

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 545 900**

51 Int. Cl.:

C11C 3/04 (2006.01)

C10L 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.07.2003 E 03740828 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2015 EP 1644470**

54 Título: **Procedimiento para la producción de biodiésel**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
16.09.2015

73 Titular/es:

**PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. PETROBRAS
(100.0%)
Avenida Republica do Chile 65
CEP-20031-912 Rio de Janeiro, RJ, BR**

72 Inventor/es:

**KHALIL, CARLOS, NAGIB y
LEITE, LUCIA CRISTINA FERREIRA**

74 Agente/Representante:

GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro

ES 2 545 900 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

Procedimiento para la producción de biodiésel.

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento integrado para la producción de biodiésel de ésteres alquílicos de ácidos grasos de cadena larga procedentes de aceites vegetales para el uso como combustible o como aditivos para combustible, y productos secundarios económicamente viables, estando tales ácidos grasos presentes en 10 semillas oleaginosas. Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de biodiésel por transesterificación, en la que en lugar de hacer reaccionar alcohol y aceite extraído de semillas de ricino son las semillas de ricino mismas las que se hacen reaccionar con alcohol en presencia de un catalizador alcalino, para proporcionar un producto combustible constituido por monoésteres etílicos de los ácidos grasos presentes en aquellas semillas. Asimismo se obtiene glicerina, un producto amiláceo exento de ricina que es útil 15 para la formulación de alimentos para el ganado y que se puede usar también como materia prima para producir alcohol etílico o como fertilizante, y finalmente un producto rico en minerales procedente de la vaina de las semillas de ricino que se puede utilizar como fertilizante.

Antecedentes

20 Los productos conocidos o clasificados como biodiésel son combustibles líquidos sintéticos obtenidos a partir de materias primas renovables y constituidos por mezclas de monoésteres alquílicos de ácidos grasos de cadena larga procedentes de aceites vegetales o grasa animal.

25 Se conoce el uso de estos productos como combustible, bien como tales o bien en mezcla con otros productos. La especificación internacional de referencia para este tipo de productos es la "Especificación Provisional para Mezclas de Combustibles Biodiésel (B100) para Combustibles de Destilación" definida por la Sociedad Americana para el Ensayo de Materiales (ASTM) y designada con PS 121 - 99.

30 Los procedimientos convencionales para la producción industrial de este tipo de combustibles son los procedimientos unitarios de transesterificación en los que los triglicéridos que constituyen los aceites vegetales o las grasas animales se hacen reaccionar con alcoholes inferiores en presencia de catalizadores ácidos o básicos.

La patente de EE.UU. 4,695,411 expone uno de estos procedimientos para producir una composición de 35 monoésteres de ácidos grasos que es útil como combustible para un motor diésel como sustituto de gasóleo. De acuerdo con la enseñanza de dicha patente de EE.UU., la transesterificación de aceites o grasas de origen vegetal o animal se efectúa en tres pasos diferenciados usando cuatro alcoholes anhidros o hidratados diferentes en presencia de catalizadores ácidos o básicos.

40 Un procedimiento similar se describe en la patente de EE.UU. 4,364,743, que proporciona una lista de aceites vegetales que se hicieron reaccionar con diferentes alcoholes en presencia de los catalizadores siguientes: alcóxido de sodio, hidróxido de sodio o de potasio y tetrahidropropóxido de titanio (catalizadores básicos) o los ácidos sulfúrico, alquilsulfónico o arilsulfónico.

45 Otros documentos presentan procedimientos similares con modificaciones en los pasos de producción de otros tipos de biodiésel, pero ninguno de ellos menciona el uso directo de las semillas oleaginosas como materia prima para la reacción de transesterificación. Estos documentos son las patentes US 5,525,126, US 6,015,440, US 6,174,501 y US 6,211,390.

50 Otras patentes, como por ejemplo las patentes US 5,578,090, US 6,017,369 y US 6,129,773, enseñan y prueban la viabilidad técnica del uso de varios tipos de biodiésel, bien como tales o bien en mezcla con diésel de petróleo, como combustible para motores estacionarios o de vehículos.

