*, McGraw-Hill, 2007.



- [15] Nibley and Company, «APV Heat Exchangers,» Nibley and Company, [Internett]. Available: <http://www.nibleyco.com/apv-heat-exchangers/> . [Funnet 5 Mai 2016].
- [16] V. Mills, «Continuous Countercurrent Hydrolysis of Fat». USA Patentnr. 2156863, 2 Mai 1939.
- [17] JVC Separation Engineers Pvt. Ltd., «Tabular Centrifuge,» JVC Separation Engineers Pvt. Ltd., [Internett]. Available: <http://www.jvcgyroscreen.com/tubcentrifuge.html> . [Funnet 4 Mai 2016].
- [18] The New Zealand Institute of Food Science and Technology Inc., «Centrifugal Separations,» The New Zealand Institute of Food Science and Technology Inc., [Internett]. Available: <http://www.nzifst.org.nz/unitoperations/mechseparation4.htm> . [Funnet 4 Mai 2016].
- [19] A. Records og K. Sutherland, Decanter Centrifuge Handbook, Elsevier Advanced Technology, 2001.
- [20] Engineering Well Service, «Centrifuge,» Engineering Well Service, [Internett]. Available: <https://ewellservice.com/centrifuge/> . [Funnet 4 Mai 2016].
- [21] M. Civit, J. Labanda, E. Rudé, A. R. Guastalli og J. Llorens, «Nanofiltration of Fatty Acids and Triglycreides,» *Procedia Engineering*, p. 1234–1236, 2012.
- [22] K. Sattler og H. J. Feindt, Thermal Separation Process, Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft, 1995.
- [23] S. C. Cermak, R. L. Evangelista og J. A. Kenar, Distillation - Advances from Modeling to Applications, S. Zereshki, Red., InTech, 2012.
- [24] V. J. Muckerheide, «Fat splitting and distillation,» *The Journal of the American Oil Chemist' Society*, pp. 490-495, November 1952.
- [25] F. A. Norris og D. E. Terry, «Precise laboratory fractional distillation of fatty acid esters,» *Journal of the American Oil Chemists' Society*, pp. 41-46, Februar 1945.
- [26] R. E. Sonntag og C. Borgnakke, Introduction to Engineering thermodynamics, John Wiley and Sons, Inc, 2007.
- [27] Engineering Toolbox, «Water - Thermal properties,» Engineering Toolbox, [Internett]. Available: [http://www.engineeringtoolbox.com/water-thermal-properties-d\\_162.html](http://www.engineeringtoolbox.com/water-thermal-properties-d_162.html). [Funnet 30 April 2016].

- [28] X. Zhu, «Prediction of Specific Heat Capacity of Food Lipids and Foods,» The Ohio State University, 2015.
- [29] R. L. Lundblad og F. M. Macdonald, Handbook of Biochemistry and Molecular Biology, CRC Press, 2010.
- [30] N. A. Morad, A. A. M. Kamal, F. Panau og T. W. Yew, «Liquid Specific Heat Capacity Estimation for Fatty Acids, Triacylglycerols, and Vegetable Oils Based on Their Fatty Acid Composition,» *Journal of the American Oil Chemists' Society*, pp. 1001-1005, September 200.
- [31] D. N. Rihani og L. K. Doraiswamy, «Estimation of Heat Capacity of Organic Compounds from Group Contributions,» *Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals*, pp. 17-21, Februar 1965.
- [32] Cheméo, «Chemical Properties of Tetradecanoic acid (CAS 544-63-8),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/47-391-6/Tetradecanoic%20acid>. [Funnet 2 Mai 2016].
- [33] Cheméo, «Chemical Properties of Hexadecanoic acid (CAS 57-10-3),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/49-300-4/Hexadecanoic%20acid>. [Funnet 2 Mai 2016].
- [34] Cheméo, «Chemical Properties of Palmitoleic acid (CAS 373-49-9),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/20-229-5/Palmitoleic%20acid>. [Funnet 2 Mai 2016].
- [35] Cheméo, «Chemical Properties of Octadecanoic acid (CAS 57-11-4),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/30-684-9/Octadecanoic%20acid>. [Funnet 2 Mai 2016].
- [36] Cheméo, «Chemical Properties of Oleic Acid (CAS 112-80-1),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/13-615-4/Oleic%20Acid>. [Funnet 2 Mai 2016].
- [37] Cheméo, «Chemical Properties of 9,12-Octadecadienoic acid (Z,Z)- (CAS 60-33-3),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/35-416-1/9%2C12-Octadecadienoic%20acid%20%28Z%2CZ%29->. [Funnet 2 Mai 2016].
- [38] Cheméo, «Chemical Properties of 9,12,15-Octadecatrienoic acid, (Z,Z,Z)- (CAS 463-40-1),» Cheméo, [Internett]. Available: <https://www.chemeo.com/cid/33-066->

2/9%2C12%2C15-Octadecatrienoic%20acid%2C%20%28Z%2CZ%2CZ%29-.

[Funnet 2 Mai 2016].

