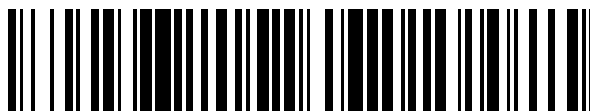


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 823 649**

51 Int. Cl.:

|                   |                             |           |
|-------------------|-----------------------------|-----------|
| <b>C10G 33/00</b> | (2006.01) <b>C10L 1/02</b>  | (2006.01) |
| <b>C10G 3/00</b>  | (2006.01) <b>C07C 67/03</b> | (2006.01) |
| <b>C11B 3/00</b>  | (2006.01) <b>C07C 67/08</b> | (2006.01) |
| <b>C11B 3/04</b>  | (2006.01) <b>C07C 67/58</b> | (2006.01) |
| <b>C11B 3/12</b>  | (2006.01)                   |           |
| <b>C11B 3/16</b>  | (2006.01)                   |           |
| <b>C11C 3/00</b>  | (2006.01)                   |           |
| <b>C11C 3/10</b>  | (2006.01)                   |           |
| <b>B01D 21/26</b> | (2006.01)                   |           |
| <b>B03D 1/14</b>  | (2006.01)                   |           |

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.06.2014** **PCT/GB2014/051876**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **24.12.2014** **WO14202980**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.06.2014** **E 14732606 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2019** **EP 3010995**

54 Título: **Proceso para la producción de biodiésel y productos relacionados**

30 Prioridad:

**19.06.2013 GB 201310962**  
**19.06.2013 GB 201310961**  
**19.06.2013 GB 201310960**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**07.05.2021**

73 Titular/es:

**ARGENT ENERGY (UK) LIMITED (50.0%)**  
**236-240 Biggar Road, Newarthill, Motherwell**  
**North Lanarkshire ML1 5FA, GB y**  
**ARGENT ENERGY LIMITED (50.0%)**

72 Inventor/es:

**SCOTT, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 823 649 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Proceso para la producción de biodiésel y productos relacionados

**Campo de la invención**

- 5 Esta invención se refiere a un proceso para la producción de biodiésel y productos relacionados. La invención también se refiere a un proceso para la producción de precursores y/o materias primas para la producción de biodiésel y productos relacionados.

**Antecedentes de la invención**

- 10 El término "biodiésel" se usa para referirse al diésel derivado de grasa, aceite o grasa lubricante vegetal o animal, que consiste en ésteres de metilo (etilo o propilo) de alquilos de cadena larga. El biodiésel es diferente del diésel de petróleo (también conocido como petrodiésel o diésel derivado del petróleo), que es una fracción específica de destilación del fuelóleo del petróleo.

- 15 El biodiésel se produce en general a partir de una diversidad de materias primas, que incluyen grasas y aceites comestibles y no comestibles. Las grasas son triglicéridos (triésteres de glicerol y cualquiera de varios ácidos grasos), y pueden ser sólidas o líquidas a temperatura ambiente. Los aceites son moléculas apolares neutras con un contenido elevado de hidrocarburo. Las grasas lubricantes son semisólidos que en general consisten en un jabón emulsionado con aceite mineral o vegetal. Las grasas lubricantes pueden ser de origen natural, y pueden ser de origen vegetal o animal.

- 20 Muchas de estas materias primas de grasas y aceites tienen una pureza elevada, y por lo tanto se pueden convertir fácilmente en biodiésel de una manera predecible mediante el uso de procesos conocidos y condiciones de reacción conocidas. Sin embargo, en general las materias primas puras son más costosas, y tienen otros usos potenciales.

También está disponible una diversidad de fuentes de mala calidad y menos puras de grasas y aceites (y grasas lubricantes), que potencialmente se pueden usar para producir biodiésel. Sin embargo, las materias primas impuras en general son más problemáticas, y conducen a condiciones de reacción impredecibles y un producto de biodiésel menos puro y menos predecible.

- 25 Es necesario que los combustibles tengan un cierto grado de pureza para ser utilizables. Por ejemplo, el biodiésel necesita tener una cierta pureza o valor FAME (éster metílico de ácido graso) para ser utilizable en motores o similares. La legislación actual (norma EN 14214) indica que para ser adecuado para el uso en motores, el biodiésel debe tener un contenido de éster mínimo del 96,5%. En general, el material inicial usado tiene un gran impacto sobre la calidad del biodiésel obtenido.

- 30 El documento US 2012/183354 se refiere a usos de productos de desecho obtenidos cuando se genera biodiésel para reducir la lixiviación de nitratos del suelo.

El documento US 6.822.105 describe un método para fabricar ésteres de alquilo, o específicamente éster de metilo, tal como biodiésel, a partir de una fuente de aceite.

- 35 El documento US 2010/087671 describe sistemas y métodos de transesterificación para la producción de éster metílico, que incluye la realización de una primera transesterificación y una segunda transesterificación. También se describe el lavado con agua del éster metílico y la neutralización del catalizador con ácido fosfórico, seguido de un lavado adicional con agua.

El documento WO 2010/043213 describe un método para la producción de biodiésel a partir de aceites o grasas vegetales o animales mediante transesterificación usando un catalizador alcalino.