De una manera u otra y con diferentes niveles de sofisticación, la característica básica de estos procedimientos de la 55 técnica anterior es siempre una transesterificación de triglicéridos de aceite vegetal o grasa animal con alcoholes inferiores primarios catalizada por un catalizador ácido o básico, soluble o insoluble. El refinamiento del producto y de los productos secundarios (ésteres y glicerina) se realiza con diferentes grados de calidad y pureza después de la separación física de las dos fases líquidas formadas en el reactor tras la destilación del exceso de alcohol residual.

Cabe destacar que en todas las patentes citadas el procedimiento se ha de realizar con un aceite vegetal caro purificado o semipurificado, o bien se realiza con una especie de desecho o producto secundario con un bajo contenido en aceite. La mayoría de las veces esto significa una elevada razón coste/beneficio, pues el precio de la materia prima de partida - el aceite vegetal - es mayor que el del producto final de biodiésel. Además, de acuerdo con la técnica del estado de la técnica, el alcohol, bien alcohol metílico o bien alcohol etílico, aun reciclado o recuperado parcialmente, debe ser suministrado por fuentes externas. Es por esta razón que, pese al enorme interés de los gobiernos de varios países en la tecnología y producción de biodiésel, todavía se requieren cuantiosas subvenciones para el suministro de biodiésel a las gasolineras. Por el contrario, el procedimiento de la presente solicitud, al realizar la reacción de transesterificación con semillas y generar todo el alcohol etílico de reacción necesario aparte de otros coproductos valiosos tales como glicerina pura, fertilizantes agrícolas y alimento para el ganado, prescinde de subvenciones y se puede producir industrialmente a un coste razonable sin ninguna carga para la economía.

La patente brasileña PI BR 8003739 expone un procedimiento para la extracción de aceites vegetales de semillas para obtener un combustible usando alcohol metílico o etílico, con la transformación parcial concomitante del aceite en ésteres metílicos o etílicos que son solubles en los alcoholes correspondientes. El combustible así obtenido es útil para motores diésel o similares. A pesar de la reacción de transesterificación descrita y el combustible resultante, la técnica de dicha patente brasileña no conduce a un producto de biodiésel según se especifica en el método PS 121-99 de la ASTM antes citado. Para empezar, en el momento en que se realizaron las investigaciones que condujeron a dicha patente, el término biodiésel se refería al aceite vegetal propiamente dicho, tal y como se usa en los motores diésel. Puesto que el diésel de petróleo contiene moléculas hidrocarbonadas C_8-C_{22} y el aceite vegetal restos $C_{12}-C_{18}$ unidos a un resto glicerol, la similitud de las moléculas dio lugar a experimentos para sustituir las moléculas derivadas del petróleo por aceites vegetales. Cabe señalar que el calentamiento hasta el punto de ebullición del alcohol etílico usado en el procedimiento del documento PI BR 8003739 introduce componentes vegetales presentes en las semillas que son nocivos para el combustible producido, tales como pigmentos, vitaminas, fosfolípidos generadores de goma e incluso aceites esenciales. El catalizador usado, NaOH, proporciona jabones que deberán ser eliminados del producto final. Asimismo queda en el producto final glicerol libre que al quemarse en el motor genera acroleína, un potente agente carcinógeno. En base a la estequiometría de la reacción, la cantidad de glicerol asciende a cerca del 10% en peso del producto final. Esta cantidad supera con creces la permitida por la presente ASTM PS 121-99, limitada al 0,02% en peso.

Por lo tanto, y pese a los desarrollos del estado de la técnica, la técnica sigue necesitando un procedimiento económicamente viable para la preparación de biodiésel en el que la transesterificación de los triglicéridos presentes en una semilla oleaginosa se efectúe directa e íntegramente en estas semillas, prescindiendo del paso de extracción del aceite de estas semillas y de la necesidad de suministrar alcohol etílico desde fuentes externas y produciendo al mismo tiempo glicerina pura y valiosos coproductos agrarios, como el procedimiento que se describe y reivindica en la presente solicitud.