- [39] F. D. Gunstone, J. L. Harwood og F. B. Padley, *The lipid Handbook*, Chapman and Hall Ltd, 1986.
- [40] P. S. Bieler, U. Fischer og K. Hungerbuhler, «Modeling the Energy Consumption of Chemical Batch Plants - Top-Down Approach,» *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, pp. 6135-6144, 25 Oktober 2003.
- [41] Store Medisinske Leksikon, «Glyserol,» [Internett]. Available: <https://sml.snl.no/glyserol>. [Funnet 11 02 2016].
- [42] H. Hermansyah, A. Wijanrarko, Dianursanti, M. Gozan, P. Wulan, R. Arbianti, R. W. Soematojo, T. S. Utami, Yuliusman, M. Kubo, N. Shibasaki-Kitakawa og T. Yonemoto, «Kinetic Model For Triglyceride Hydrolysis Using Lipase: Review,» *Makara Journal of Technology*, vol. 11, nr. 1, pp. 30-35, 2007.
- [43] IHS, «Natural Fatty Acids,» 07 2015. [Internett]. Available: <https://www.ihs.com/products/natural-fatty-acids-chemical-economics-handbook.html>. [Funnet 07 03 2016].
- [44] IHS, «Glycerin,» IHD, 04 2015. [Internett]. Available: <https://www.ihs.com/products/glycerin-chemical-economics-handbook.html>. [Funnet 07 03 2016].
- [45] V. Mills, «Process of distilling higher fatty acids». Ohio Patentnr. US2274801 A, 3 Mars 1942.
- [46] R. H. Potts og F. B. White, «Fractional distillation of fatty acids,» *Journal of the American Oil Chemist Society*, pp. 49-53, Februar 1953.
- [47] W. M. Linfield, R. A. Barauskas, L. Sivieri, S. Serota og R. W. Stevenson sr, «Enzymatic Fat Hydrolysis And Synthesis,» *Journal of the American Oil Chemists' Society*, pp. 191-195, Februar 1984.
- [48] T.-J. Suen og T.-P. Chien, «Reaction Mechanism of the Acid Hydrolysis of Fatty Oils,» *Industrial and Engineering Chemistry*, pp. 1043-1045, August 1941.

## 10 Vedlegg

### Vedlegg B: Fettsyresammensetning



## ANIMALSK FETT

- FÖR KVALITET

### PRODUKTDATABLAD

#### PRODUKTTYPE OG SAMMENSETNING:

Animalsk fett, förkvalitet er produsert av kategori 3 materiale fra drovtyggere, svin og fjærfe.

| <u>INNHold:</u>  | <u>Typisk verdi</u> | <u>Max</u> |
|------------------|---------------------|------------|
| Vann             | 0,25 %              | 0,5%       |
| Smuss            | < 0,15 %            | < 0,15 %   |
| Frie fettsyrer   | 6,0 %               | 12,0 %     |
| Totale fettsyrer | 96,0 %              |            |

| <u>Fettsyresammensetning</u>          | <u>i %</u> |
|---------------------------------------|------------|
| C <sub>10</sub> – C <sub>12</sub>     | 0,2        |
| Myristinsyre C <sub>14</sub>          | 2,0        |
| Palmitinsyre C <sub>16</sub>          | 22,0       |
| Palmitoleinsyre C <sub>16-1</sub>     | 2,1        |
| Stearinsyre C <sub>18</sub>           | 19,8       |
| Oljesyre C <sub>18-1</sub>            | 40,1       |
| Linolsyre C <sub>18-2</sub>           | 5,1        |
| Linolensyre C <sub>18-3</sub>         | 0,9        |
| C <sub>22-5</sub> + C <sub>22-6</sub> | < 0,2      |

#### TILSATT ANTIOKSIDANT

Rendox liquid, 500 ppm

#### BRUKSVOLUM OG EGENSKAPER

Volumvekt: 884 kg pr m<sup>3</sup> ved 60°C. Produktet er flytende ved 60°C. Leveres i bulk.

#### PRODUKSJON OG BEHANDLING

Produksjonen skjer iht. FOR 2007-10-27 nr 1254; Forskrift om animalske biprodukter som ikke er beregnet på konsum.

Produktet er varmebehandlet ved 133°C ved 3,0 bar (absolutt) i 20 min og er mekanisk rensert til et smuss innhold < 0,15 %.

#### HOLDBARHET:

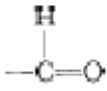

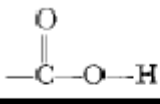
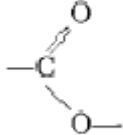

3 måneder fra produksjonsdato.

#### PRODUSENT

Norsk Protein AS avd. Hamar,  
Smihagan 25, 2323 Ingeberg, Norge  
[www.norskprotein.no](http://www.norskprotein.no)

**Vedlegg B: Karakteristiske verdier for oksygenholdige sammensetninger ved utregning av varmekapasiteten til fettsyrer**

**Table IV. Oxygen-Containing Groups**

| Group   | <i>a</i> | <i>b</i> × 10 <sup>2</sup> | <i>c</i> × 10 <sup>4</sup> | <i>d</i> × 10 <sup>6</sup> |
|---|----------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| —OH   | 6.5128   | -0.1347                    | 0.0414                     | -0.001623                  |
| —O—   | 2.8461   | -0.0100                    | 0.0454                     | -0.002728                  |
|    | 3.5184   | 0.9437                     | 0.0614                     | -0.006978                  |
|    | 1.0016   | 2.0763                     | -0.1636                    | 0.004494                   |
|    | 1.4055   | 3.4632                     | -0.2557                    | 0.006886                   |
|   | 2.7350   | 1.0751                     | 0.0667                     | -0.009230                  |
|  | -3.7344  | 1.3727                     | -0.1265                    | 0.003789                   |

## **Vedlegg C: Patent for kontinuerlig motstrøms hydrolyse av fett**

May 2, 1939.