- 40 El documento US 2011/023353 describe el uso de un primer catalizador y un segundo catalizador en una transesterificación de dos etapas para elaborar biodiésel. El biodiésel resultante se hace pasar a través de un pulverizador de agua, que se puede rociar con un tubo de agua a través de la columna de biodiésel.

- 45 Por lo tanto, debido a la naturaleza impura e impredecible de las materias primas de mala calidad, no ha sido viable usar tales materias primas como fuente de grasas y aceites (y grasas lubricantes) para la producción de combustibles, tales como biodiésel.

Además, los procesos existentes para la producción de biodiésel son largos, y sería inviable incrementar el tiempo de procesamiento para la producción de biodiésel a partir de una materia prima. Además, sería beneficioso reducir el tiempo necesario para el proceso de producción de biodiésel existente.

Un objetivo de la presente invención es superar o mitigar al menos algunos de los problemas de la técnica anterior.

## Sumario de la invención

Según un primer aspecto de la invención, se proporciona un proceso para producir biodiésel a partir de una mezcla, comprendiendo dicho proceso las etapas de:

- (i) proporcionar la mezcla a un recipiente de reacción de transesterificación;
- 5       (ii) introducir condiciones de transesterificación en el recipiente de reacción de transesterificación;
- (iii) transesterificar los triglicéridos en la mezcla;
- (iv) proporcionar una primera purificación de la mezcla transesterificada;
- (v) una segunda purificación de la mezcla transesterificada; y
- (vi) una tercera purificación de la mezcla transesterificada;
- 10    en donde la primera purificación de la mezcla transesterificada y la tercera purificación de la mezcla transesterificada comprenden pulverizar una disolución acuosa sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución acuosa la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma; y
- 15    en donde la segunda purificación de la mezcla transesterificada comprende pulverizar una disolución ácida sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.

El proceso puede comprender la etapa adicional de mantener la mezcla a una temperatura de reacción para la transesterificación.

La cantidad de ácidos grasos libres (FFAs) en la mezcla antes de la transesterificación puede ser aproximadamente del 3% en peso o menos.

- 20    El/los ácido(s) graso(s) libre(s) se denominan comúnmente mediante el acrónimo FFA(s), y los términos "FFA" y "FFAs" se utilizan en el presente documento con referencia a "ácido graso libre" y "ácidos grasos libres" respectivamente.

La etapa de transesterificación puede comprender:

- (i) una primera etapa de transesterificación; y
- 25       (ii) una segunda etapa de transesterificación.

La primera etapa de purificación puede llevarse a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 47°C y aproximadamente 61°C.

- 30    El proceso puede comprender la etapa adicional después de la transesterificación de la separación de una fase que comprende impurezas de la mezcla, comprendiendo dicha separación pulverizar una disolución ácida sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.

La etapa de separación puede llevarse a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 48°C y aproximadamente 62°C.

- 35    La disolución ácida en la etapa de separación puede ser de aproximadamente el 1,0% en peso de ácido a aproximadamente el 1,8% en peso de ácido.

La etapa de separación puede realizarse antes de la primera etapa de purificación.

La segunda etapa de purificación puede comprender pulverizar una disolución de ácido fosfórico sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de las impurezas de la misma.

- 40    La segunda etapa de purificación puede llevarse a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 47°C y aproximadamente 61°C.

La disolución ácida en la segunda etapa de purificación puede ser de aproximadamente el 0,8% en peso de ácido a aproximadamente el 1,4% en peso de ácido.

- 45    La primera y/o la tercera etapa de purificación pueden comprender pulverizar opcionalmente agua sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución acuosa la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.

La tercera etapa de purificación puede llevarse a cabo a una temperatura de entre aproximadamente 47°C y aproximadamente 61°C.

El proceso puede comprender la etapa adicional de esterificar la mezcla antes de transesterificar la mezcla, comprendiendo dicho proceso de esterificación las etapas de:

- 5 (i) proporcionar al menos una primera porción de la mezcla a al menos un primer recipiente de reacción de esterificación;
  - (ii) calentar la primera porción de la mezcla hasta una temperatura de reacción para la esterificación, siendo la temperatura de reacción de entre 71°C y 76°C;
  - 10 (iii) introducir condiciones de esterificación en el primer recipiente de reacción de esterificación, que comprenden añadir un catalizador de esterificación y un alcohol al recipiente de reacción, siendo el catalizador de esterificación ácido sulfúrico;
  - (iv) detener el calentamiento de la primera porción de la mezcla;
  - (v) recircular la primera porción de la mezcla extrayéndola del primer recipiente de reacción de esterificación y devolviéndola al primer recipiente de reacción de esterificación; y
  - 15 (vi) esterificar los FFAs en la primera porción de la mezcla;
- en donde la recirculación de la primera porción de la mezcla se configura para mantener una temperatura de reacción adecuada para la esterificación de los FFAs en la primera porción de la mezcla, siendo la temperatura de reacción de entre 71°C y 76°C;
- y en donde la masa de catalizador de esterificación usado respecto al % en peso de FFAs en la mezcla antes de la esterificación es de desde 26 kg de catalizador por % en peso de FFAs hasta 32 kg de catalizador por % en peso de FFAs, de forma que la cantidad de FFAs en la mezcla se reduce hasta el 3% en peso o menos.
- 20

#### Breve descripción de los dibujos

Las realizaciones de la invención se describirán a continuación, a modo de ejemplo solamente, con referencia a los dibujos, en los que:

- 25 La Figura 1 es un diagrama esquemático de un proceso de acuerdo con una realización de la invención; y
- La Figura 2 es un diagrama de flujo que ilustra un proceso de acuerdo con una realización de la invención.