Resumen de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de biodiésel para combustible, usándose en el procedimiento directamente las semillas de ricino como materia prima para promover la transesterificación de los aceites vegetales contenidos en dichas semillas con alcohol etílico, catalizándose la reacción mediante un catalizador básico. De este modo es posible obtener tasas de conversión extremadamente altas sin la generación de jabón, presentando el combustible biodiésel producido una polaridad suficiente como para permitirle funcionar como codisolvente en la estabilización de mezclas de etanol anhidro o hidratado con productos relacionados con el petróleo, tales como gasóleo y gasolina usados actualmente en Brasil.

Aun así, la invención hace posible, mediante la reacción de transesterificación, la producción de todo el alcohol etílico necesario en un procedimiento de fermentación de carbohidratos convencional de una parte de la torta de filtro residual de la reacción.

Además, la presente invención promueve la conversión de la vaina y los residuos finales en un fertilizante agrícola.

Más aún, puesto que la torta de filtro carece de ricina, la presente invención hace posible el uso de la torta de filtro residual como componente constituyente de alimentos para el ganado.

Aun así, la presente invención proporciona la separación por decantación de la glicerina obtenida, que se puede usar como materia prima en industrias relacionadas.

La presente invención proporciona asimismo un procedimiento económicamente viable para la producción de biodiésel que prescinde de cualquier subvención gubernamental para su comercialización.

5 La presente invención proporciona un procedimiento sostenible para la producción de biodiésel. Específicamente, la presente invención proporciona:

[1] Un procedimiento para la producción de biodiésel, comprendiendo dicho procedimiento los pasos siguientes: a) la preparación, tras el procesamiento y el secado de las semillas oleaginosas alimentadas, de una suspensión
10 homogénea de semillas oleaginosas y un alcohol anhidro en un reactor en una cantidad de 4:1 a 0,5:1 en partes a temperatura ambiente para obtener una emulsión; b) la adición de un catalizador de alcóxido alcalino a la emulsión obtenida en a), ascendiendo la cantidad de catalizador a entre 0,1 y 5% en peso, respecto al peso de las semillas, y permitiendo que la reacción de transesterificación transcurra durante 30 a 90 minutos a temperaturas comprendidas entre 45 y 55°C para obtener los ésteres alquílicos deseados con una tasa de conversión del 98 al 100%; c) la
15 separación por filtración de los ésteres alquílicos producto, obteniendo una fase líquida y una fase sólida; d) la retirada del alcohol de la fase líquida por destilación y la decantación de la fase restante, la glicerina y los ésteres alquílicos deseados; e) el secado y el tamizado de la fase sólida, obteniendo carbohidratos para la fermentación o la alimentación de ganado y vainas para la formulación de fertilizantes.

20 [2] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que la semilla oleaginosa es una semilla de girasol, colza, soja o cacahuete.

[3] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que la semilla oleaginosa es una semilla de ricino.

25 [4] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que el catalizador es etanoato de sodio o de potasio usado en una cantidad de 0,3% en peso a 1,5% en peso, respecto al peso de las semillas.

[5] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que la reacción se efectúa entre 45 y 55°C durante 40 a 60 minutos.

30 [6] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que el alcohol usado en dicho procedimiento se recicla por completo.

[7] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que los productos de reacción, los ésteres alquílicos, se neutralizan y se formulan como biodiésel adecuado para el uso como combustible.

35 [8] Un procedimiento de acuerdo con [1], en el que los productos de reacción, los ésteres alquílicos, se neutralizan y se formulan como codisolventes en mezclas de gasóleo y gasolina con alcohol etílico anhidro o hidratado.

Breve descripción del dibujo

40 La FIGURA 1 adjunta es un diagrama de flujo que ilustra el procedimiento de la invención.

Descripción detallada de las realizaciones preferidas

45 El presente procedimiento se dirige a la producción de un combustible biodiésel directamente a partir de semillas oleaginosas por transesterificación de los triglicéridos presentes en las semillas oleaginosas, tales como soja, cacahuete, girasol y colza, estando adaptado especialmente a las semillas de ricino y alcohol etílico anhidro en presencia de un catalizador alcalino.

