

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 685 273**

51 Int. Cl.:

**B01J 31/06** (2006.01)

**B01J 31/02** (2006.01)

**C11C 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.01.2009 E 09151063 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.05.2018 EP 2106853**

54 Título: **Catalizador de gel polimérico álcali homogéneo (HAPJEK) que se puede usar para la producción de éster metílico de ácidos grasos**

30 Prioridad:

**25.01.2008 TR 200800520**

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

**08.10.2018**

73 Titular/es:

**TUBITAK (100.0%)  
IPR Office Ataturk Bulvari, No 221 Kavaklidere /  
Cankaya  
06100 Ankara, TR**

72 Inventor/es:

**UNSAI, MEHMET;  
GUL, OMER FARUK;  
ATAC, OZLEM y  
KARAHAN, SEYMA**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 685 273 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

Catalizador de gel polimérico álcali homogéneo (HAPJEK) que se puede usar para la producción de éster metílico de ácidos grasos

### Objeto de la invención

5 Los combustibles fósiles, especialmente el carbón, aceite y gas natural, tienen una gran importancia para la industria. Sin embargo, los combustibles fósiles son limitados, no renovables, contaminantes y tóxicos. Se estima que la reserva mundial de aceite se agotará hasta 2036 o 2041, si la tasa de consumo es igual a la tasa de las últimas décadas.

10 El biodiésel es una de las fuentes de energía renovables que pueden considerarse como alternativa a los combustibles fósiles. Los combustibles originados a partir de éster que derivan de grasas animales o aceites vegetales, como colza o soja, mediante una reacción de transesterificación usando alcoholes de cadena corta, se denominan Biodiésel.

El biodiésel puede usarse como un combustible directamente o como una mezcla en cualquier proporción con diésel de petróleo. El biodiésel o mezclas de biodiésel-diésel, puede usarse en un motor diésel directamente o con algunas pequeñas modificaciones en el motor.

15 El biodiésel tiene el potencial de ser un sector importante como una fuente de energía. Su uso directo en motores diésel, eficiencia cercana al diésel de petróleo, obtención fácil a partir de grasas animales y vegetales, estructura respetuosa con el medioambiente son razones que incentivan este potencial. El sector del biodiésel también contribuye a la fuerza del trabajo y la economía de la agricultura energética.

20 Como el biodiésel se produce a partir de productos agrícolas que usan CO<sub>2</sub> para la fotosíntesis, no presenta ninguna contribución al ciclo del carbono y efecto de gases invernadero. Puede considerarse como un absorbente natural para las emisiones de CO<sub>2</sub>. Además, se ha probado que, el uso del Biodiésel soporta emisiones menores de CO, SO<sub>2</sub>, PM y HC no combustionados.

25 Cuando se consideran la contaminación del aire y el calentamiento global, sólo en los EE.UU. se emiten 22 giga toneladas de CO<sub>2</sub>/año y 1,5 millones de toneladas de SO<sub>2</sub>/año en la atmósfera debido al uso de combustibles fósiles en los motores de los coches. Debido a las preocupaciones medioambientales y la demanda energética, se requieren fuentes de energía renovables y limpias en lugar de los combustibles fósiles.

Quando se compara con el diésel fósil, la utilización de biodiésel produce un daño en la capa de ozono un 50 % menor. Los compuestos de azufre que causan lluvias ácidas están a niveles despreciables en el combustible biodiésel. La cantidad de CO (gas tóxico) debida a la combustión de biodiésel es un 50 % menor que la de la combustión de diésel.

30 La desventaja del biodiésel en términos de emisiones es las emisiones de NO<sub>x</sub> que muestran un incremento durante la combustión de biodiésel o mezclas de biodiésel-diésel fósil en el motor diésel. Por ejemplo, las emisiones de NO<sub>x</sub> de las mezclas de diésel fósil (80 %)-biodiésel (20 %) son un 2-11 % mayores que las emisiones de NO<sub>x</sub> del diésel fósil.

35 Actualmente, una de las áreas de investigación más importantes sobre fuentes de energía renovables es el Biodiésel. El desarrollo de catalizadores y procesos, diseño de los equipos y estudios genéticos para incrementar el contenido de aceite de la planta son las principales áreas de investigación para producir ésteres metílicos de ácidos grasos a partir de aceites animales y vegetales con alto rendimiento como un combustible alternativo al diésel del petróleo.

