(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 378 931**

(21) Número de solicitud: 201031399

(51) Int. Cl.:
B01D 61/42 (2006.01)
B01D 61/44 (2006.01)
B01D 61/58 (2006.01)
C07C 29/76 (2006.01)

(12) SOLICITUD DE PATENTE A1

(22) Fecha de presentación: **20.09.2010**

(43) Fecha de publicación de la solicitud: **19.04.2012**

(43) Fecha de publicación del folleto de la solicitud: **19.04.2012**

(71) Solicitante/s:
FUNDACIÓN LEIA CENTRO DE DESARROLLO TECNOLÓGICO
PARQUE TECNOLÓGICO DE ÁLAVA
C/ LEONARDO DA VINCI, S/N
01510 MIÑANO, ARABA/ÁLAVA, ES

(72) Inventor/es:
BELAUSTEGI ITUARTE, YOLANDA;
LORENZO IBARRETA, LEIRE;
TORRECILLA SORIA, JESÚS;
GÓMEZ JIMÉNEZ DE ABERASTURI, OLGA y
MARQUÍNEZ PORRES, ROSA

(74) Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

(54) Título: **PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR GLICERINA DERIVADA DE LA OBTENCIÓN DE BIODIESEL.**

(57) Resumen:
Procedimiento para purificar glicerina derivada de la obtención de biodiesel.
Se describe un procedimiento para purificar glicerina derivada de la obtención de biodiesel, el procedimiento comprende acidificar la glicerina; neutralizar la glicerina acidificada; alimentar la glicerina a una unidad de electrodiálisis que comprende al menos una membrana de intercambio catiónico y por lo menos una membrana de intercambio aniónico separadas entre un ánodo y un cátodo, de tal forma que definen por lo menos un compartimiento diluido y por lo menos un compartimiento concentrado localizados entre el ánodo y el cátodo, en donde la glicerina se alimenta en el compartimiento diluido y en el compartimiento concentrado se alimenta una disolución de NaCl; aplicar una diferencia de potencial a fin de que los iones presentes en la glicerina migren a través de las membranas de intercambio aniónico y catiónico, desde los compartimentos de diluido a los compartimientos concentrados, donde quedan atrapados, purificando la glicerina; y extraer la glicerina purificada.

ES 2 378 931 A1

DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO PARA PURIFICAR GLICERINA DERIVADA DE LA OBTENCIÓN DE BIODIESEL

CAMPO DE LA INVENCIÓN

La presente invención está relacionada con las técnicas empleadas en la industria química para la purificación de sustancias, y más particularmente, está relacionada con un procedimiento para la purificación de glicerina que es obtenida como subproducto en la elaboración de biodiesel.

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

La glicerina tiene el potencial de ser un “building block” extremadamente versátil en la biorrefinería. Sin embargo, la glicerina cruda derivada de la producción de biodiesel es de muy baja calidad debido a la presencia de impurezas, variando su porcentaje de concentración entre el 50 y 80% aproximadamente. Las sustancias que acompañan a la glicerina son principalmente agua, metanol, sales inorgánicas, ácidos grasos, triglicéridos que no han reaccionado y otra materia en cantidades variables.

La decisión de cómo refinar posteriormente la glicerina cruda depende de la economía de la escala de producción y/o de la disponibilidad de instalaciones de purificación.

Los grandes productores de biodiesel suelen refinar la glicerina obtenida y la colocan en el mercado para otras industrias. Generalmente, las operaciones que se utilizan para purificar glicerina son: filtración, adición de productos químicos y destilación fraccionada al vacío, obteniendo diversas calidades o grados comerciales.

Sin embargo, si se desea utilizar la glicerina en alimentación, cosmética y farmacia, se requiere un mayor grado de purificación que

incluye etapas de blanqueamiento, desodorización e intercambio iónico para la eliminación de trazas de impurezas y sales.

La purificación hasta tal grado, es costosa y generalmente queda fuera de la capacidad económica de las plantas de pequeña y media escala. A causa de ello, en numerosas ocasiones la glicerina es incinerada, lo que puede dar lugar a emisiones tóxicas de acroleína.

SUMARIO DE LA INVENCIÓN

Para superar los problemas del arte previo, se provee un nuevo procedimiento para la purificación de glicerina, mediante un tratamiento viable económicamente y adaptable a pequeñas y medianas empresas para llevar a cabo la purificación de la glicerina, particularmente el procedimiento de la presente invención se basa en tecnología de membrana, y concretamente, la electrodiálisis.

Más particularmente, el procedimiento de la presente invención comprende:

a) acidificar la glicerina;

b) tratar la glicerina acidificada con una base;

c) alimentar la glicerina a una unidad de electrodiálisis que comprende al menos una membrana de intercambio catiónico y por lo menos una membrana de intercambio aniónico separadas entre un ánodo y un cátodo, de tal forma que definen por lo menos un compartimiento diluido y por lo menos un compartimiento concentrado localizados entre el ánodo y el cátodo, en donde la glicerina se alimenta en el compartimiento diluido y en el compartimiento concentrado se alimenta una disolución de NaCl;

d) aplicar una diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo a fin de que los iones presentes en la glicerina migren a través de las membranas de intercambio aniónico y catiónico, desde los compartimentos de diluido a los compartimientos concentrados, donde quedan atrapados, purificando la glicerina; y

e) extraer la glicerina purificada de la unidad de electrodiálisis.