50 El procedimiento se puede llevar a cabo en modo continuo o discontinuo o alternando los modos continuo y discontinuo.

La semilla a la que se ha de aplicar el procedimiento de transesterificación de la invención para la producción de biodiésel puede ser cualquier semilla oleaginosa rica en triglicéridos, es decir, una semilla que presente entre un
55 15% y un 70% en peso de triglicéridos esterificables respecto al peso total de la semilla.

Las semillas útiles para los fines de la invención son, por ejemplo, las de girasol, cacahuete, colza o soja. Se prefiere especialmente la semilla de ricino debido a su fácil producción en tierras magras, con la posibilidad de establecer cultivos asociados con mandioca dulce o judías y cultivos familiares a pequeña escala que prescinden de la tecnología de la agricultura intensiva.

De acuerdo con la presente invención, las semillas se ponen en contacto con un alcohol, preferentemente un alcohol anhidro, por ejemplo alcohol metílico o alcohol etílico, en una cantidad de 4:1 a 0,5:1 partes, preferentemente de 1,5:1 a 0,5:1 partes en peso.

5

La relación óptima entre el alcohol etílico y las semillas dependerá del tipo de semilla y del equipo utilizado. Así, para un equipo no accionado mecánicamente puede ser necesario usar más alcohol etílico para hacer la mezcla fluida y viable. En las instalaciones industriales se pueden usar mezclas menos fluidas. En cualquier caso se ha de reciclar todo el exceso de alcohol.

10

Cabe destacar que, de acuerdo con la invención, el alcohol empleado es el agente de esterificación, el disolvente de la reacción, así como el vehículo para la fase sólida. Por lo que respecta únicamente a la reacción de transesterificación, la cantidad de alcohol etílico asciende a aproximadamente un 15% respecto al aceite contenido en la semilla. Las semillas de ricino contienen un 50% en peso de aceite.

15

Con el fin de facilitar el contacto y acelerar la reacción, el reactor está dotado de una hélice adecuada que convierte la masa de reacción en una suspensión homogénea después de un periodo de 15 a 30 minutos.

Una vez formada la suspensión, y con el fin de desplazar la reacción de transesterificación de los triglicéridos hacia los productos, se usa normalmente un catalizador.

20

Los catalizadores útiles para la práctica de la invención son alcóxidos alcalinos o, preferentemente, una solución alcohólica de etanoato de sodio o de potasio o tetrahidropropóxido de titanio. La cantidad de catalizador se encuentra entre 0,1 y 5,0%, preferentemente entre 0,3 y 1,5% en peso respecto al peso de las semillas alimentadas.

25

La reacción de transesterificación transcurre a una temperatura de 45°C a 55°C durante un periodo de 30 a 90 minutos, cuando se alcanza una conversión del 98 al 100% de los triglicéridos en monoésteres de ácidos grasos.

Una vez finalizada la reacción, los productos calientes se separan por filtración de la masa de reacción, seguida de una destilación atmosférica del alcohol etílico que queda en la fase líquida que abandona el filtro. Una vez finalizada la recogida del alcohol condensado, el líquido del destilador se transfiere a un depósito de decantación, en el que reposará durante un periodo suficiente para separar la glicerina bruta (fase inferior) de los ésteres etílicos (fase superior). Una vez recogidas, la fase de glicerina y la fase de los ésteres se conducen a diferentes columnas de neutralización (una para cada producto), estando las columnas rellenas de resinas de intercambio iónico ligeramente ácidas.

35

La torta de filtro se usa como fuente para la producción de alcohol y se puede reciclar posteriormente al procedimiento o usar como alimento para el ganado.

40 Las vainas de las semillas también se utilizan como producto agrario.

La invención se describirá ahora en base al diagrama de flujo de la figura 1 adjunta a la presente memoria descriptiva.

45 Antes del procedimiento propiamente dicho, las semillas de ricino alimentadas (11) se procesan (12) con la ayuda de tamices vibrantes provistos de una salida de aire caliente con el fin de eliminar los elementos vegetales extraños y se secan hasta que el contenido en humedad sea inferior al 0,5% en peso.