### Estado de la Técnica

#### 1. Estado de la técnica de la producción de biodiésel

40 La transesterificación de los aceites es un mecanismo conocido desde mediados de 1800. Al principio, este método se usó para la separación de glicerina para la producción de jabón. Los ésteres metílicos y etílicos eran los subproductos de este proceso. El proceso básico de la transesterificación es que, en presencia de un catalizador, las grasas animales o aceites vegetales reaccionan con un alcohol para producir glicerina y ésteres. En general, los catalizadores homogéneos se están usando en las tecnologías de producción de Biodiésel. Sin embargo, estos catalizadores dan lugar a algunas reacciones no deseadas.

45 El proceso de producción de biodiésel discontinuo tiene, en general, un tiempo de reacción de 1-8 h y el tiempo de separación es 8-16 h. Así, el tiempo requerido para la producción de 3,78 litros (1 galón) de biodiésel es aproximadamente 24 horas. Algunos investigadores han reducido el tiempo del proceso.

50 En la patente US 5.354.878, Connelman et al., usaron aceite refinado y desgomado en un proceso CD. La reacción de transesterificación catalítica (catálisis con álcali) del aceite con alcoholes de bajo peso molecular se lleva a cabo en 3 reactores de columna conectados en serie a una temperatura de 100 °C y bajo presión. En este proceso, la

velocidad de flujo del alcohol y el catalizador en el primer reactor de columna es menor que la de la separación de glicerina de la mezcla. Después, la mezcla de reacción de la que se ha eliminado parcialmente la glicerina se transfiere al segundo reactor de columna. En esta etapa, se separa una gran cantidad de glicerina. La mezcla de reacción se transfiere al tercer reactor de columna y se añade alguna cantidad de alcohol y catalizador en la mezcla. A partir de la tercera columna, la mezcla de reacción se transfiere a una columna de extracción con disolución de tampón acuoso en donde tiene lugar la eliminación de metanol, glicerina, jabón y catalizador. El Biodiésel resultante de la columna de extracción se purifica con agua y se permite la separación de fases. Para la última etapa, se evapora el agua residual que existe en el biodiésel.

En el proceso de Lurgi, la reacción de transesterificación tiene lugar bajo presión atmosférica y 60 °C. Se requiere aceite desgomado y desacidificado como material bruto para este proceso. En presencia del catalizador, el aceite refinado y el metanol reaccionan en un reactor mezclador-de sedimentación en dos etapas. Como la glicerina tomada de la parte inferior del segundo reactor mezclador-de sedimentación contiene metanol y catalizador, se retroalimenta en el primer reactor mezclador-de sedimentación. El metanol contenido en la glicerina tomada de la parte inferior del primer reactor mezclador-de sedimentación se recicla mediante destilación. El biodiésel del segundo reactor se lava con agua para eliminar las impurezas. En la última etapa, el éster metílico se purifica mediante destilación.

En el proceso de Henkel, el biodiésel se produce a partir de aceite no refinado bajo una presión de 9.000 kPa y una temperatura de 240 °C. El exceso de metanol, catalizador y aceite no refinado se calientan hasta 240 °C y se transfieren al reactor. Después, el metanol que no ha reaccionado se elimina del medio y se recupera. La mezcla se lleva al separador y se elimina el 90 % de la glicerina. El éster metílico se neutraliza, se lava con agua y se envía a la columna de destilación para su purificación.

En todos los procesos mencionados anteriormente, la reacción de transesterificación tiene lugar en presencia de un catalizador álcali homogéneo y cada uno de los procesos tiene algunas desventajas. Una desventaja de la transesterificación catalizada por álcali es el proceso de precipitación de la glicerina. Tanto los ésteres de alquilo de ácidos grasos como la glicerina son solubles en metanol. Después de la reacción, el exceso de alcohol en el medio de reacción se comporta como un tensioactivo lo que da lugar a un tiempo muy largo de precipitación para la glicerina.

Otra desventaja de la reacción de transesterificación catalizada por álcali es la neutralización del medio de reacción álcali por la adición de ácido inorgánico. Se requiere, en los procesos continuos, un equipo adicional y, en los procesos discontinuos, un tiempo de reacción adicional para esta operación.

El lavado del biodiésel con agua destilada para eliminar mono- y di-glicérido, glicerina, sal inorgánica y jabón del producto es otra desventaja de la reacción de transesterificación catalizada por álcali. El consumo de agua es bastante alto y se requiere la purificación del agua de desecho.