En una realización de la invención, tras la etapa de neutralización con la base, la glicerina se diluye con agua hasta el 50% para mejorar la electrodiálisis. En otra realización más, la glicerina que se extrae de la unidad de electrodiálisis es clarificada con un agente adsorbente. En otra realización adicional, se elimina el agua de la glicerina tratada, preferiblemente mediante evaporación.

El procedimiento de la presente invención permite purificar glicerina de una forma práctica y económica y de forma continua.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Para complementar la descripción que se está realizando y con objeto de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, de acuerdo con un ejemplo preferente de realización práctica del mismo, se acompaña como parte integrante de esta descripción, un juego de dibujos en donde con carácter ilustrativo y no limitativo, se ha representado lo siguiente:

La figura 1 es una representación esquemática de un ejemplo de una unidad de electrodiálisis donde se realiza la etapa principal del método de la presente invención.

La figura 2 muestra un espectro infrarrojo de la glicerina obtenida mediante el procedimiento de la invención.

La figura 3 muestra un espectro infrarrojo de referencia con glicerina al 85%.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

DE LAS REALIZACIONES PREFERENTES DE LA INVENCIÓN

El procedimiento de la presente invención inicia con la acidificación de la glicerina con un ácido inorgánico, la acidificación permite eliminar jabones, grasas, etc. de la glicerina a tratar, de manera preferida, para esta etapa se utiliza acido clorhídrico aunque también se puede utilizar ácido sulfúrico, ácido fosfórico u otro ácido. La acidificación se realiza hasta un pH de 4 a 5. La concentración de ácido empleada suele ser de 2-3 mol/l. En el caso del HCl como su pureza en grado comercial es del 36% se suele utilizar concentrado.

Posteriormente, la glicerina acidificada se trata con una base tal como hidróxido de sodio, borohidruro sódico, hidróxido de calcio, hidróxido de potasio, mezclas de los mismos y otras bases similares. El tratamiento con la base se realiza hasta alcanzar pH=6 y se lleva a cabo con un 15% aproximadamente de la base utilizada.

Una vez que la glicerina se ha tratado con la base, se realiza un tratamiento electrolítico en una unidad de electrodiálisis 10, como la que se representa en la figura 1, la electrodiálisis es una tecnología de membrana que, bajo la influencia de un campo eléctrico continuo permite extraer, sustancias orgánicas e inorgánicas ionizadas disueltas en disolución acuosa a través de membranas selectivas de intercambio iónico. En una realización de la invención, antes de someter la glicerina a electrodiálisis la glicerina se diluye utilizando hasta un 50% de agua.

Más particularmente, en la figura 1 se aprecia que la unidad de electrodiálisis 10 comprende por lo menos una membrana de intercambio catiónico 20 (permeables sólo a los cationes) y por lo menos una

membrana de intercambio aniónico 30 (permeables sólo a los aniones) dispuestas de forma alternada entre un ánodo 11 y un cátodo 12, de tal forma que dan lugar a por lo menos un compartimiento diluido 13 y por lo menos un compartimiento concentrado 14.

En cada compartimento diluido 13 se ingresa y circula la disolución de glicerina cuyos iones se desean extraer y en cada compartimiento concentrado 14, se ingresa y circula una disolución de NaCl con una concentración de hasta 30 g/l, preferiblemente 10 g/l en la que dichos iones se van a concentrar. Al aplicar una diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo 11 y 12 los aniones X^- migran a través de las membranas de intercambio aniónico 30, desde los compartimentos 13 a los compartimientos 14, donde quedan atrapados, pues en su camino se interpone la barrera iónica constituida por alguna de las membranas de intercambio catiónico 20.

Análogamente, los cationes M^+ migran, a través de las membranas de intercambio catiónico 20, desde los compartimentos 13 a los 14, donde se concentran al impedirles las membranas aniónicas su migración hacia el cátodo. Las reacciones electródicas sólo se utilizan a efectos de proporcionar el campo eléctrico necesario para que se produzca el proceso.

En la unidad de electrodiálisis, la membrana aniónica puede ser del tipo Neosepta AMX, Neosepta AFN o AFX, mientras que la membrana catiónica es Neosepta CMX u otras bien conocidas en el arte. Para hacer más eficiente esta etapa el proceso, la densidad de corriente aplicada es de 100 a 500 A/m^2.

Posterior a la electrodiálisis, si es necesario, la glicerina se somete a un paso de clarificación, para ello se utiliza un agente adsorbente, tal como carbón activado, arcillas y resinas de intercambio iónico.

Asimismo, con el fin de concentrar la glicerina, ésta se somete a un paso de eliminación de agua, lo cual se puede realizar mediante evaporación.