Tras abandonar los tamices, las semillas alimentadas (11) se alimentan directamente en un reactor (14). A continuación se vierte alcohol anhidro, procedente de un depósito de almacenamiento (10), sobre las semillas. La alimentación heterogénea del reactor (14) se tritura después a temperatura ambiente. A continuación se añade al reactor (14) el catalizador (13) sin calentar y después se inicia el calentamiento de la masa de reacción con el fin de fomentar la reacción de transesterificación, hasta alcanzar una conversión del 98 al 100% de los triglicéridos en monoésteres de ácidos grasos.

50

55 A continuación, la masa de reacción caliente se filtra (15) y la fase líquida (17) que abandona el filtro se bombea a un destilador (20) en el que el etanol que queda en la fase líquida se destila (21) a presión atmosférica. Una vez finalizada la recogida del alcohol condensado, el líquido del destilador se transfiere a un depósito de decantación (23) en el que reposará durante el periodo de tiempo necesario para separar la glicerina bruta (fase inferior) de los

ésteres etílicos (fase superior). Una vez recogidas, la fase de glicerina (26) y la fase de los ésteres (27) se conducen a diferentes columnas de neutralización (30) y (31) (una para cada producto), estando las columnas (30) y (31) rellenas de una resina de intercambio iónico ligeramente ácida. En la tabla 2 siguiente se exponen los análisis típicos de los dos tipos de productos obtenidos en los experimentos.

- 5 Una vez recuperada del revestimiento del filtro prensa (15), la fase sólida (16) se seca en un horno de vacío (19) a 45°C durante aproximadamente 16 h para recuperar el etanol residual (18) aún retenido en la masa. A continuación, la harina seca se tamiza (22) en un conjunto de tamices vibrantes para separar los sólidos más finos con una granulometría inferior a 20 mm, es decir, la fracción de carbohidratos (24). Esta fracción (24) se someterá después a un procedimiento de hidrólisis y fermentación (28) para que, después de la destilación atmosférica (32) del residuo que queda en el depósito de fermentación, se pueda producir etanol para constituir la alimentación de etanol en el reactor de transesterificación (14). Este paso no es necesario cuando la harina se destina a la alimentación del ganado.
- 10
- 15 Para la fracción más gruesa de la harina, constituida principalmente por las vainas (25) de las semillas, esta fracción más gruesa se muele en un molino de bolas (29) hasta alcanzar una granulometría aproximada de 20 mm. A continuación se añaden suplementos minerales necesarios para constituir las formulaciones (33) de los fertilizantes (37), adecuados para el uso en el propio cultivo de semillas de ricino.
- 20 La reacción de transesterificación de triglicéridos realizada con las semillas mismas que contienen esos triglicéridos no solo simplifica el procedimiento, sino que también lo hace más interesante económicamente, puesto que:
- a) baja el coste de la materia prima al prescindir del uso de aceites vegetales que requieren un procesamiento previo para ser extraídos de las semillas y refinados posteriormente;
- 25 b) un procedimiento de fermentación convencional basado en los carbohidratos presentes en la torta de semillas residual de la reacción separada de la fase alcohólica que contiene los ésteres y glicerina proporciona alcohol etílico que se puede usar en la reacción;
- 30 c) permite reutilizar las vainas, los desechos y las cenizas producidas durante los pasos de limpieza, desvainado y secado de las semillas, proporcionando un fertilizante que se puede usar en el propio cultivo de semillas de ricino.

Además, el presente procedimiento es respetuoso con el medio ambiente, puesto que:

- 35 a) no produce residuos que no se pueden procesar;
- b) su producto principal, que se ha de usar como sustituto del gasóleo, es menos contaminante y ahorra petróleo, lo que es potencialmente importante para los países que no producen petróleo o los países que no lo producen en cantidades suficientes y que están obligados a importar petróleo para obtener gasóleo.
- 40

La presente invención se ilustrará ahora mediante el ejemplo siguiente, que no debe entenderse como limitante de la misma.