V. MILLS

2,156,863

CONTINUOUS COUNTERCURRENT HYDROLYSIS OF FAT

Filed May 16, 1935

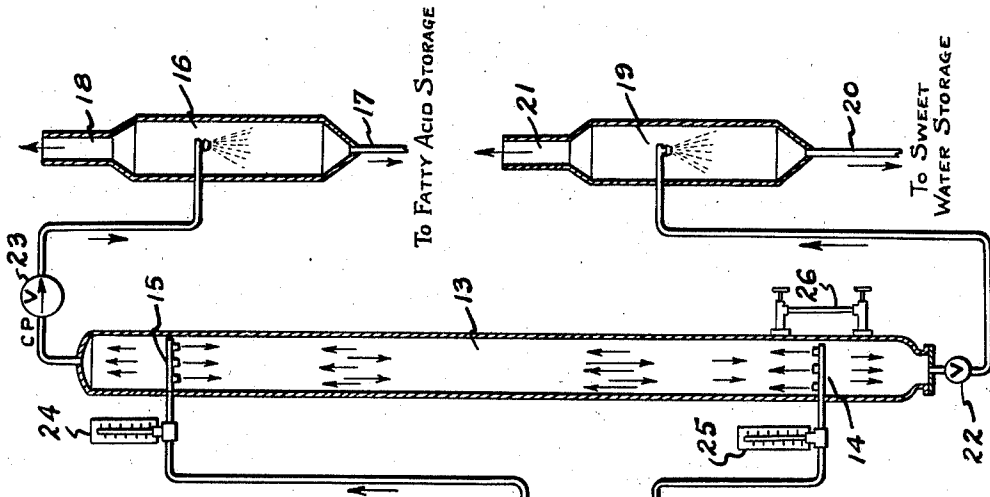


FIG. 1.

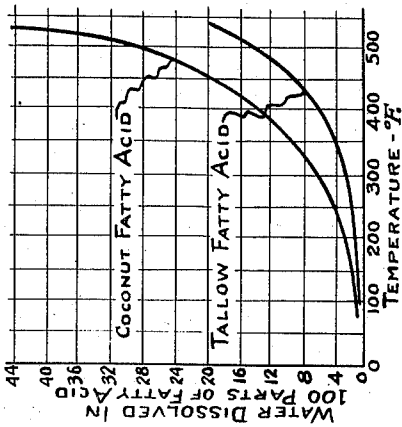
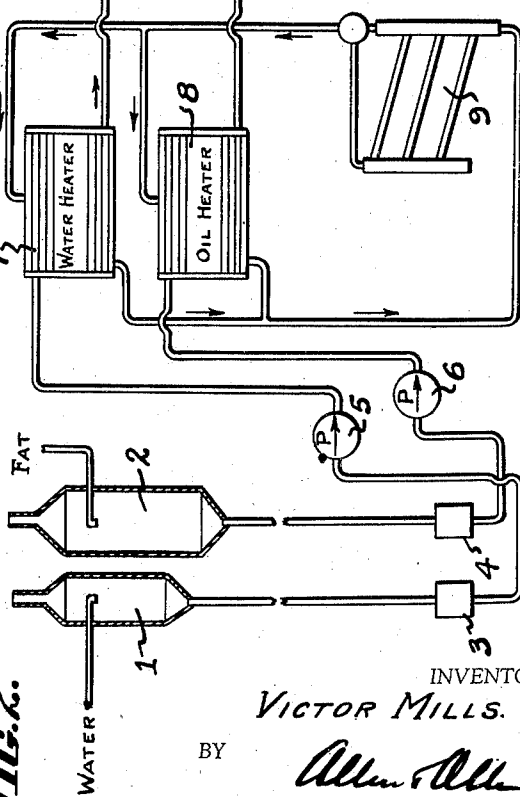


FIG. 2.



INVENTOR.  
**VICTOR MILLS.**  
 BY *Allen Allen*  
 ATTORNEYS.

# UNITED STATES PATENT OFFICE

2,156,863

## CONTINUOUS COUNTERCURRENT HYDROLYSIS OF FAT

Victor Mills, Cincinnati, Ohio, assignor to The  
Procter & Gamble Company, Cincinnati, Ohio,  
a corporation of Ohio

Application May 16, 1935, Serial No. 21,845

18 Claims. (Cl. 260—415)

My invention relates to an improved continuous process for hydrolyzing or splitting saponifiable fats.

The objects of my invention are:

1. A higher percentage of split of the fat and a greater yield of glycerin than has heretofore been economically possible with existing methods.

2. A rapid rate of splitting.

3. To obtain from fats of reasonably good quality a superior grade of fatty acids without the necessity of a subsequent distillation.

4. To obtain fatty acids of improved quality from lower grade fats so that with subsequent distillation of the fatty acids, a better quality of distilled product with a smaller amount of still bottoms or pitch will be produced.

5. To obtain glycerin in the form of a more concentrated "sweet water", thus reducing the glycerin recovery cost.

6. To operate continuously.

7. To secure greater economy in operation.

8. To reduce the amount of equipment and floor space necessary to treat a given amount of fat.

According to my invention I set up a continuous counter current flow of water and fat in a vertical closed passage or vessel at elevated temperature and under sufficiently high pressure to maintain the water in the liquid state, and continuously draw off fatty acid, and sweet water containing glycerin, after the action of water on the fat has been carried out to the desired extent.

In the particular operation which gives best results, I use preferably an autoclave so arranged that the point of introduction of water is substantially below the top thereof, and the point of introduction of the fat is substantially above the bottom thereof. Then by means of valves which will be set to maintain the desired rate of flow of the materials introduced while maintaining the desired pressure, I draw the fatty acid from substantially above the point of water introduction and the "sweet water", or glycerin containing water, from substantially below the point of fat introduction. I preferably employ a catalyzer which, if used, will preferably be introduced along with the fat.

I preferably heat the ingredients and set up the desired pressure thereon, prior to introduction into the autoclave, although with change in apparatus employed it might be possible to supply much of the heat to the several ingredients in the treatment apparatus itself.

I assign as the reason why my process pro-

duces the results that it does, as will be hereinafter set forth, the fact that water is dissolved in fats and fatty acids in considerable amount when the temperature is high and sufficient pressure is employed to prevent the water from boiling. Thus the bringing together of the fat and water, under conditions where large percentages of water may dissolve in the fat brings about an intimacy of contact of the molecules of water and fat which could never be obtained by agitation under conditions which do not cause a substantial amount of actual solution of water in the fatty matter. The length of time necessary for splitting the fat, i. e. effecting substantially complete hydrolysis, can be readily provided for by control of the length of the passage through which the substances pass while in contact with each other, and the rate of flow set up.