## 2. Estado de la técnica de las tecnologías de catalizadores que se están usando en la producción de biodiésel

Los catalizadores homogéneos y heterogéneos se están usando en la producción de éster metílico de ácidos grasos. Los catalizadores álcalis como agente aceptor, hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de potasio (KOH), que son solubles en alcohol y pueden formar sus alcóxidos se denominan catalizadores homogéneos. Entre estos catalizadores se está usando especialmente el hidróxido de sodio (NaOH) en varios procesos catalizados por álcali homogéneos como Proceso CD, Proceso de Henkel, Proceso de Lurgi y proceso BIOX. Además, varias patentes como US 6.489.496, US 6.965.043, US 6.174.501 incluyen estudios acerca de la utilización del catalizador hidróxido de sodio (NaOH) en la producción de éster metílico de ácidos grasos. La reacción ácido-base ocurre cuando los catalizadores homogéneos reaccionan con alcoholes. Los alcoholes de cadena corta que son ácidos débiles y el hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de potasio (KOH) que son bases fuertes reaccionan reversiblemente y forman sales de alcohol (alcóxido alcalino). En esta reacción, el subproducto es agua (H<sub>2</sub>O). Una desventaja de las reacciones catalizadas por álcali es la presencia del subproducto agua en el medio. Esta reacción reversible continúa durante la producción de éster metílico de ácido grasos.

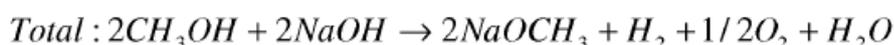
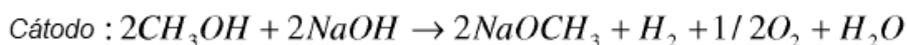
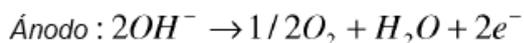


La presencia de agua en el medio apoya la reacción de saponificación durante la formación de éster metílico de ácidos grasos. Esto da como resultado una disminución del rendimiento de la reacción en la producción de éster de alquilo de ácidos grasos. La eliminación del jabón de los ésteres metílicos de ácidos grasos después de la reacción de transesterificación se consigue mediante procesos de precipitación de la glicerina, neutralización con ácido y lavado en múltiples etapas con agua destilada. Todas estas etapas son procesos difíciles y altamente costosos. Además, la purificación del agua de lavado requiere procesos e inversiones adicionales.

Para minimizar la reacción de saponificación, en general, se usa alcóxido de metal. En la patente US 4.895.989 Sandler et al. produjeron la producción de alcóxido de sodio mediante un proceso de pervaporación. En el estudio, se mezclan

5 hidróxidos de metal alcalino y alcoholes de 1-6 carbonos con una proporción de 1:2-1:10 y una temperatura de 80-110 °C y se obtienen alcóxidos de metal. El agua formada después de la reacción se elimina mediante un proceso de pervaporación con una membrana que consiste en alcohol polivinílico. En el proceso, la mezcla de alcohol-agua que se evapora a 80-110 °C se calienta hasta 120 °C y se transfiere a la membrana de pervaporación. El alcohol que no puede pasar a través de la membrana se condensa y se retroalimenta en el sistema de reacción. Se menciona que el agua pasa a través de la membrana y deja el sistema. Las desventajas de este proceso son, dificultad para aplicar el proceso de pervaporación en la industria, problemas de permeabilidad y taponamiento en la membrana de pervaporación y altos costes de calentamiento.

10 En la patente US 2005/0177088 A1, Balagopal et al. obtuvieron una disolución de alcoholato de metal en un proceso electrolítico. Según este estudio, el metóxido de sodio contenido en el metanol se produce usando metanol e hidróxido de sodio. La celda de la disolución anódica contiene hidróxido de sodio y la celda catódica contiene metanol. Ambas celdas están separadas por una membrana cerámica de NaSICON que es permeable a sodio de manera selectiva bajo corriente. Las reacciones que tienen lugar en el ánodo y el cátodo se proporcionan a continuación.