#### Descripción detallada

- 30 El proceso de producción de biodiésel se divide en dos áreas, concretamente la esterificación (denominada pre-esterificación) y la transesterificación. Los procesos descritos adicionalmente más adelante se resumen en el diagrama de flujo de la Figura 2.

Los procesos descritos se basan en aproximadamente 38 toneladas de materia prima (lo que incluye los FFAs recuperados) que se van a usar.

#### Pre-esterificación

- 35 La pre-esterificación es una etapa de preacondicionamiento que produce un aceite utilizable para el proceso de transesterificación. Implica la esterificación catalizada de ácidos grasos libres (FFAs) con un alcohol para proporcionar un éster de ácido graso.

- 40 Con respecto a la Figura 1, se muestra en 100 un aparato para producir biodiésel. El aparato comprende un tanque de materia prima 10 desde el cual el sebo (grasa animal), que comprende FFAs, y los FFAs recuperados de la corriente de subproductos de un proceso de producción de biodiésel anterior, se bombean por medio de la bomba 20 a un primer reactor de pre-esterificación 30. La cantidad total de FFAs en la materia prima es en general de entre un 10% en peso y un 20% en peso. En condiciones normales de funcionamiento, la cantidad combinada de FFAs (es decir, cuando se combina el sebo y los FFAs recuperados) es del 10% en peso al 15% en peso, pero también puede ser del 13% en peso al 15% en peso. En una realización, la cantidad total de FFAs en la materia prima es del 14% en peso.

- 45 Después se añaden 100 kg de metanol (un alcohol) por tonelada de materia prima a la materia prima en el primer reactor de pre-esterificación 30, seguido de la adición de ácido sulfúrico al 96% en peso (un catalizador de esterificación). Se puede usar un intervalo de metanol, que varía entre 80 kg y 120 kg por tonelada de materia prima, y normalmente entre 90 kg y 110 kg por tonelada de materia prima. La mezcla así formada se calienta después durante al menos 90 minutos con agitación a una temperatura de reacción de aproximadamente 73,5°C. La temperatura puede ser de entre aproximadamente 71°C y 76°C, y en general es de entre 72°C y 75°C.

Una vez que se ha alcanzado la temperatura de reacción en el primer reactor de pre-esterificación 30, la mezcla se extrae y después se devuelve al primer reactor de pre-esterificación 30 mediante recirculación de la mezcla, de forma que se mantiene la temperatura de reacción. La recirculación y la reacción continúan con agitación durante aproximadamente 150 minutos, lo que asegura que se complete la reacción. Esta mezcla así formada se deja reposar después durante 90 minutos antes de retirar la fase acuosa.

Una vez que se alcanza la temperatura de reacción en el primer reactor de pre-esterificación 30, la materia prima se desvía a un segundo reactor de pre-esterificación 40.

Después se añaden 100 kg de metanol (un alcohol) por tonelada de materia prima a la materia prima en el segundo reactor de pre-esterificación 40, seguido de la adición de ácido sulfúrico al 96% en peso (un catalizador de esterificación). Se puede usar un intervalo de metanol, que varía entre 80 kg y 120 kg por tonelada de materia prima, y normalmente entre 90 kg y 110 kg por tonelada de materia prima. La mezcla así formada se calienta después durante al menos 90 minutos con agitación a una temperatura de reacción de aproximadamente 73,5°C. La temperatura puede ser de entre aproximadamente 71°C y 76°C, y en general es de entre 72°C y 75°C.

Una vez que se ha alcanzado la temperatura de reacción en el segundo reactor de pre-esterificación 40, la mezcla se extrae y después se devuelve al segundo reactor de pre-esterificación 40 mediante recirculación de la mezcla, de forma que se mantiene la temperatura de reacción. La recirculación y la reacción continúan con agitación durante aproximadamente 150 minutos, lo que asegura que se complete la reacción. Esta mezcla así formada se deja reposar después durante 90 minutos antes de retirar la fase acuosa.

La cantidad de catalizador de pre-esterificación usada es de aproximadamente 26 kg de catalizador por % en peso de FFAs a aproximadamente 32 kg de catalizador por % en peso de FFAs.

La calidad de la materia prima se puede desviar de un día a otro, lo que puede tener un impacto significativo sobre las etapas posteriores del proceso de producción de biodiésel, hasta el punto de que en los procesos conocidos de la técnica anterior, tales etapas pueden no ser viables. Por ejemplo, si hay presentes demasiadas impurezas, esto puede impedir que se separen las diferentes fases, y/o puede conducir a un producto final de muy mala calidad.