By fat, I mean any fatty glyceride whether at ordinary temperatures it is a liquid or a solid and by "fatty matter" I mean fat, oil, fatty acids, or any mixture of same.

In all previous practical processes for hydrolyzing fats in autoclaves with which I am familiar, it has been customary to heat the water and oil in batches during about four to twelve hours to a rather moderate temperature and pressure, usually not over 350° F. and 125 pounds per square inch, in the presence of a catalyst, and invariably with some kind of agitation, usually either mechanical or direct steam, in the endeavor to break up or emulsify the materials so as to increase the surface of contact, under the belief that it was the area of contact between the two materials that caused or facilitated the reaction, instead of the actual solution of one in the other which I have discovered to be the true motivating cause under my operating conditions. Furthermore, in all fat hydrolysis operations an equilibrium tends to take place between the liberated fatty acids and glycerin, beyond which no further splitting can occur. It then becomes necessary, in order to obtain a high degree of splitting, to remove the "sweet water" from the autoclave and replace same with a fresh charge of water and then to subject the partially hydrolyzed fat to a second treatment. Sometimes a third or even a fourth treatment is applied, but even under the best conditions the degree of splitting of the fatty acids as measured by the ratio of free fatty acids to total fatty acids in the fat rarely exceeds 96 to 98 per cent, and the concentration of the glycerin in the so-called "sweet water" rarely exceeds 15



per cent and is usually considerably below this point if a high degree of splitting is secured. When 100 parts of tallow, for example, is hydrolyzed with about 35 parts of water under ordinary operating conditions in a batch autoclave at a pressure of 125 pounds per square inch and at a temperature of 350° F., an equilibrium occurs when the splitting amounts to 90 per cent and the glycerin concentration in the water amounts to about 22 per cent. If, however, a larger portion of water is used so that the glycerin concentration in the "sweet water" reaches only 5 per cent, then a split of about 98 per cent is obtainable. This latter condition, however, is comparatively uneconomical because of the additional equipment required and the added expense involved in subsequently concentrating such a dilute glycerin solution for recovery of the glycerin.

In practice the operation is always stopped before these figures are reached because of the slowing down of the rate of reaction and the excessively long time required to reach the final equilibrium.

The hydrolysis reaction is reversible and may be expressed by the following equation:

$$(RCOO)_3C_3H_5 + 3 HOH \rightleftharpoons 3 RCOOH + C_3H_5(OH)_3$$

in which R represents an alkyl group.

While some attempts at continuous hydrolysis have been made, no commercially practical process has ever been developed as far as I am aware. Referring to the accompanying drawing, Figure 1 represents a diagrammatic elevation view of my apparatus suitable for the carrying out of my invention; Figure 2 indicates graphically the solubility of water in fatty acids at different temperatures and is to be used in connection with formula hereinafter described for determining amount of water to use.

Referring to Figure 1, 1 and 2 are deaerators or deoxygenators of any suitable type for the water and fat respectively. 3 and 4 are meters for measuring the two fluids. 5 and 6 are pumps for forcing the water and fat through the apparatus at the desired pressure. 7 and 8 are heaters for water and fat respectively. 9 is a boiler or other device for supplying heating means to the heaters 7 and 8. 10 is a tank for supply of catalyst, in which is an agitator 11. 12 is a pump for delivering the catalyst into the fat. This pump preferably is so arranged as to act proportionally to the fat pump 6. 13 is a vertical autoclave chamber into which the fat is fed at a point near the bottom through distributing pipes 14 and water is fed into the top through distributing pipes indicated by 15. 16 is a tank for receiving the split fatty acids and flashing same to atmospheric pressure. The fatty acids are discharged through pipe 17, and the water vapor through pipe 18. 19 is a tank for receiving the "sweet water", into which it may be flashed to atmospheric pressure. The sweet water then is discharged through pipe 20, and the water vapor through pipe 21. 22 is a valve for suitably regulating the rate of discharge of the "sweet water", and 23 is an automatic pressure control valve on the fatty acid discharge. 24 and 25 are thermometers, respectively in the water and fat inlet pipes to the autoclave 13. 26 is a liquid level gage to show the level of the interface between fat and water in the autoclave. The different parts of the apparatus are suitably connected by pipes as

shown and provided with additional valves where needed to properly regulate the flow of the fluids. The autoclave 13 and other parts of the apparatus coming in contact with split fatty acids should preferably be made of a material resistant to the corrosive action of fatty acids such as stainless steel for example. The autoclave as shown and described herein is about two feet six inches in diameter and fifty feet high, and well insulated externally to reduce losses of heat by radiation. It should be noted that there is a space at the bottom of the autoclave, below fat distributing pipes 14, which will permit the "sweet water" to settle and free itself from entrained globules of fat. The remainder of the autoclave contains fatty matter through which the water is constantly passing. At the top of the chamber or autoclave, above the water distributing pipes 15, is a similar space to permit the fatty acids to settle and free themselves substantially from entrained globules of water before leaving the apparatus. Of course when the pressure is reduced on the products as they leave the apparatus, with a consequent reduction of temperature, there will occur a separation of at least a portion of the water dissolved in the fatty acids and of the fatty acids dissolved in the glycerin solution, and at least a part of the water in each product will volatilize.

An exemplary operation of my process consists of the following. In starting up, the water is first passed through the deoxygenator 1, through the meter 3, pump 5 where the pressure is raised to any desired point between 150 and 1600 pounds per square inch, sufficient to maintain the heated water in the liquid phase at the temperature to which it is to be heated, while the pressure in the system is maintained by means of valve 22 (temporarily closed), and automatic pressure control valve 23, on the discharge from the autoclave 13.