El procedimiento de la presente invención, será más claramente ilustrado por medio de los ejemplos que a continuación se describen, los cuales se presentan con propósitos meramente ilustrativos, pero no limitativos de la misma, siendo dichos ejemplos los siguientes

EJEMPLOS.

El procedimiento de la presente invención fue puesto en práctica para purificar glicerina obtenida en un proceso de fabricación del biodiesel, la corriente de alimentación de glicerina a purificar tenía una concentración aproximadamente del 50% incluyendo entre sus impurezas triglicéridos no convertidos, metanol, jabones, etc., además presentaba un color marrón oscuro.

Antes de la etapa de electrodiálisis, la glicerina obtenida como subproducto en la obtención de Biodiesel, fue tratada con HCl con el fin de obtener una glicerina libre de jabones y grasas, y luego fue tratada con hidróxido sódico para eliminar el exceso de ácido, consiguiéndose una disolución de glicerina de color marrón contaminada con sales, agua y metanol, teniendo las propiedades indicadas en la tabla 1.

Tabla 1

Propiedades de Glicerina

pH	5,7
% Glicerina	85,8
Conductividad	294 µS/cm
Densidad	1,2949 g/mL
$[Cl^-]$	60,41 g/L
Color	Marrón

Posteriormente, la glicerina acondicionada se sometió a electrodiálisis en una celda de laboratorio tipo filtro prensa de dos compartimentos dotada

de 2 electrodos, una membrana de intercambio aniónico y una membrana de intercambio catiónico con una configuración similar a la mostrada en la figura 1.

El ánodo empleado fue de IrO_2/Ti (DSA-O_2) y el cátodo de acero inoxidable 316. Como membranas aniónicas se han utilizado la Neosepta AMX y las de difusión Neosepta AFN y AFX y como catiónica la Neosepta CMX.

La distancia intermembránica se fijó de 3,3 cm y el área efectiva de membrana de 20 cm^2.

Las diferentes disoluciones, contenidas en depósitos de vidrio, se recircularon a través de sus correspondientes compartimentos mediante bombas de desplazamiento magnético IWAKI MD-20R.

La corriente eléctrica fue aplicada mediante una fuente de alimentación de corriente continua de 5A-60V. Por el compartimento diluido fue alimentada la disolución de glicerina de donde se desean extraer los iones cloruro y por el compartimento concentrado una disolución diluida de cloruro sódico donde se concentran los iones cloruro.

La reacción anódica fue la oxidación del agua a oxígeno con la simultánea producción de iones H^+ y la catódica la reducción del agua a hidrógeno produciéndose iones OH^-. Bajo la acción del campo eléctrico, las sales son extraídas de la disolución de alimentación.

La electrodiálisis fue llevada a cabo con muestras reales y determinando la influencia de las diferentes variables sobre la eficacia del proceso y la concentración de cloruros en la disolución de glicerina.

La efectividad del proceso fue monitorizada analizando la variación de la concentración de cloruros en la disolución de glicerina obtenida, particularmente, las variables estudiadas fueron: porcentaje de dilución de la

disolución de glicerina, membrana aniónica y densidad de corriente sobre la eficacia del proceso, que se discutirá en seguida.

Ejemplos 1- 3

Porcentaje de dilución de la glicerina: La disolución de glicerina cruda empleada era una disolución muy densa sin apenas conductividad que tuvo que ser diluida con agua para poderle aplicar el tratamiento de eliminación de cloruros por electrodiálisis.

Para ello, se prepararon disoluciones de diferentes porcentajes de glicerina/agua que se indican en la (Tabla 2), en la cual se observa que la conductividad aumenta con el porcentaje de dilución, así como disminuye la densidad.

Tabla 2

Propiedades de las disoluciones glicerina/agua

%Glicerina	%Agua	Densidad (g/ml)	pH	Conductividad (mS/cm)
50	50	1,1356	6,36	18,08
60	40	1,1700	6,48	12,86
70	30	1,2020	6,52	8,76
80	20	1,2400	6,03	4,31
100	0	1,2949	5,70	0,25

En la tabla 3 se recogen los resultados obtenidos en los experimentos realizados con disoluciones de glicerina de diferentes diluciones a una densidad de corriente de 500 A/m^2 y trabajando con la membrana aniónica AMX y la membrana catiónica CMX.

TABLA 3

Resultados variando porcentaje de dilución de la glicerina

Nº EJ.	[Glic]	T	Q	V	DC	[Cl^-]	%Ec_{Cl^-}	%R_{Cl^-}	CEE
	47,43	0	0	12,2	500	26,51	---	---	---
Ej. 1	46,68	1,60	0,060	17,24		4,37	106,55	85,16	0,285
	51,67	0	0	12,60	500	29,86	---	---	---
Ej. 2	52,80	3,70	0,138	24,72		1,53	58,00	95,18	0,821
	62,01	0	0	22,00	500	34,77	---	---	---
Ej. 3	65,70	3,58	0,134	26,12		5,68	62,74	85,62	0,911

En la tabla 3: Área efectiva de membrana: 20 cm^2; distancia intermembránica: 3,3 cm; t: tiempo (h); Q: carga circulada (Faradays); [Cl^-]: concentración de cloruros (g/l) en el compartimento diluido; DC: Densidad de corriente (A/m^2); V: voltaje (voltios); [Glic]: % glicerina en el compartimento diluido; Ec: eficacia de corriente (%); R: rendimiento de la reacción (%); CEE: Consumo específico de energía (kWh/kg glicerina tratada)

Estos resultados muestran que, en las condiciones estudiadas, cuanto menor es el porcentaje de dilución mayor es el consumo energético de la reacción.