Ejemplo

- 45 Se añadieron a un reactor 1.000 g de semillas de ricino brutas (*Ricinus communis* L.) de la variedad brasileña conocida como "Bull Heart", procesadas como se ha descrito anteriormente, junto con 800 g de alcohol etílico y se trituraron bajo agitación vigorosa a temperatura ambiente hasta que la masa de reacción se convirtió en una suspensión homogénea y fluida.
- 50 A continuación se incorporaron a la mezcla 40 g del catalizador de alcóxido de sodio y se llevó a cabo la reacción de transesterificación de dichas semillas durante 1 hora a presión atmosférica y una temperatura constante de 50°C, bajo agitación moderada y reflujo.
- 55 Después, la carga del reactor se enfrió a 40°C y se filtró, proporcionando 600 g de una fase sólida y 1.240 g de un filtrado a partir del cual, una vez destilado a presión atmosférica, se recuperaron 680 g de condensado de alcohol etílico bruto y 560 g de un residuo líquido que quedó en el destilador y que constituía una mezcla de ésteres, glicerina y otros productos secundarios.

Una vez transferido a un decantador en el que se mantuvo durante dos horas a una temperatura ambiente de aproximadamente 25°C, este residuo presentó dos fases diferenciadas que, tras su separación, proporcionaron 55 g de glicerina bruta (fase inferior) y 505 g de ésteres (fase superior), los cuales, tras la neutralización en una columna provista de una resina de intercambio iónico con sitios ácidos, presentaban las propiedades mostradas en la tabla 1 siguiente.

La fase sólida se secó durante 16 horas a 50°C y una presión de 0,08 MPa (600 mm Hg) en un horno de vacío provisto de un condensador, lo que permitió recuperar otros 80 g de alcohol etílico y 520 g de harina seca.

10 La harina seca se tamizó después en un conjunto de tamices vibrantes que proporcionaron dos fracciones principales. La fracción más fina, con una granulometría inferior a 841 µm (número de malla Tyler 20), pesaba 300 g y se condujo a un procedimiento de fermentación específico para proporcionar alcohol etílico o, de lo contrario, se almacenó y usó como alimento para el ganado.

15 La fracción más gruesa, con una granulometría superior a 841 µm (número de malla Tyler 20), pesaba 100 g y, tras molerla en un molino de bolas hasta un tamaño de grano medio de 841 µm (número de malla 20), se destinó a la formulación de fertilizantes, en la que se añadieron unos pocos suplementos minerales de manera que fuera adecuada para el uso en el propio cultivo de semillas de ricino. Las fracciones intermedias se reprocesaron continuamente.

20

La tabla 1 siguiente enumera las propiedades principales de los ésteres obtenidos en el ejemplo.

TABLA 1

Propiedad	Método	Resultado
Contenido de monoésteres, % en peso	Espectrometría infrarroja	98,9
Índice de acidez, mg de KOH/g	ASTM D 664	0,20
Aspecto	Visual	Claro y transparente
Color ASTM	ASTM D1500	1,5
Glicerina libre, % en peso	Espectrometría infrarroja	0,4
Viscosidad a 40°C, cSt	ASTM D 445	4,6
Densidad a 20/4°C	ASTM D 1298	0,912
Contaminantes, % en volumen	ASTM D 1769	0,7

25

La tabla 2 siguiente expone los resultados obtenidos tras mezclar un 5% en peso y un 10% en peso de los ésteres obtenidos con gasóleo D, el gasóleo metropolitano producido en las refinerías propiedad del solicitante, cuyas propiedades también se indican en la tabla 2. Se puede apreciar que en analogía con los datos típicos para el gasóleo D propiamente dicho, el producto de biodiésel de la invención se puede usar en mezcla con gasóleo D como combustible en vehículos urbanos.

30

Las ventajas para una mejor calidad del aire en las ciudades se manifiestan en el aumento del índice de cetano resultante que posibilita una combustión más completa del combustible en los motores de autobuses y camiones, lo que finalmente reduce la contaminación.

35

Asimismo se produce una reducción correspondiente del contenido en azufre por dilución, considerándose el azufre también un contaminante importante que se genera en la combustión del gasóleo convencional.

40 Cabe destacar asimismo que la presencia de un grupo hidroxilo (14,7% de oxígeno) en la molécula de los ésteres etílicos del aceite de ricino (91% de ricinoleato de etilo) confiere a estos productos una polaridad adicional. Esta les permite actuar como codisolventes para estabilizar las mezclas de alcohol etílico anhidro o hidratado con gasóleo y gasolina a niveles mucho mayores que los obtenidos en la actualidad.