The water next passes through the heater 7 where it is heated to the desired temperature, as explained later, and then passes into the autoclave 13 through the distributing pipe 15 until the autoclave is filled with water. The supply of water then ceases temporarily, and pumping of fat begins. The fat such as tallow in a molten state passes through the deoxygenator 2, meter 4, and pump 6 where its pressure is raised to substantially the same point as that of the water. The fat then passes through the heater 8 where its temperature is raised to about that of the water, and then it passes into the autoclave through distributing pipes 14. Any desired amount of catalyst is introduced into the fat by pump 12, preferably as the fat passes from the heater to the autoclave. The pumping of fat is continued without further addition of water until the autoclave is filled with fat above the level of the water distributing pipes 14, which can be determined by the use of a suitable liquid level gage 26, on autoclave 13. The water expelled during this period of introducing the fat is allowed to escape through the control valve 22 at the water outlet at the bottom of autoclave 13, at the same rate as that of the fat introduced, while maintaining the desired pressure inside the autoclave to prevent the superheated water from boiling. The apparatus is now in condition for continuous operation.

Both fat and water are now supplied to the autoclave continuously at a steady rate. By supplying tallow at a uniform rate of about 7500 pounds per hour in an apparatus of this size, 75

(about 1530 pounds of fat per hour per square foot of cross sectional area) and water at a rate of about 3500 pounds per hour, while maintaining a temperature of about 470° F. and a pressure of 600 pounds per square inch in the autoclave, the fat takes about one hour to pass through the autoclave, and is hydrolyzed to the extent of over 98 per cent, and usually about 99 per cent. The split fatty acids issue from the top of the autoclave through a suitable pressure controlling valve in a continuous stream. A more rapid passage of the fat and water through the described apparatus in the same relative proportions, taking for example 30 minutes instead of 60 minutes, would still give a high degree of hydrolysis, only a few per cent under that obtained in 60 minutes. The liberated glycerin is taken up by the water and leaves the bottom of the autoclave in a continuous stream in the form of a solution or "sweet water" which will contain approximately 24 per cent glycerin, if the original fat was of good grade, containing substantially its full complement of glycerin. In order to provide a rather prolonged contact of water with fat, the main body of the autoclave should preferably be kept filled with fat through which the water descends, and the interface between the fat and the accumulated "sweet water" should preferably be maintained in the apparatus described at a point about three feet above the bottom of the autoclave, or at about the level of the fat inlet 14. This level can be regulated by suitably controlling the flow of the fat and the water, and can be determined by use of suitable draw-off valves at various levels or by a liquid level gage.

The "sweet water" passes to the flash tank 16 where its pressure is released through a suitable valve to atmospheric pressure, whereby a portion of the water suddenly evaporates to steam with a resulting cooling effect so that the temperature drops to slightly more than 212° F. with a resulting concentration of the "sweet water" from a glycerin content of 24 per cent to approximately 32 per cent. Likewise, the split fatty acids issuing from the top of the autoclave pass to flash tank 16 where the pressure is reduced through a suitable valve to atmospheric pressure. The fatty acids while under the temperature and pressure stated, contain approximately 11 per cent of water in solution, which will entirely flash into steam when the pressure is reduced to atmospheric in the flash tank, with a resulting cooling effect on the fatty acids.

If cooled under other conditions wherein the dissolved water does not evaporate, it will then separate on further cooling and settling.

Both the fatty acids and the dissolved water in same are substantially free from glycerin when the operation is carried out as described in an autoclave column of sufficient height. Thus, in a column ten feet high, I find that the water which is dissolved in the issuing fatty acids contains about five per cent of glycerin; in a twenty foot column the water contains only about one per cent glycerin, while in a fifty foot column as described herein the water contains only about 0.1 per cent glycerin.

It is thus seen that I have a flowing column of molten fat of such high temperature and pressure as to promote the solubility of water in same, and that I continuously cause a substantial amount of water to dissolve in said flowing fat at the bottom of the column whereupon hydrolysis takes place with liberation of glycerin and formation of "sweet water" containing glyc-

erin. As the fat progresses upwards through the chamber, hydrolysis proceeds, and the fat continuously meets a countercurrent of excess water descending, which apparently continuously interchanges with the dissolved "sweet water" in the fat with the result of continuously and progressively enriching the excess water in its glycerin content as it descends through the column, while at the same time the fat in its ascent through the chamber is progressively deprived of the glycerin, either combined or free, until finally on reaching the top of the column I have fatty acids substantially free from glycerin, and at the bottom of the column water containing a substantial percentage of glycerin.

A reaction equilibrium is apparently never reached in my process because of the continuous counterpassage of the fatty matter and water, so that the hydrolysis proceeds rapidly to substantial completion and the resulting "sweet water" contains a higher percentage of glycerin when withdrawn from the autoclave than has been possible to obtain in past practice in connection with obtaining a high degree of splitting of the fat.

It should be noted that in carrying out my process no mechanical agitation of any kind is used to facilitate the hydrolysis, and no baffles, trays, packing material, or other devices are needed in the autoclave to break up, interrupt, or retard the flow of the two fluids through same; while such devices do not prevent the operation of my process they retard same and reduce the capacity of an apparatus of a given size. In fact, the use of baffles is undesirable because the effect is to form constricted areas through which the fat would be required to move at considerably increased velocity. Any considerable velocity will entrain the comminuted water particles or drops, and may overcome the effect of gravity in causing them to descend, thus blocking the process.

It should be understood that while the apparatus described is suitable for carrying out my process, other forms of apparatus may be used provided they are suitable for continuous countercurrent action so as to keep water and fat in contact under suitable conditions of temperature and pressure until hydrolyzed.

It should also be understood that instead of having an ascending column of fat through which water percolates downward with an interface near the bottom of the column, as described, other arrangements may be used, and the interface may be maintained at other levels. I may, for example, have a descending column of water through which fat percolates upward with an interface near the top of the column.