También se ha visto que no existe difusión de glicerina del compartimento diluido hacia el compartimento concentrado.

<u>Ejemplos 4 y 5</u>

Densidad de corriente

Con el fin de reducir el consumo energético se realizaron diferentes experimentos disminuyendo la densidad de corriente y manteniendo constante el porcentaje de dilución de la glicerina. Se ha trabajado con la

membrana aniónica AMX y la membrana catiónica CMX. En la tabla 4 se recogen los resultados obtenidos.

Los resultados muestran que para una misma dilución del (69%), a medida que se disminuye la densidad de corriente de trabajo el porcentaje de eliminación de cloruros es alto y próximo al 90%. Sin embargo, junto con el paso de iones cloruro de la disolución diluida a la concentrada existe una difusión de glicerina de un 13%.

TABLA 4

Densidad de Corriente

Nº EJ.	[Glic]	T	Q	V	DC	$[Cl^-]$	$\%Ec_{Cl^-}$	$\%R_{Cl^-}$	CEE
Ej. 4	69,39	0	0	29,30	**240**	46,75	---	---	---
	68,48	4,28	0,077	29,50		20,49	101,71	59,24	0,833
Ej. 5	68,84	0	0	10,53	**150**	41,25	---	---	---
	56,36	12,28	0,137	26,40		2,42	78,92	93,37	0,840

Las abreviaturas de la tabla 4 tienen el mismo significado que en la tabla 3

Ejemplos 6 y 7

Membrana aniónica

Con el fin de mejorar el consumo energético del proceso se ha trabajado con las membranas aniónicas de difusión Neosepta AFX y AFN para un mismo porcentaje de dilución. La membrana catiónica fue la Neosepta CMX y la densidad de corriente de trabajo 500 A/m^2.

Los resultados obtenidos (Tabla 5) mostraron que la membrana aniónica AFN permite eliminar un 99% de cloruros de la muestra con una eficacia del 72,14% y un consumo específico de energía de 0,663 kWh/kg de glicerina tratada.

Este consumo fue menor si se compara con el que se obtiene al trabajar con la membrana AMX. Cuando se trabaja con la membrana AFX el porcentaje de eliminación de cloruros también es alto, sin embargo la eficacia de corriente de la reacción disminuye y el consumo específico de energía aumenta.

También se observó un paso de glicerina que varía entre un 6-7% aproximadamente de la disolución diluida a la concentrada al emplear las membranas AFX y AFN.

Tabla 5

Membrana aniónica, Membrana catiónica: CMX, DC=500 A/m^2

Nº EJ.	**[Glic]**	**T**	**Q**	**V**	**DC**	**[Cl^-]**	**%Ec_{Cl^-}**	**%R_{Cl^-}**	**CEE**
Ej. 6	60,08	0	0	13,00	500	34,75	---	---	---
(AFX)	56,72	3,83	0,143	19,48		4,08	60,88	88,93	0,700
Ej 7	60,08	0	0	11,80	500	34,75	---	---	---
(AFN)	55,84	3,60	0,134	21,91		0,31	72,14	99,00	0,663

Las abreviaturas tienen el mismo significado que en la tabla 3

Ejemplos 8-10

Membrana aniónica AFN y menor densidad de corriente.

Se realizaron nuevos experimentos con la membrana AFN y disminuyendo la densidad de corriente. Las densidades de corriente estudiadas han sido 350 A/m^2, 250 A/m^2 y 150 A/m^2. Los resultados se recogen en la tabla 6.

Estos resultados mostraron que a medida que se disminuye la densidad de corriente también se reduce el consumo energético así como aumenta la eficacia de corriente del proceso, siendo la eliminación de cloruros próxima al 100% en todos los casos.

En este caso también se observó difusión de glicerina de la disolución diluida a la concentrada, siendo ésta mayor a menores densidades de corriente. Esto es debido a que al disminuir la densidad de corriente aumenta el tiempo necesario para lograr un grado de desalinización y da lugar a mayores pérdidas de glicerina por difusión, siendo este proceso dependiente de la concentración de glicerina en el compartimento diluido, del tipo de membrana y del tiempo de operación.

Considerando la información global obtenida en estos experimentos se concluye que es posible eliminar prácticamente el 100% de los cloruros presentes en la disolución de glicerina, una vez que ésta ha sido diluida, con una eficacia de corriente del 94% así como un consumo energético de 0,36 kWh/kg de glicerina tratada. Esto ha sido posible trabajando con la membrana aniónica AFN, la membrana catiónica CMX y una densidad de corriente de 150 A/m^2.