Por tanto, se deben tener en cuenta las fluctuaciones en el contenido de FFAs para establecer la cantidad de catalizador que es necesaria para conseguir una materia prima adecuada para el procesamiento posterior (es decir, adecuada para la transesterificación). Un criterio adecuado puede ser cuando la cantidad total de FFAs en la mezcla se reduce al 3% en peso o menos. Los inventores han descubierto que un intervalo de catalizador de pre-esterificación de aproximadamente 26 kg de catalizador por % en peso de FFAs a aproximadamente 32 kg de catalizador por % en peso de FFAs posibilita que tenga lugar una pre-esterificación eficaz.

El proceso de pre-esterificación resumido anteriormente posibilita que tengan lugar dos reacciones de pre-esterificación de manera al menos parcialmente concurrente. En particular, una vez que el contenido de un reactor de pre-esterificación alcanza la temperatura de reacción, se retira la aportación calor. El contenido del reactor de pre-esterificación se recircula después, y el calor residual generado por la reacción posibilita que la reacción continúe hasta la finalización sin aplicar calor externo adicional. La retirada de la aportación de calor de un reactor de pre-esterificación posibilita que se inicie una reacción adicional en otro reactor de pre-esterificación diferente casi inmediatamente. Estas mejoras reducen el tiempo necesario para el proceso de pre-esterificación en al menos 120 minutos, en comparación con el uso de solamente un reactor de pre-esterificación de un tamaño equivalente. Por tanto, el proceso resumido proporciona una mejora significativa en la velocidad de procesamiento. Además, el proceso resumido usa menos energía que los procesos de pre-esterificación conocidos, debido al uso del calor residual de la reacción y a la recirculación de la mezcla de reacción para mantener la temperatura de reacción.

#### Transesterificación

El proceso de transesterificación intercambia el grupo R de un éster por el grupo R de un alcohol. En el proceso de producción de biodiésel, se usa para convertir los triglicéridos en ésteres metílicos de ácidos grasos.

Con respecto una vez más a la Figura 1, la mezcla de los reactores de pre-esterificación 30, 40 se transfiere a un reactor de transesterificación (recipiente de reacción) 50. La mezcla en el reactor de transesterificación 50 se agita, y se añade el éster metílico recuperado. El éster metílico recuperado se obtiene más tarde en el proceso a partir de la separación y purificación de los subproductos.

Se añaden 2.900 kg de metóxido potásico y 2.500 kg de metanol a la mezcla en el reactor de transesterificación 50, y la temperatura de reacción se ajusta a aproximadamente 55°C. La cantidad de metanol puede variar entre aproximadamente 2.000 kg y 3.000 kg. La cantidad de metóxido potásico usada anteriormente se basa en un 2% en peso de FFAs en la mezcla. Sin embargo, la cantidad usada puede ser de entre 1.100 kg por % en peso de FFAs y 1.500 kg por % en peso de FFAs, en general 1.150 kg por % en peso de FFAs y 1.450 kg por % en peso de FFAs. Además, la temperatura de reacción es una temperatura de reacción para la transesterificación, y puede ser de entre aproximadamente 48°C y aproximadamente 62°C, y en general es de entre aproximadamente 52°C y aproximadamente 58°C.

Cuando el catalizador es metóxido en metanol, la cantidad de metóxido es del 12% al 14% en peso de metóxido, en general 12,5% en peso al 13% en peso de metóxido. Las condiciones descritas anteriormente son las condiciones de transesterificación y, de manera específica, se usan para transesterificar los triglicéridos en la mezcla.

- 5 Mediante el uso de las cantidades de metóxido potásico indicadas se asegura que el mecanismo de reacción se lleve hasta la finalización, es decir, se forma éster metílico y se elimina glicerol. Aunque en este ejemplo se usa un catalizador de metóxido potásico y metanol en exceso, se pueden usar otros metóxidos adecuados tales como, por ejemplo, metóxido sódico.

- 10 Después se lleva a cabo una segunda transesterificación en el reactor de transesterificación 50 mediante el uso de una cantidad más pequeña de catalizador de metóxido potásico (aproximadamente 600 kg) y metanol (aproximadamente 1.000 kg). La cantidad de catalizador de metóxido potásico puede ser de aproximadamente 550 kg a aproximadamente 650 kg. La cantidad de metanol puede ser de aproximadamente 900 kg a aproximadamente 1.100 kg. La segunda reacción de transesterificación asegura que sustancialmente todos los triglicéridos de la mezcla se conviertan en ésteres, y que se elimine sustancialmente todo el glicerol.

- 15 La temperatura de reacción se ajusta a aproximadamente 55°C, y la reacción se lleva a cabo durante alrededor de 300 minutos. La temperatura de reacción es una temperatura de reacción para la transesterificación, y puede ser de entre aproximadamente 48°C y aproximadamente 62°C, y en general es de entre aproximadamente 52°C y aproximadamente 58°C.