A continuous autoclave system of the type and dimensions described is capable of splitting at least 180,000 pounds of fat such as tallow per twenty-four hours, under the described conditions of continuous operation at 470° F., which is equal to the output of about fourteen batch autoclaves, having a capacity of 10,000 pounds of fat each, of the type commonly used heretofore. My entire apparatus, together with its auxiliary tanks and pumps, etc., occupies only about one fifth the floor space required for the old type autoclaves with their necessary auxiliary equipment to handle the same amount of fat per twenty-four hours. While I can readily hydrolyze fats to as high as 98-99.5 per cent by my process, lower percentages are also obtainable if desired by passing the fat and water through the autoclave more rapidly, by using a reduced pro-

portion of water, lower temperatures, or other known means. In referring to a "high degree of hydrolysis" in this specification and claims, I mean higher than about 95%.

- 5 The upward flow of fat must not be fast enough to prevent the water from falling downward through same at any point in the apparatus where the fat and water are flowing in counter-current directions in contact with each other.
- 10 The flow of fat may be faster with relatively large drops of water than with small drops without interfering with the falling of the water or without entraining excessive amounts of water.
- 15 The deaeration or deoxygenation of the fat and water is not essential to the success of the hydrolysis itself, but is important from a quality standpoint in obtaining the best quality of split fatty acids and glycerin.
- 20 Some of the essential features of my invention are the discovery that the rate of hydrolysis of fat either with or without a catalyst is dependent largely on the amount of water actually dissolved in the fat rather than on the amount of water
- 25 that can be brought into surface contact with the fat; that large percentages of water can be made to dissolve in any fat under conditions of high temperature and pressure; that when the amount of water dissolved in the fat is considerable and the temperature sufficiently high, the rate of reaction is very high and mechanical agitation becomes unnecessary.

At ordinary room temperature and atmospheric pressure, neutral oils and fats will only dissolve about 0.1 per cent of water; fatty acids will dissolve somewhat more. As the temperature increases, however, the solubility likewise increases at an accelerating rate. Figure 2 gives curves showing the solubility of water in fatty acids of tallow and coconut oil at various temperatures, these fats being typical of the two principal classes of fats. At a temperature of about 470° F. as much as 11 per cent and 23 per cent of water is dissolved in tallow fatty acids and in coconut fatty acids, respectively. The fatty acids of most other common fats and oils, except those of the coconut class, have about the same solution capacity as tallow fatty acids. The coconut class includes palm kernel oil and other tropical oils of similar constitution, as is well known. The solubility of water in neutral fats is only slightly lower than in fatty acids, but is difficult or impossible to determine accurately because fats containing large amounts of dissolved water hydrolyze to fatty acids and glycerin with rapidity. For my purpose the data showing the solubility of water in fatty acids at different temperatures is sufficiently indicative.

Obviously in order to make possible the high degrees of solubility of water in fats without allowing the water to evaporate at these high temperatures, it is necessary to keep the materials under a correspondingly high pressure. It is readily seen that the intimate contact of water molecules with fat molecules and their potential reactivity are enormously increased when considerable portions of water are actually dissolved and distributed throughout the entire mass of fat than can possibly be the case when the water exists in a separate phase and is only brought into surface contact by agitation.

The temperatures which I use may vary from about 365° F. up to about 600° F. and pressures from about 150 pounds to about 1600 pounds per square inch and may, as reference to Fig. 2

shows, be as low as 300° with certain types of oils and fats, which absorb substantial proportions of water at said temperature. Temperature of about 350° F. to about 600° F. and pressures from about 125 pounds to about 1600 pounds are satisfactory, but I prefer temperatures in the range of about 365° F. to 470° F. with pressures ranging from about 150 pounds per square inch to 600 pounds per square inch. I find that at temperatures materially below 365° F. the reaction becomes much slower while at temperatures higher than about 470° F. the speed of reaction is not much greater than at 470° F.

The proportion of water to fat may be varied considerably, depending on the concentration of the glycerin and speed of reaction desired. It must be noted, however, that approximately 6 per cent of water is needed to complete the chemical reaction in which a neutral triglyceride fat of the tallow class is hydrolyzed to fatty acids and glycerin, and at my preferred operating temperature of about 470° F. approximately another 11 per cent of water dissolves in the fatty acids of tallow or similar fats thus causing an apparent disappearance of about 17 parts of water per 100 parts of fat. Additional water beyond this amount must be used. Thus if 10 parts of glycerin are to be set free by the hydrolysis and a 20% glycerin solution is desired, the additional water must then be 40 parts, or a total of 57 parts of water per 100 parts of fat of the tallow class. For fats of the coconut class there would be required under similar conditions about 8 parts of water for the chemical reaction (hydrolysis), 21 parts of water dissolved in the fatty acids, and 52 parts of water to form a 20% solution of the 13 parts (approximate) of glycerin to be liberated, or a total of 81 parts of water per 100 parts of fat of the coconut class.

The glycerin concentration of the "sweet water" may be regulated within reasonable limits, meaning substantially 20 to 50 per cent, by regulating the proportion of water used for a given amount of fat containing a substantial amount of glycerin according to the following formula:

$$W = SY + \frac{(X)(54)}{92} + \frac{X}{C} - X$$

in which W represents the pounds of water to be used in proportion to each 100 pounds of fat; S, the pounds of water soluble in 100 pounds of fatty acids at the operating temperature, as shown in the curves of Figure 2; Y is a decimal representing the proportion of water-insoluble fatty acids contained in the fat (approximately .95 for most fats of the tallow class, and approximately .90 for most fats of the coconut class but varying somewhat according to the amount of water used in the analytical procedure); X, the pounds of glycerin liberated by the hydrolysis from 100 pounds of fat; and C, the pounds of glycerin in one pound of "sweet water", varying between 0.20 and 0.50. The figure 54 represents the molecular weight of three molecules of water, and the figure 92 is the molecular weight of glycerin, the chemical reaction of hydrolysis requiring three molecules of water for each molecule of glycerin set free.