45 Otra ventaja reside en considerar que la presencia de esos ésteres en estas mezclas ternarias también aumenta la tolerancia de las mismas a la contaminación con agua, de manera que resisten más tiempo a la estratificación no deseada del alcohol etílico que se produce generalmente en los depósitos de almacenamiento de biodiésel y gasolina.

A partir de los datos de la tabla 2 siguiente se llega a la conclusión que las propiedades de ambas composiciones de

ES 2 545 900 T3

biodiésel son similares a las de un biodiésel metropolitano normal, como el gasóleo D.

TABLA 2

Propiedad	Método	Gasóleo D típico (1)	Biodiésel A (2)	Biodiésel B (2)
Aspecto	Visual (4)	Apto	Apto	Apto
Color ASTM	ASTM D 1500	L 1,0	L 1,0	L 1,0
Azufre, % en peso	ASTM D 4292	0,184	<10 ppm	<10 ppm
Destilación (50% recuperado), °C	ASTM D 86	281,9	293	298
Destilación (85% recuperado), °C	ASTM D 86	345,8	341	328
Densidad a 20/4°C	ASTM D 4052	0,8490	0,8525	0,8541
Viscosidad a 40°C, cSt	ASTM D 445	3,383	3,664	3,944
Punto de obstrucción del filtro frío °C	IP 309	-5	-6	-8
Corrosividad de cobre	ASTM D 130	1	1	1
Cenizas, % en peso	ASTM D 482	<0,0010	<0,0010	<0,0010
Residuo de carbono Ramsbottom (10% destilación final), % en peso	ASTM D 524	9	9	9
Índice de cetano	ASTM D 613	41	46	48
Agua y sedimentos, % en peso	ASTM D 1769	Cero	Cero	Cero
Observaciones: (1) Technical Rules National Fuels Department - 02/97 - Reglamento 32 del 4 de agosto de 1997 (2) 95% en vol. de gasóleo D y 5% en vol. de los ésteres del ejemplo (3) 90% en vol. de gasóleo D y 10% en vol. de los ésteres del ejemplo (4) Claro y exento de impurezas				

5

Un estudio realizado por el solicitante sobre la viabilidad económica del presente procedimiento ha indicado que teniendo en cuenta el coste de la materia prima, es decir de las semillas, el alcohol etílico (prácticamente ningún coste puesto que es un coproducto), el catalizador y los costes del procedimiento, y por otra parte los beneficios derivados del producto principal, el biodiésel, así como de los coproductos glicerina de grado técnico, alimento para el ganado y fertilizante, da como resultado un precio final para el biodiésel en torno a 0,30 US\$ por litro, que es altamente competitivo.

10

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de biodiésel, comprendiendo dicho procedimiento los pasos siguientes:
5
- a) la preparación, tras el procesamiento y el secado de las semillas oleaginosas alimentadas, de una suspensión homogénea de semillas oleaginosas y un alcohol anhidro en un reactor en una cantidad de 4:1 a 0,5:1 en partes a temperatura ambiente para obtener una emulsión;
- 10 b) la adición de un catalizador de alcóxido alcalino a la emulsión obtenida en a), ascendiendo la cantidad de catalizador a entre 0,1 y 5% en peso, respecto al peso de las semillas, y permitiendo que la reacción de transesterificación transcurra durante 30 a 90 minutos a temperaturas comprendidas entre 45 y 55°C para obtener los ésteres alquílicos deseados con una tasa de conversión del 98 al 100%;
- 15 c) la separación por filtración de los ésteres alquílicos producto, obteniendo una fase líquida y una fase sólida;
- d) la retirada del alcohol de la fase líquida por destilación y la decantación de la fase restante, la glicerina y los ésteres alquílicos deseados;
- 20 e) el secado y el tamizado de la fase sólida, obteniendo carbohidratos para la fermentación o la alimentación de ganado y vainas para la formulación de fertilizantes.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la semilla oleaginosa es una semilla de girasol, colza, soja o cacahuete.
25
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la semilla oleaginosa es una semilla de ricino.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el catalizador es etanoato de sodio o de potasio usado en una cantidad de 0,3% en peso a 1,5% en peso, respecto al peso de las semillas.
30
5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la reacción se efectúa entre 45 y 55°C durante 40 a 60 minutos.
- 35 6. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el alcohol usado en dicho procedimiento se recicla por completo.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los productos de reacción, los ésteres alquílicos, se neutralizan y se formulan como biodiésel adecuado para el uso como combustible.
40
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que los productos de reacción, los ésteres alquílicos, se neutralizan y se formulan como codisolventes en mezclas de gasóleo y gasolina con alcohol etílico anhidro o hidratado.