Tabla 6

Nº EJ.	**[Glic]**	**T**	**Q**	**V**	**DC**	**[Cl^-]**	**%Ec_{Cl^-}**	**%R_{Cl^-}**	**CEE**
Ej. 8	53,84 49,81	0 4,00	0 0,104	9,3 17,42	**350**	29,21 0,39	--- 77,72	--- 98,66	--- 0,422
Ej. 9	53,77 45,87	0 6,00	0 0,112	8,2 17,91	**250**	32,50 0,14	--- 81,45	--- 99,57	--- 0,462
Ej. 10	53,77 43,33	0 8,78	0 0,098	7,0 16,26	**150**	32,52 0,06	--- 94,01	--- 99,81	--- 0,362

Las abreviaturas tienen el mismo significado que en la tabla 3

Ahora bien, la remoción de la concentración de cloruros de la disolución de glicerina es prácticamente un 100%. Sin embargo presentó un color marrón oscuro, por lo que la disolución de glicerina procedente de la

unidad de electrodiálisis fue tratada con carbón mineral en polvo obteniéndose una disolución incolora y transparente.

En el caso de que esta glicerina se quisiera utilizar para fines farmacéuticos la concentración de cloruros en la misma debe ser inferior o igual a 10 ppm. Para lograr este objetivo, la disolución obtenida fue tratada con resinas de intercambio aniónico en forma OH^-, obteniéndose una glicerina con una concentración de cloruros inferior a la misma.

Por último, una vez obtenida la disolución de glicerina, libre de cloruros e incolora, se ha procedió a evaporarla para eliminar el agua, lográndose una glicerina del 98% de riqueza.

En la tabla 7 se resumen las principales propiedades de la glicerina pura y la glicerina obtenida mediante el procedimiento de la presente invención.

Tabla 7.-

Propiedades de la glicerina pura y la glicerina de este trabajo

	Glicerina pura	**Glicerina obtenida**
Riqueza (%)	99,4	97,9
[Cl^-] (ppm)	----	< 10
Densidad (g/ml)	1,259	1,259
Color	Incolora	Incolora

También fue analizado por espectroscopia infrarroja la calidad de la glicerina obtenida y se ha cotejado con el espectro de la glicerina al 85% del directorio europeo para la calidad de medicinas (Figuras 2 y 3 respectivamente).

Si se comparan los espectros de las figuras 2 y 3 se puede observar que la glicerina obtenida en este trabajo muestra las bandas características

(2937,51 cm^{-1}, 1645,41 cm^{-1}, 1408,00 cm^{-1}, 1108,32 cm^{-1}, 1038,27 cm^{-1}, 983,78 cm^{-1}, 921,51 cm^{-1} y 839,78 cm^{-1}) que posee la glicerina al 85% del directorio europeo de la calidad de las medicinas.

A la vista de esta descripción y juego de figuras, el experto en la materia podrá entender que las realizaciones de la invención que se han descrito pueden ser combinadas de múltiples maneras dentro del objeto de la invención.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para purificar glicerina derivada en la obtención de biodiesel, el procedimiento estando caracterizado porque comprende:

a) acidificar la glicerina;

b) tratar la glicerina acidificada con una base;

c) alimentar la glicerina a una unidad de electrodiálisis que comprende al menos una membrana de intercambio catiónico y por lo menos una membrana de intercambio aniónico separadas entre un ánodo y un cátodo, de tal forma que definen por lo menos un compartimiento diluido y por lo menos un compartimiento concentrado localizados entre el ánodo y el cátodo, en donde la glicerina se alimenta en el compartimiento diluido y en el compartimiento concentrado se alimenta una disolución de NaCl;

d) aplicar una diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo a fin de que los iones presentes en la glicerina migren a través de las membranas de intercambio aniónico y catiónico, desde los compartimentos de diluido a los compartimientos concentrados, donde quedan atrapados, purificando la glicerina.

e) extraer la glicerina purificada de la unidad de electrodiálisis.

2. El proceso de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque comprende adicionalmente el paso de diluir la glicerina neutralizada antes de ser alimentada a la unidad de electrodiálisis.

3. El proceso de conformidad con la reivindicación 2, caracterizado porque la glicerina se diluye con agua hasta el 50%.

4. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque comprende adicionalmente el paso de clarificar la glicerina extraída con un agente adsorbente.

5. El proceso de conformidad con la reivindicación 4, caracterizado porque el agente adsorbente se selecciona del grupo que comprende carbón activado, arcillas y resinas de intercambio iónico.

6. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque comprende el paso adicional de eliminar el agua presente en la glicerina que ha sido tratada.

7. El proceso de conformidad con la reivindicación 6, caracterizado porque la eliminación de agua se realiza mediante evaporación.

8. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque, en la unidad de electrodiálisis, la densidad de corriente aplicada es de 100 a 500 A/m^2.

9. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado porque la acidificación se realiza hasta obtener un pH de 4 a 5.

10. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la acidificación se realiza con acido clorhídrico, ácido sulfúrico ó ácido fosfórico.

11. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque el tratamiento con la base se realiza hasta obtener un pH de 6.

12. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la acidificación se realiza con hidróxido de sodio, borohidruro sódico, hidróxido de calcio, hidróxido de potasio ó mezclas de los mismos.

13. El proceso de conformidad con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el procedimiento se realiza de forma continua.

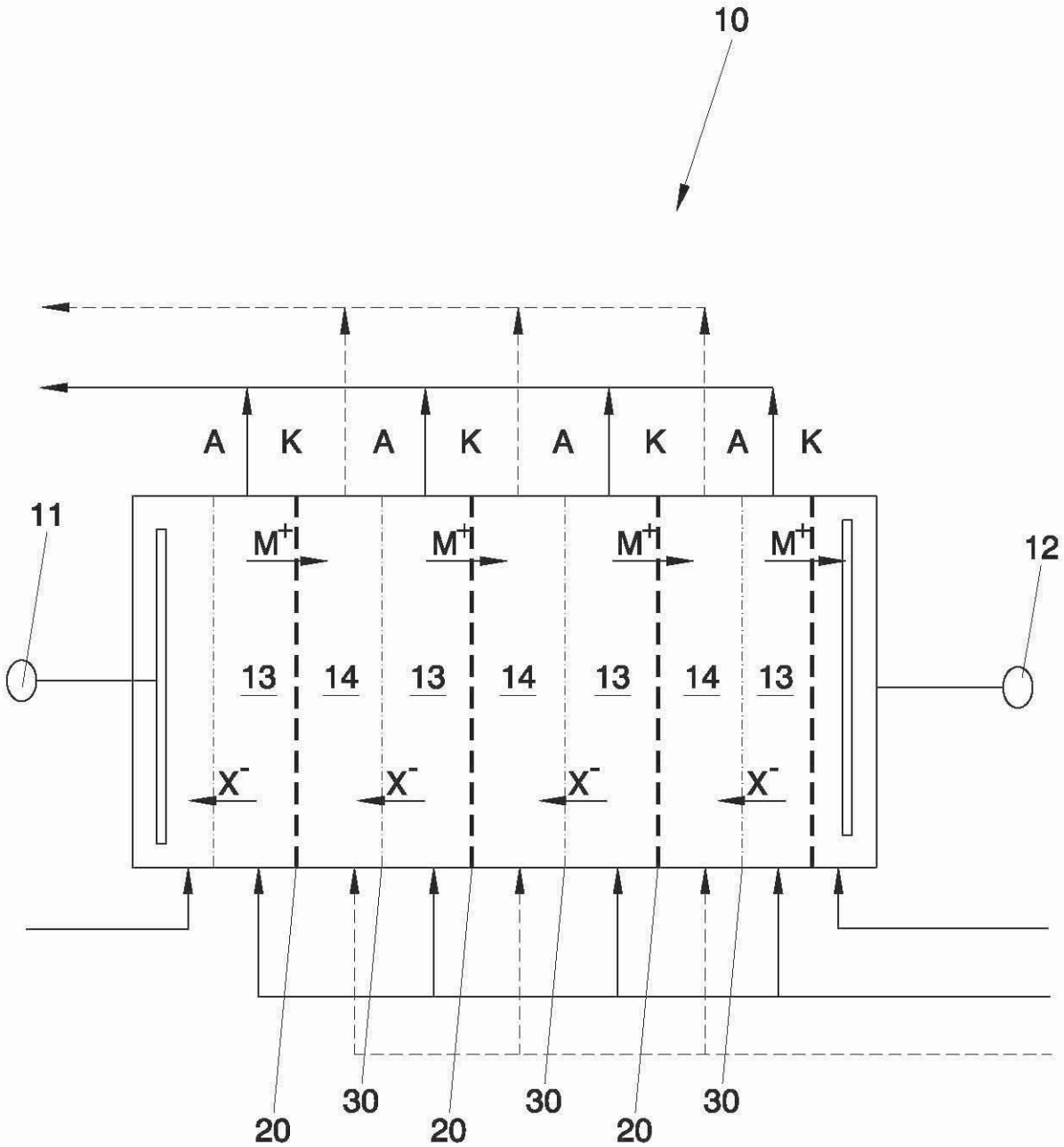

FIG. 1

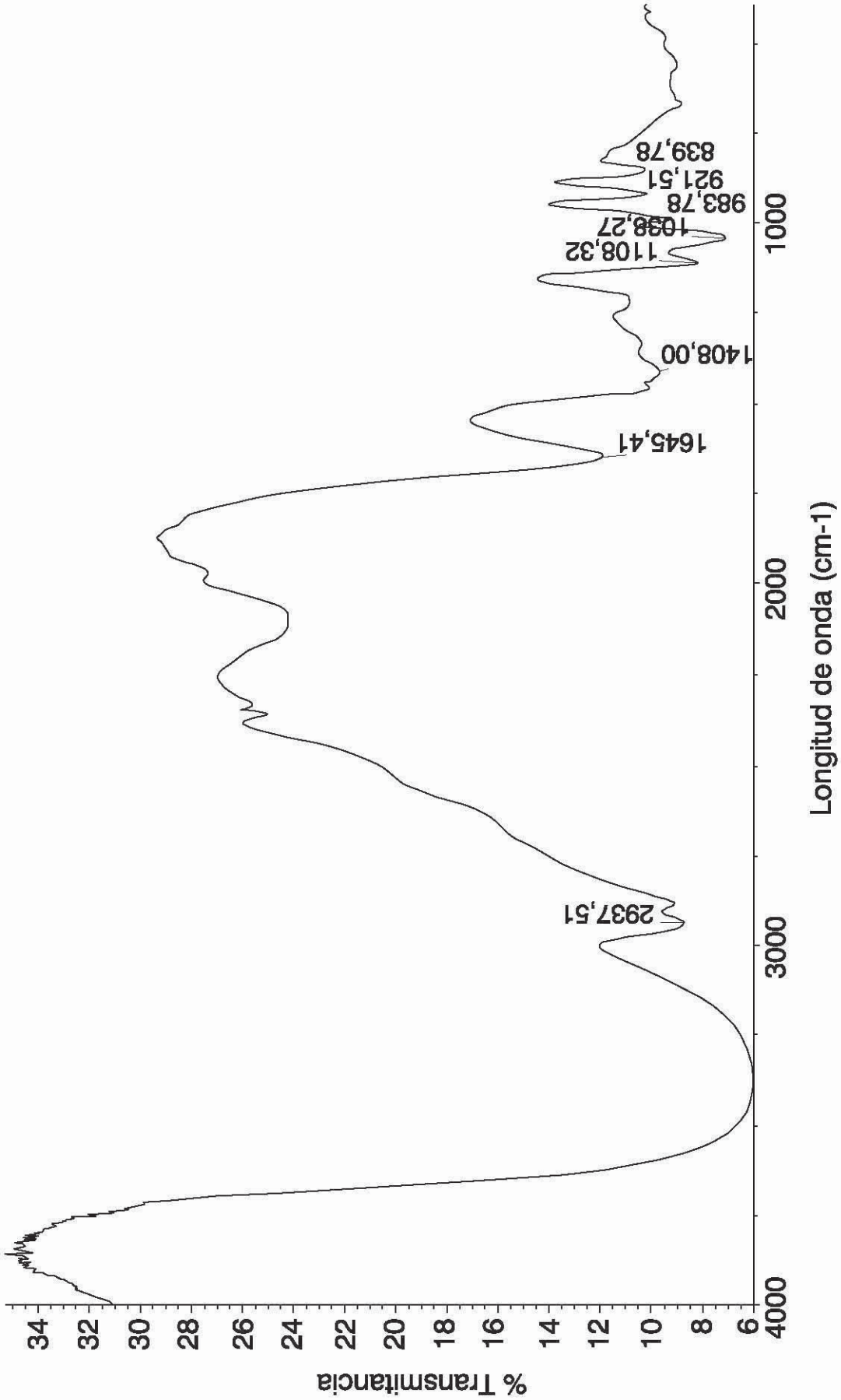
% Transmitancia
34
32
30
28
26
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4000
3000
2000
1000
Longitud de onda (cm-1)
2937,51
1645,41
1408,00
1108,32
1038,27
983,78
921,51
839,78