- 20 Se puede usar una etapa de separación opcional para ayudar en la sedimentación, especialmente si las fases acuosa y no acuosa de la mezcla muestran ser difíciles de separar, o si ello requiere mucho tiempo. La etapa de separación implica pulverizar una disolución acuosa que comprende 1.000 kg de agua reciclada y 10 kg de ácido fosfórico al 75% en peso sobre la superficie de la mezcla en el reactor de transesterificación 50 a una temperatura de aproximadamente 70°C. La temperatura puede ser de entre aproximadamente 60°C y aproximadamente 80°C. La disolución ácida se percola a través de la mezcla, y el contenido del reactor de transesterificación 50 se deja sedimentar durante 60 minutos antes de descargar la fase acuosa así formada en un tanque de recogida de fase de glicerina (acuosa) 90. Este proceso elimina las impurezas y posibilita una mejor separación de los jabones.

Basándose en las cantidades indicadas anteriormente, la disolución ácida usada en la etapa de separación es del 1,0% en peso de ácido al 1,8% en peso de ácido, pero puede ser del 1,2% en peso de ácido al 1,6% en peso de ácido, en general un 1,4% en peso de ácido.

- 30 La mezcla, todavía en el tanque de transesterificación 50, se somete después a una primera etapa de purificación (lavado). La primera etapa de purificación implica añadir aproximadamente 500 kg de agua a la mezcla, y agitar mecánicamente la mezcla combinada con el agua, antes de dejar que sedimente durante aproximadamente 100 minutos. La cantidad de agua usada puede variar entre 400 kg y 600 kg. Después se pulveriza una disolución acuosa que comprende 250 kg (se pueden usar 150 kg a 350 kg) de agua reciclada a una temperatura de 70°C (se puede usar una temperatura de 60°C a 80°C) sobre la superficie de la mezcla en el reactor de transesterificación 50 antes de dejar que sedimente durante aproximadamente 140 minutos. El agua se percola a través de la mezcla, y el contenido del reactor de transesterificación 50 se deja sedimentar durante 60 minutos antes de descargar la fase acuosa así formada en un tanque de recogida de fase de glicerina (acuosa) 90.

- 40 La mezcla, todavía en el tanque de transesterificación 50, se somete después a una segunda etapa de purificación (lavado). La segunda purificación implica pulverizar una disolución acuosa que comprende 1.000 kg de agua calentada (reciclada) y 14 kg de ácido fosfórico al 75% en peso sobre la superficie de la mezcla en el reactor de transesterificación 50. La temperatura de la disolución es de 70°C (se puede usar una temperatura de 60°C a 80°C). La disolución ácida se percola a través de la mezcla, y el contenido del reactor de transesterificación 50 se deja sedimentar durante 60 minutos antes de descargar la fase acuosa así formada en un tanque de recogida de fase de glicerina (acuosa) 90. Este proceso elimina las impurezas y neutraliza los jabones de potasio residuales.

- 45 Basándose en las cantidades indicadas anteriormente, la disolución ácida usada en la segunda etapa de purificación (lavado) es del 0,8% en peso de ácido al 1,6% en peso de ácido, pero puede ser del 1,0% en peso de ácido al 1,4% en peso de ácido, en general un 1,2% en peso de ácido.

- 50 Se aplica una (tercera) etapa de purificación (lavado) adicional a la mezcla en el reactor de transesterificación 50. La tercera etapa de purificación implica pulverizar una disolución acuosa que comprende 500 a 1.000 kg de agua reciclada a una temperatura de 70°C (se puede usar una temperatura de 60°C a 80°C) sobre la superficie de la mezcla en el reactor de transesterificación 50. El agua se percola a través de la mezcla, y el contenido del reactor de transesterificación 50 se deja sedimentar durante 60 minutos antes de descargar la fase acuosa así formada en un tanque de recogida de fase de glicerina (acuosa) 90. Este tercer proceso de purificación asegura que se elimine la gran mayoría de impurezas, glicéridos libres y jabones antes de que la fase no acuosa de la mezcla (que ahora es biodiésel bruto) entre en un recipiente de expansión súbita 60.

La percolación de las disoluciones acuosas a través de la mezcla en el reactor de transesterificación 50 facilita la retirada de las impurezas de la mezcla. Las impurezas retiradas incluyen, por ejemplo, lo siguiente: glicéridos, glicerol, metanol, agua, sales, ácidos, bases, compuestos volátiles condensados y jabones.

Dependiendo de la materia prima usada, son necesarias algunas o todas las etapas de separación/purificación descritas anteriormente. Las etapas de separación/purificación aseguran que el proceso no sea excesivamente largo. Por ejemplo, en los procesos conocidos de la técnica anterior, se pueden encontrar problemas de sedimentación, que pueden conducir después a tiempos de espera excesivos para la separación de las fases acuosa y no acuosa. La etapa de separación descrita anteriormente ayuda a superar tales problemas de sedimentación, si se dieran. Globalmente, las etapas descritas de separación/purificación (lavado) pueden reducir en alrededor de 5 horas el tiempo necesario para obtener un biodiésel bruto a partir del proceso de transesterificación.