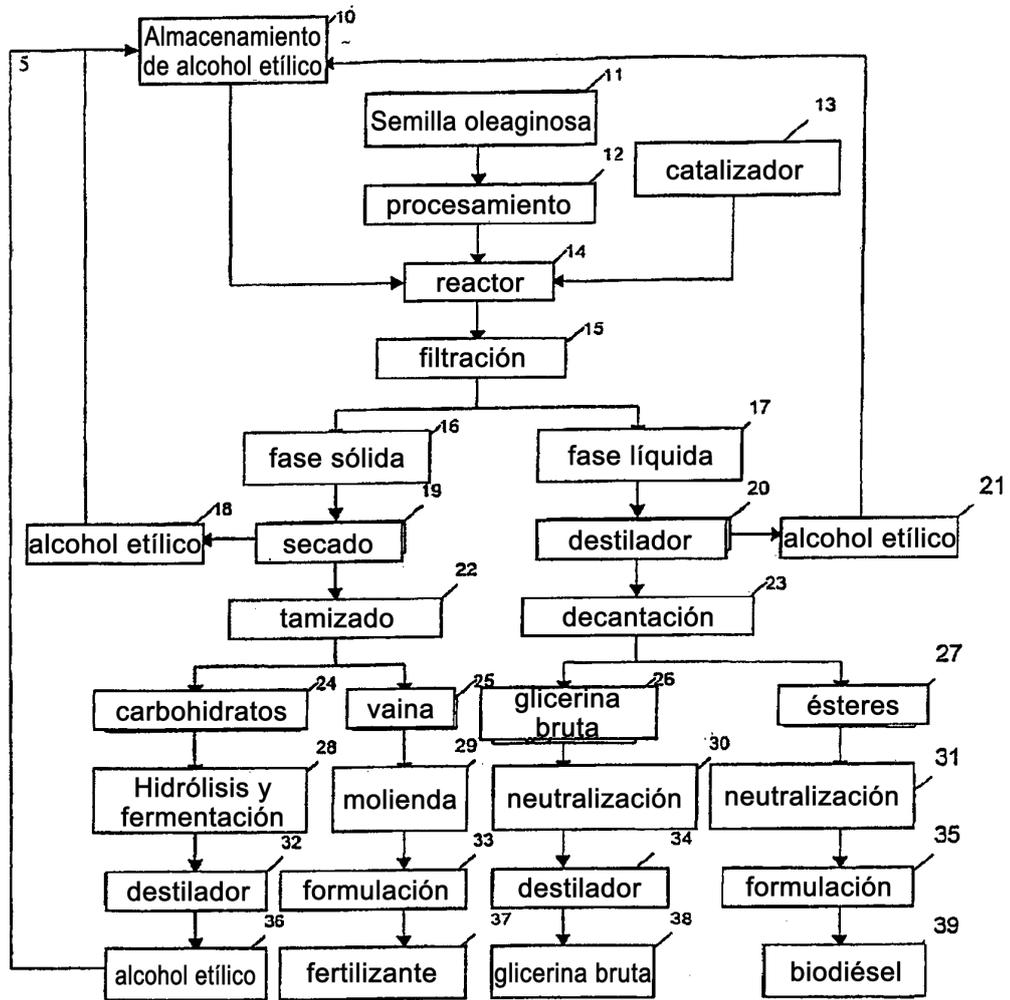


Figura 1