The rate of flow of the fat through the apparatus may be increased to some extent, provided the previously mentioned limit is not exceeded without decreasing the percentage of splitting by simultaneously increasing the proportion of water, but this will necessarily result in a less concen-

trated "sweet water". The best rate for maximum hydrolysis will necessarily vary with the height and diameter of the autoclave.

In treating lower grade fats containing less than their full complement of glycerin (as shown by a higher percentage of free fatty acids); the "sweet water" will naturally contain lower percentages of glycerin if the proportion of water to fat remains unchanged. Oils of the coconut class contain about 13 to 14 per cent of combined glycerin when neutral, and oils or fats of the tallow class about 10 to 11 per cent. Where "a substantial amount" of combined glycerin is mentioned, I mean about one quarter or more of the amount normally present in a neutral fat of that kind.

Other means of cooling the "sweet water" and the fat than by flashing same to atmospheric pressure may be used if desired. Heat exchangers or cooling coils, of course, could be used, but I find that cooling by flashing is economical and desirable as a means of removing a portion of the water.

When the fatty acids and the "sweet water" are cooled by flashing to atmospheric pressure, as described, the steam thus formed is allowed to escape through an opening at the top of the tank, but in doing so forms a sort of blanket over the fatty acids and the "sweet water", respectively, thus excluding air which might cause injury to same.

The advantage of obtaining a more concentrated "sweet water" than heretofore lies mainly in the saving in steam or in heat and in the equipment and operating cost for the concentration of the "sweet water" into crude glycerin. In the practice of the prior art the glycerin content of the "sweet water" was generally about 15 per cent, thus leaving 83 per cent or about 5.55 pounds of water which must be evaporated for each pound of glycerin to obtain crude glycerin containing 90 per cent actual glycerin, while in the practice of my process in which the concentration of the "sweet water" may for example be about 35 per cent (which is a reliable average figure), the amount of water which must be evaporated is only about 61 per cent, or 1.75 pounds for each pound of glycerin.

As catalysts for my process, any of those commonly known and used for splitting fats may be used, such as the oxides or soaps of zinc, calcium and magnesium, but I prefer zinc soap which may be made by dissolving zinc oxide in about seven times its weight of hot fatty acids, such as tallow fatty acids for example. The amount required for efficient operation is usually less than one per cent, figured as zinc oxide, on the weight of fat used; 0.25 per cent is commonly sufficient for good grades of fat.

It is understood that while the hydrolysis of tallow has been mentioned specifically herein, other fats and fatty materials are equally susceptible to the application of my process and I am in no way limited to the use of any particular kind of fat or fatty matter. Fatty matter containing any proportion of neutral fat and free fatty acids may be used.

Having thus described my invention, what I claim as new and desire to secure by Letters Patent is:

1. A continuous process for hydrolyzing fat which comprises establishing an upwardly flowing column of fat, heated to at least 350° F., in a suitable chamber under sufficient pressure to maintain water at said temperature in the liquid

state, and causing water at said temperature to percolate downwardly in comminuted form through said rising column of fat, the heat stored in the said fat and water before contacting each other being sufficient to cause the subsequent hydrolysis, continuously removing hydrolyzed fat from the top of the chamber and continuously removing water with glycerin from the bottom of the chamber, the total proportion of water to fat being sufficient to provide an excess of unreacted and undissolved liquid water equal to at least the weight of glycerin to be liberated, the period of contact of fat with water being at least 30 minutes, and the rate of flow of the fat being below that which will entrain the water and inhibit its fall by gravity therethrough.

2. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to a temperature between 365° and 600° F., under a pressure between 150 and 1600 pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at a temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other through a suitable chamber whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of glycerin from the fatty acids.

3. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to a temperature between 365° and 600° F., under a pressure between 150 and 1600 pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at the temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other, and with a catalyst suitable for fat splitting, through a suitable chamber, whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of glycerin from the fatty acids.

4. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to substantially 470° F., said water being maintained in the liquid condition by heating under a pressure of substantially 600 pounds per square inch, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other and with a catalyst selected from the group consisting of zinc soap, calcium soap and magnesium soap, through a suitable chamber, whereby a substantial portion of the water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of the glycerin from the fatty acids.

5. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to

a temperature between 365° and 600° F., under a pressure between 150 and 1600 pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at the temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other and with a catalyst selected from the group consisting of zinc soap, calcium soap and magnesium soap in amount equivalent to about one quarter per cent of the respective metal oxide based on the fat used, through a suitable chamber, whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in the autoclave chamber under said conditions being at least 30 minutes, whereby the fat is hydrolyzed to the extent of at least 98 per cent.

6. In hydrolyzing a fat containing a substantial amount of combined glycerin in accordance with the process described in claim 5, the step of regulating the glycerin concentration of the "sweet water" between substantially 20 per cent and 50 per cent by regulating the proportion of water to fat according to the following formula:

$$W = SY + \frac{(X)(54)}{92} + \frac{X}{C} - X$$

in which W represents the pounds of water per 100 pounds of fatty acids in the fat; S, the pounds of water soluble in 100 pounds of fatty acids at the operating temperature; Y is a decimal representing the proportion of water-insoluble fatty acids contained in the fat (approximately .95 for most fats of the tallow class, and approximately .90 for most fats of the coconut class but varying somewhat according to the amount of water used in the analytical procedure); X, the pounds of glycerin liberated by the hydrolysis of 100 pounds of fat; and C, the pounds of glycerin in one pound of "sweet water" varying between 0.20 and 0.50.

7. In hydrolyzing a fat containing a substantial amount of glycerin in accordance with the process described in claim 5, at a temperature of substantially 470° F. and pressure of substantially 600 pounds per square inch, the step of regulating the glycerin concentration of the "sweet water" by regulating the proportion of water to fat according to the following formula:

$$W = SY + \frac{(X)(54)}{92} + \frac{X}{C} - X$$

in which W represents the pounds of water per 100 pounds of fat; S, the pounds of water soluble in 100 pounds of fatty acids at the operating temperature; Y is a decimal representing the proportion of water-insoluble fatty acids contained in the fat (approximately .95 for most fats of the tallow class, and approximately .90 for most fats of the coconut class but varying somewhat according to the amount of water used in the analytic procedure); X, the pounds of glycerin liberated by the hydrolysis of 100 pounds of fat; and C, the pounds of glycerin in one pound of "sweet water" varying between 0.20 and 0.50.