La mezcla de biodiésel bruto obtenida de las etapas de separación/purificación se lleva al recipiente de expansión súbita 60, en el que el biodiésel bruto (mezcla de éster metílico de ácidos grasos) se trata con vapor (inyección de vapor) a vacío para retirar el agua, los compuestos volátiles y los glicéridos libres, todos los cuales pueden afectar a la calidad final o al funcionamiento del sistema de vacío en la etapa de destilación siguiente.

Desde el recipiente de expansión súbita 60, la mezcla se transfiere a un aparato de destilación 70, en el que se eliminan a vacío las impurezas restantes (tales como glicéridos, agua y azufre o materiales que contienen azufre), y la presión se ajusta a un valor de aproximadamente 0,1 milibares (10 Pa) a aproximadamente 3 milibares (300 Pa).

La destilación tiene lugar en dos etapas. La primera etapa tiene las siguientes condiciones. Se inyecta vapor a una presión de aproximadamente 3,5 bares (350 kPa) a aproximadamente 9 bares (900 kPa).

La segunda etapa tiene las siguientes condiciones. Se inyecta vapor a una presión de aproximadamente 4,5 bares (450 kPa) a aproximadamente 11 bares (1.100 kPa).

El producto producido a partir del aparato de destilación es biodiésel purificado, que se transfiere al tanque de biodiésel 80.

El biodiésel purificado se puede usar como un combustible, o se puede mezclar con otros productos para producir un combustible.

Las impurezas se eliminan periódicamente del proceso. Por ejemplo, la fase acuosa (que contiene glicerina) de la transesterificación se separa periódicamente en el tanque de fase de glicerina 90. Esta fase acuosa puede contener glicerol, metanol, agua, sales, ácidos, bases, compuestos volátiles condensados y jabones, por ejemplo.

La fase acuosa se transfiere posteriormente a un tanque de acidulación 110 al que se añade el residuo de agua ácida. La fase acuosa se separa después en FFAs recuperados (tanque de FFAs recuperados 120), sulfato potásico (tanque de sulfato potásico 130) y glicerina/metanol (tanque de glicerina/metanol 140). La glicerina/metanol se separa posteriormente en glicerina purificada (tanque de glicerina purificada 150) y metanol recuperado (tanque de metanol recuperado 160). Los materiales aislados de las impurezas se pueden reutilizar en un proceso posterior para producir biodiésel.

Los procesos mejorados descritos en la presente memoria posibilitan el uso de materias primas de mala calidad e impuras para producir un biodiésel de calidad elevada. Hasta la fecha, ha sido inviable por otra parte usar tales materias primas como fuente de grasas y aceites (y grasas lubricantes) para la producción de combustibles tales como biodiésel.

Además, los procesos mejorados descritos en la presente memoria posibilitan una reducción en el tiempo de procesamiento para la producción de biodiésel a partir de una materia prima. Esto da como resultado una cantidad incrementada de producción de biodiésel, lo cual es beneficioso. Por ejemplo, los presentes inventores han descubierto que sus procesos mejorados posibilitan la producción de biodiésel en aproximadamente 7 a 8 horas menos que el tiempo necesario mediante el uso de los procesos existentes. Para la presente instalación usada por los inventores, esto representa 38 toneladas adicionales de biodiésel producidas en un periodo de 24 horas.

# REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir biodiésel a partir de una mezcla, comprendiendo dicho proceso las etapas de:  
(i) proporcionar la mezcla a un recipiente de reacción de transesterificación;  
(ii) introducir condiciones de transesterificación en el recipiente de reacción de transesterificación;  
5 (iii) transesterificar los triglicéridos en la mezcla;  
(iv) proporcionar una primera purificación de la mezcla transesterificada;  
(v) una segunda purificación de la mezcla transesterificada; y  
(vi) una tercera purificación de la mezcla transesterificada;  
10 en donde la primera purificación de la mezcla transesterificada y la tercera purificación de la mezcla transesterificada comprenden pulverizar una disolución acuosa sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución acuosa la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma; y en donde la segunda purificación de la mezcla transesterificada comprende pulverizar una disolución ácida sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.
- 15 2. Un proceso según la reivindicación 1, en donde el proceso comprende la etapa adicional de mantener la mezcla a una temperatura de reacción para la transesterificación.
3. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la cantidad de FFAs en la mezcla antes de la transesterificación es del 3% en peso o menos.
4. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde que la etapa de transesterificación comprende:  
20 (i) una primera etapa de transesterificación; y  
(ii) una segunda etapa de transesterificación.
5. Un proceso según cualquier reivindicación anterior en donde la primera etapa de purificación se lleva a cabo a una temperatura de entre 47°C y 61°C.
6. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, comprendiendo dicho proceso la etapa adicional después de la transesterificación de la separación de una fase que comprende impurezas de la mezcla, comprendiendo dicha separación pulverizar una disolución ácida sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.
7. Un proceso según la reivindicación 6, en donde la etapa de separación se lleva a cabo a una temperatura de entre 48°C y 62°C.
- 30 8. Un proceso según la reivindicación 6 o la reivindicación 7, en donde la disolución ácida en la etapa de separación es de desde el 1,0% en peso de ácido hasta el 1,8% en peso de ácido.
9. Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en donde la etapa de separación se realiza antes de la primera etapa de purificación.
10. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la segunda etapa de purificación comprende pulverizar una disolución de ácido fosfórico sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución ácida la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.
- 35 11. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la segunda etapa de purificación se lleva a cabo a una temperatura de entre 47°C y 61°C.
12. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la disolución ácida en la segunda etapa de purificación es de desde el 0,8% en peso de ácido hasta el 1,6% en peso de ácido.
- 40 13. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la primera y/o la tercera etapa de purificación comprende pulverizar agua sobre la superficie de la mezcla en el recipiente de reacción de transesterificación, percolando la disolución acuosa la mezcla y facilitando la eliminación de impurezas de la misma.
14. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, en donde la tercera etapa de purificación se lleva a cabo a una temperatura de entre 47°C y 61°C.
- 45