FIG. 2

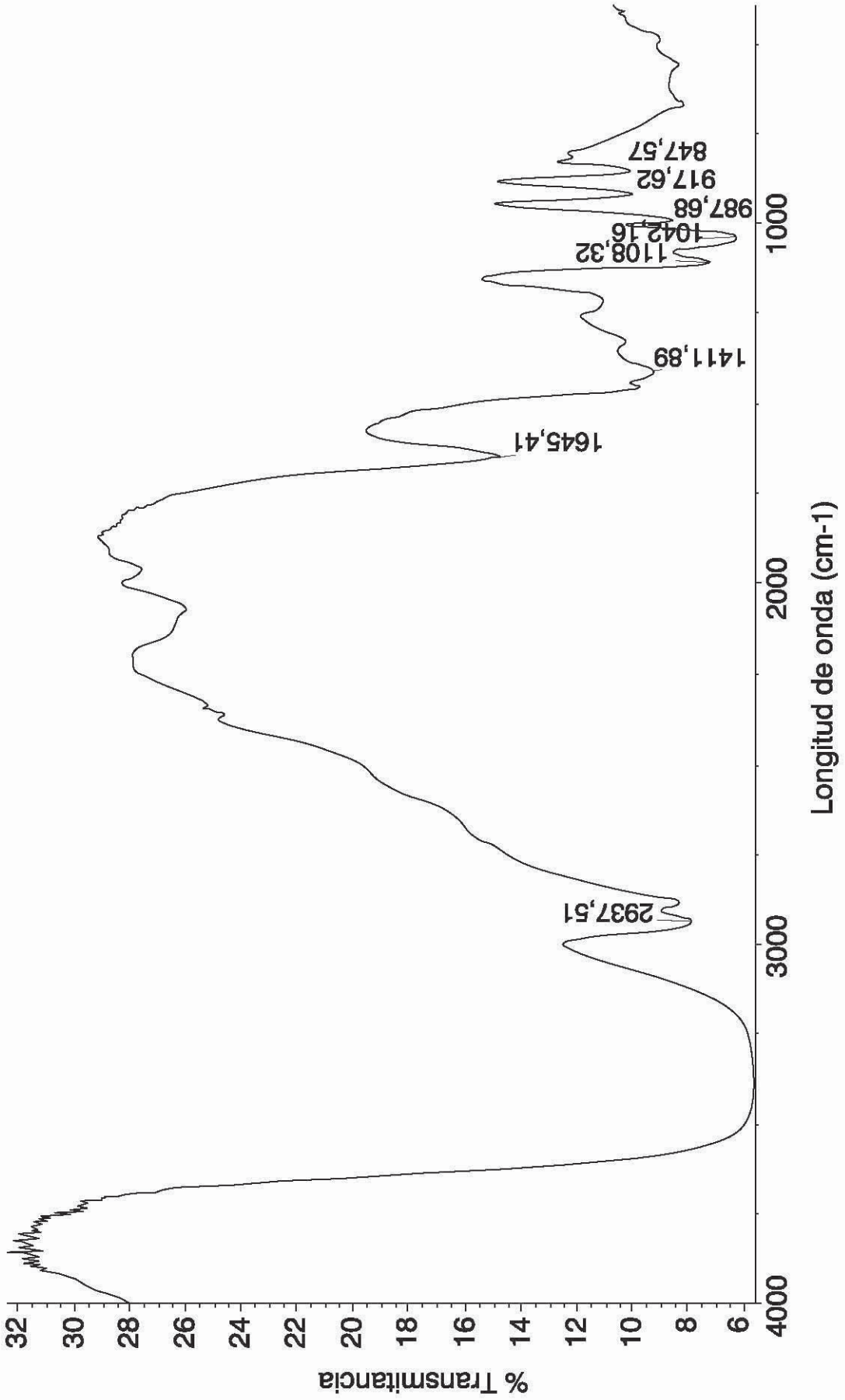
% Transmitancia
32
30
28
26
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4000
3000
2000
1000
Longitud de onda (cm-1)
2937,51
1645,41
1411,89
1108,32
1042,16
987,68
917,62
847,57

FIG. 3

OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(21) N.º solicitud: 201031399

(22) Fecha de presentación de la solicitud: 20.09.2010

(32) Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

(51) **Int. Cl. :** Ver Hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	LORENZO, L. et al. "Purificación de la glicerina obtenida como subproducto del biodiesel". Ingeniería Química. 482. Mayo 2010. 96-100.	1-13
A	WO 2009005767 A1 (ARCHER DANIELS MIDLAND CO et al.) 08.01.2009, ejemplos 1,9.	1-13
A	EP 2198947 A1 (AQUAFUEL RES LTD) 23.06.2010, párrafos [1-2],[19-32].	1-13
A	SCHAFFNER, F. et al. "Comparison of diester waste treatment by conventional and bipolar electrodialysis". Desalination 170 (2004) 113-121.	1-13
A	SDRULA, N. "A study using classical or membrane separation in the biodiesel process". Desalination 250 (2010) 1070-1072.	1-13

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia
Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría
A: refleja el estado de la técnica
O: referido a divulgación no escrita
P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud
E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones ☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe	Examinador	Página
21.09.2011	B. Aragón Urueña	1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

B01D61/42 (2006.01)
B01D61/44 (2006.01)
B01D61/58 (2006.01)
C07C29/76 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

B01D, C07C

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, XPESP

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 21.09.2011

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones		**SI**
	Reivindicaciones	1-13	**NO**
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones		**SI**
	Reivindicaciones	1-13	**NO**

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	LORENZO, L. et al. "Purificación de la glicerina obtenida como subproducto del biodiesel". Ingeniería Química. 482. Mayo 2010. 96-100.	

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un proceso para purificar glicerina derivada en la obtención de biodiesel.

El documento D01 divulga un proceso para purificar glicerina derivada en la obtención de biodiesel que comprende las etapas de acidificar la glicerina hasta pH de 4 a 5, tratar la glicerina acidificada con una base hasta alcanzar un pH de 6 para después ser diluida al 50% en agua, alimentar la glicerina a una unidad de electrodiálisis, aplicar una diferencia de potencial entre el ánodo y el cátodo con una densidad de corriente de 100-500 A/m2 y extraer la glicerina purificada. La glicerina extraída se clarifica con un agente adsorbente y finalmente se elimina el agua mediante evaporación

El objeto de la invención recogido en las reivindicaciones 1-13 de la solicitud relativo a un procedimiento para purificar glicerina mediante electrodiálisis ya es conocido a la vista del documento D01. Por lo tanto dichas reivindicaciones no son nuevas (Art. 6.1 Ley Patentes).