8. A continuous process of hydrolyzing fat comprising deoxygenating and separately heating fat and water to a temperature between 365° and 600° F., under a pressure between 150 and 1600

pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at the temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other, and with a catalyst selected from the group consisting of zinc soap, calcium soap and magnesium soap, through a suitable chamber, whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of glycerin from the fatty acids.

9. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to a temperature between 365° and 600° F., under a pressure between 150 and 1600 pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at the temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other, and with a catalyst selected from the group consisting of zinc soap, calcium soap and magnesium soap, through a suitable chamber, whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of glycerin from the fatty acids, evaporating a portion of the water from the "sweet water" and from the liberated fatty acids by releasing the said materials from a condition of superatmospheric pressure and high temperature to atmospheric pressure, and protecting said fatty acids from exposure to the atmosphere by means of a blanket of steam.

10. The process of claim 2 which includes introducing the fat and water into an upwardly extending chamber at different levels above and below its ends respectively, and continuously drawing off the fatty acids from the chamber above the point of water introduction, and the "sweet water" from the chamber below the point of fat introduction.

11. The process of claim 2 which includes collecting the resulting fatty acids beyond the water inlet and the resulting "sweet water" beyond the fat inlet without drop in pressure, and continuously drawing off said fatty acids and "sweet water", and flashing the same in suitable chambers to permit escape of water vapor and by said vapor to protect the flashed material from the atmosphere.

12. A continuous process of hydrolyzing fat without substantial darkening comprising deoxygenating and separately heating fat and water to a temperature between 365° and 660° F., under a pressure between 150 and 1600 pounds per square inch sufficient to keep the water liquid at the temperature used, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, passing both fat and water at substantially said high temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in contact with each other, and with a catalyst selected from the group consisting of zinc soap, calcium soap and magnesium soap,

through a suitable chamber, whereby a substantial portion of water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of glycerin from the fatty acids.

13. The continuous process of hydrolyzing glycerides of the higher fatty acids comprising separately heating the glyceride and water to a temperature above about 365° F., said water being maintained in liquid condition by a pressure substantially above the saturation pressure of steam at the highest temperature employed, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting the water, passing both the glyceride and water at substantially said high temperature and pressure, but below ranges where only one phase would result, continuously in a countercurrent direction in intimate contact with each other through a chamber, the proportion of water to glyceride being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of the glyceride with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of the glycerin from the fatty acids.

14. The continuous process of hydrolyzing glycerides of the higher fatty acids comprising separately heating the glyceride and water to a temperature of about 470° F. and at a pressure of at least 600 pounds per square inch and sufficient to keep the water liquid, passing both the glyceride and water at substantially said aforesaid temperature and pressure continuously in a countercurrent direction in intimate contact with each other through a chamber, the proportion of water to glyceride being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of the glyceride with water in said chamber being sufficient to cause a substantial splitting of the glycerine from the fatty acids.

15. A continuous process for hydrolyzing fat which comprises separately heating fat and water to a temperature between about 350° F. and about 600° F., said water being maintained in the liquid condition by heating under a suitable pressure, and said fat being subjected to substantially the same high pressure before contacting said water, establishing in a suitable chamber an upwardly flowing column of said fat and causing said water to percolate downwardly in comminuted form through said ascending column of fat, the heat stored in said fat and water before

contacting each other being sufficient to cause hydrolysis, continuously removing hydrolyzed fat from the top of the chamber and continuously removing water with glycerin from the bottom of the chamber, the total proportion of water to fat being sufficient to provide an excess of unreacted and undissolved liquid water equal at least to the weight of glycerin to be liberated, the period of contact of fat with water being at least 30 minutes and the rate of flow of the fat being below that which will entrain the water and inhibit its fall by gravity therethrough.

16. A continuous process of hydrolyzing fat comprising separately heating fat and water to substantially 470° F. under a pressure sufficient to maintain said water in the liquid condition, passing said fat and water continuously in a countercurrent direction through a suitable vertical chamber, in contact with each other and with a catalyst consisting of zinc soap in an amount equivalent to approximately one quarter per cent of zinc oxide based on the fat used, whereby a substantial portion of the water dissolves in said fat, the total proportion of water to fat being sufficient to provide a substantial excess of liquid water throughout the operation, the period of contact of fat with water in said chamber being at least approximately one hour.

17. The process of claim 2 which includes introducing the fat and water into an upwardly extending chamber at different levels above and below its ends respectively, causing the water to percolate downwardly in comminuted form through the ascending column of fat, and continuously drawing off the fatty acids from the chamber above the point of water introduction and the "sweet water" from the chamber below the point of fat introduction.

18. The method of hydrolyzing fats and fatty oils which comprises initially heating fat and water to a temperature of at least 365° F., and then intimately contacting such fatty material with water by countercurrent flow, at the said temperature, said water being maintained in liquid condition by a pressure substantially above the saturation pressure of steam at the highest temperature employed, whereby the fatty material will dissolve water in amounts substantially in excess of the amount required to hydrolyze the fatty material while maintaining two liquid phases, the water being used in amounts sufficient to supply that required for hydrolysis, that dissolved in the fatty material, and that required to wash out and remove the glycerin from the fatty material as aqueous glycerin.

VICTOR MILLS.











Norges miljø- og biovitenskapelig universitet  
Noregs miljø- og biovitenskapelige universitet  
Norwegian University of Life Sciences

Postboks 5003  
NO-1432 Ås  
Norway