15. Un proceso según cualquier reivindicación anterior, comprendiendo dicho proceso la etapa adicional de esterificar la mezcla antes de transesterificar la mezcla, comprendiendo la mezcla entre el 10% y el 20% en peso de ácidos grasos libres (FFAs) antes de la esterificación, comprendiendo dicho proceso de esterificación las etapas de:

- 5 (i) proporcionar al menos una primera porción de la mezcla a al menos un primer recipiente de reacción de esterificación;
- (ii) calentar la primera porción de la mezcla hasta una temperatura de reacción para la esterificación, siendo la temperatura de reacción de entre 71°C y 76°C;
- 10 (iii) introducir condiciones de esterificación en el primer recipiente de reacción de esterificación, que comprenden añadir un catalizador de esterificación y un alcohol al recipiente de reacción, siendo el catalizador de esterificación ácido sulfúrico;
- (iv) detener el calentamiento de la primera porción de la mezcla;
- (v) recircular la primera porción de la mezcla extrayéndola del primer recipiente de reacción de esterificación y devolviéndola al primer recipiente de reacción de esterificación; y
- (vi) esterificar los FFAs en la primera porción de la mezcla;
- 15 en donde la recirculación de la primera porción de la mezcla se configura para mantener una temperatura de reacción adecuada para la esterificación de los FFAs en la primera porción de la mezcla, siendo la temperatura de reacción de entre 71°C y 76°C;
- y en donde la masa de catalizador de esterificación usado respecto al % en peso de FFAs en la mezcla antes de la esterificación es de desde 26 kg de catalizador por % en peso de FFAs hasta 32 kg de catalizador por % en peso de
- 20 FFAs, de forma que la cantidad de FFAs en la mezcla se reduce hasta el 3% en peso o menos.

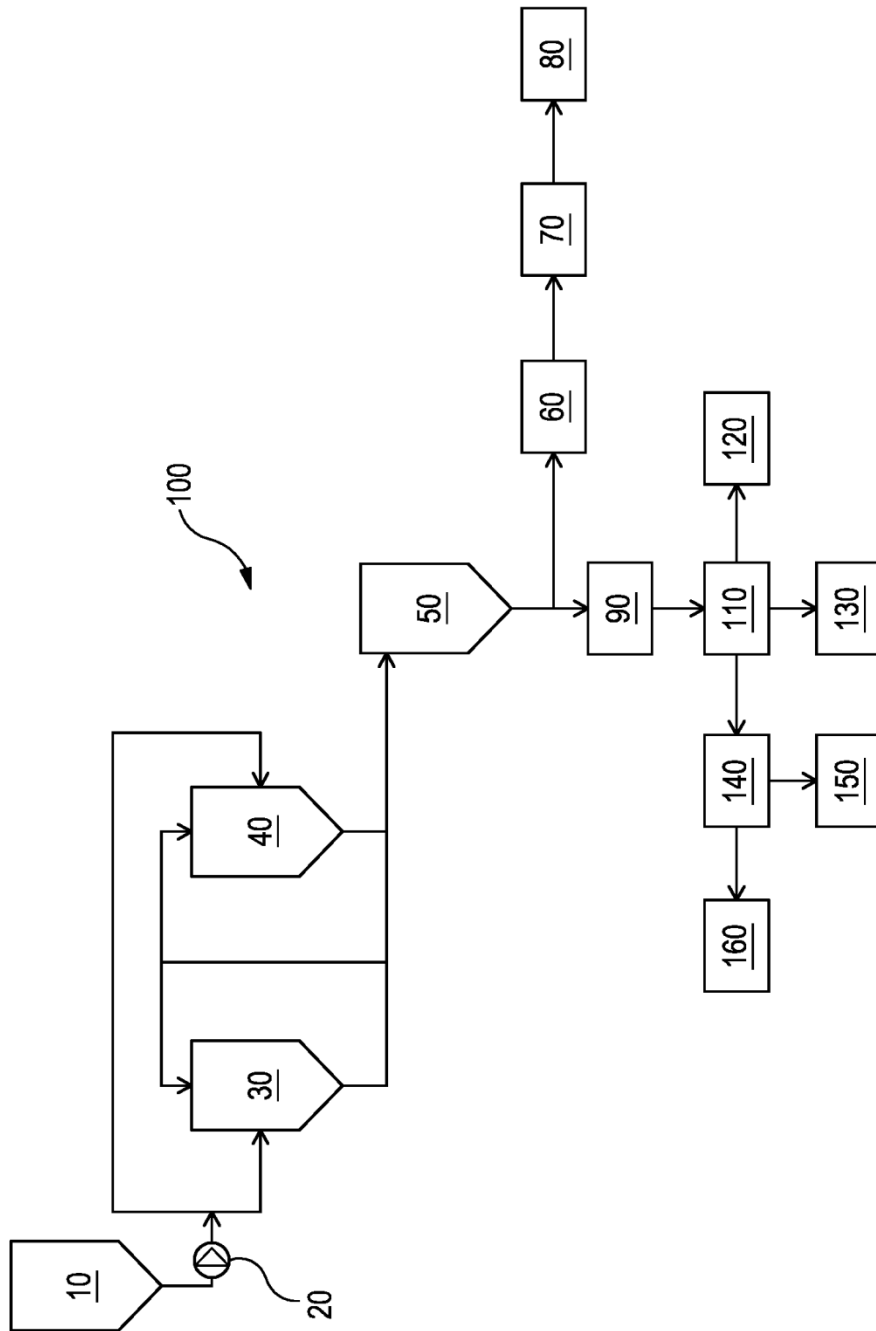
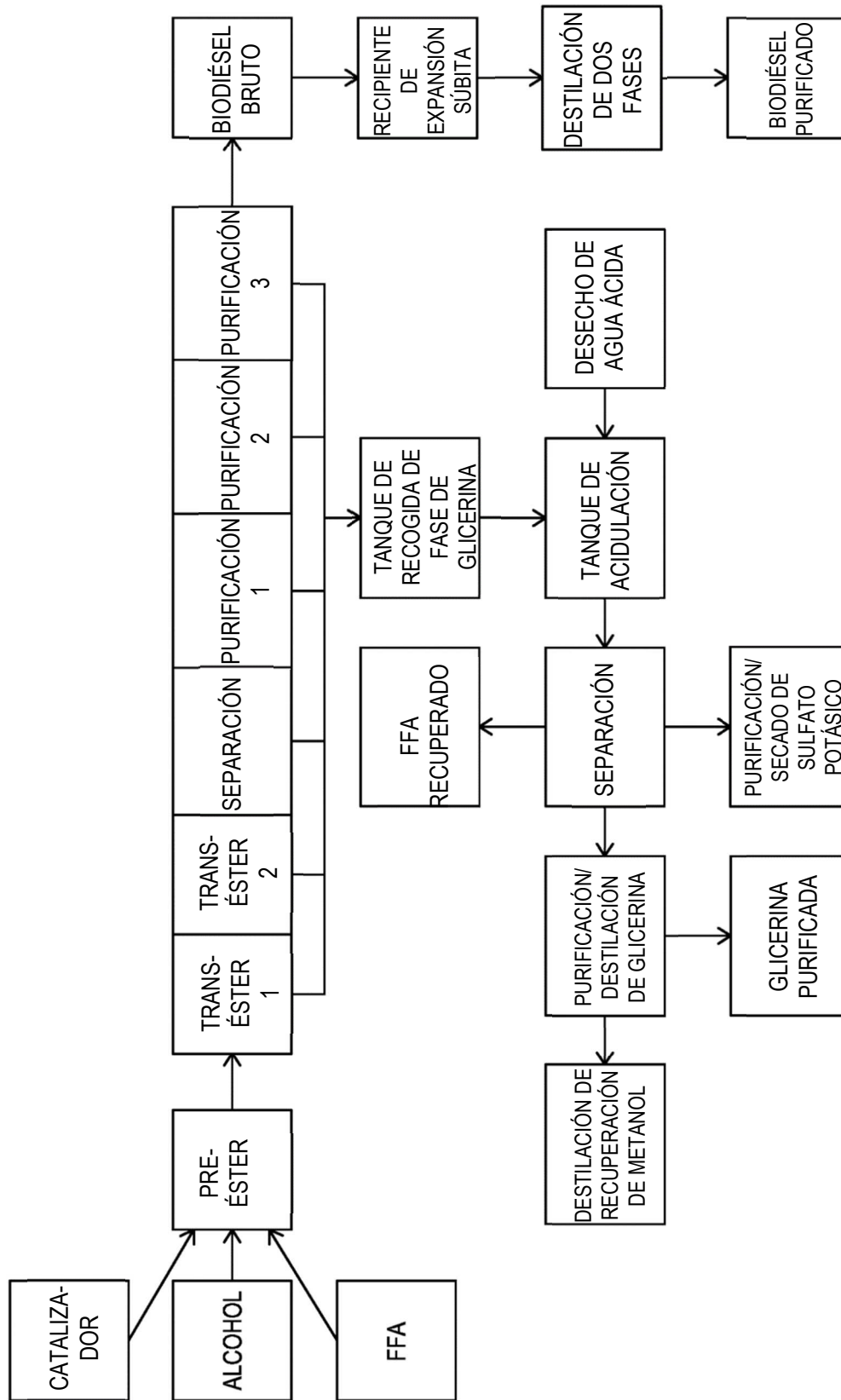


Figura 1



**Figura 2**