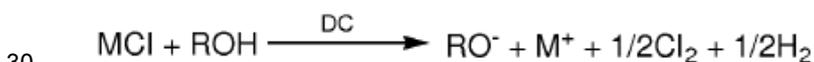
15 Se especifica que la intensidad de la corriente aplicada a la membrana cerámica es 100 mA/cm<sup>2</sup>. Se demuestra que se obtiene una disolución de 25-28 % en peso en este sistema. La permeabilidad de la membrana cerámica y el taponamiento de la membrana, coste del consumo de energía en el proceso de la electrolisis, eliminación del agua que se forma en la electrolisis a partir del producto, características inflamables y explosivas del hidrógeno formado en la reacción son desventajas de este proceso.

20 En la patente US 5.262.133, Adams et al. desarrollaron un proceso en el que se produce alcoholato de sodio a partir de amalgamar y se produce el reciclado de mercurio de la amalgama. En este proceso, se resalta que se separa metilato de sodio del mercurio en presencia de alcoholes de 1-4 carbonos y amalgama de carburo de tungsteno, hierro que contiene altos niveles de carbono, iridio, rutenio y su mezcla. La reacción del proceso es:



25 El uso de Hg, el coste de la separación de mercurio del medio, coste del consumo de energía en la electrolisis, preocupaciones medioambientales debidas al mercurio y características inflamables y explosivas del hidrógeno formado en la reacción son desventajas de este proceso.

Buckholtz et al. en la patente US 5.425.856 probaron que, los alcoholatos alcalino-térreos pueden obtenerse por la reacción electroquímica de sales de sodio y potasio con alcoholes.



Aquí, M es sodio o potasio, ROH es metanol, etanol, propanol o butanol, DC es corriente directa. En este proceso, se obtiene metilato de sodio mediante una celda de Hybinette modificada que está entre semi-celdas en el ánodo y cátodo. Se indica que, la semi-celda del cátodo contiene metanol y disolución de cloruro de sodio, la semi-celda del ánodo contiene metanol y cuando se aplica una corriente directa en el sistema, se obtiene alcóxido de sodio. Aunque el producto alcóxido de sodio se succiona continuamente del sistema, el cloruro de sodio se está alimentando al sistema. Se define que la reacción ocurre aproximadamente a 130 °C y bajo una presión de 30 kPa. El coste del consumo de energía en la electrolisis, las características inflamables y explosivas del hidrógeno formado en la reacción y el coste del proceso de calentamiento en la electrolisis son desventajas de este proceso.

40 La producción de alcóxidos de metales es un proceso altamente costoso. La principal desventaja de los alcóxidos de metales en el proceso de producción de éster de alquilo de ácidos grasos es que dan lugar a una reacción de saponificación con el agua presente en el medio durante la reacción de transesterificación. Si el aceite contiene agua, los alcóxidos de metales se hidrolizan a hidróxidos de metales y prefieren la reacción de saponificación. La neutralización causada por el catalizador alcali homogéneo y el lavado con agua requiere un equipamiento y procesos adicionales como la destilación del agua presente en el éster de alquilo de ácidos grasos después del lavado y purificación del agua usada, de esta manera son necesarios costes adicionales de inversión y operación.

Otro proceso dependiente de catalizador en la producción de éster metílico de ácidos grasos es el proceso catalizado heterogéneo. Dichos catalizadores heterogéneos son compuestos poliméricos específicos de super ácido y base, compuestos orgánicos modificados por impregnación, así como lipasa inmovilizada como catalizadores biológicos.

5 En un estudio por Stern et al. (patente US 5.908.946), se transesterifican grasas animales y aceites vegetales de 6-26 carbonos y alcoholes de cadena corta de 1-5 carbonos en presencia de catalizadores sólidos tales como óxido de cinc, óxido de cinc-óxido de aluminio y óxido de cinc-aluminatos de cinc. Las fórmulas del catalizador sólido son:



10 Los coeficientes x e y son entre 0-2. La reacción de esterificación ocurre en una o más etapas. La eficiencia de la reacción es el 97 % cuando  $x=0,66$  e  $y=1,81$ , proporción aceite de colza/metanol 2:1 (v/v) a 235 °C y bajo una presión de 50 bar. Los productos de la reacción son; monoglicérido: 1,6 %, diglicérido: 1,2 %, triglicérido: 0,08 %. La baja eficiencia de la reacción y el alto coste del proceso debido a la alta temperatura y presión, neutralización de las partículas de catalizador sólido y/o iones liberados en el medio de reacción durante la transesterificación son las desventajas del proceso. Además, la composición del producto no cumple con los estándares EN 14214.

15 Comparado con los procesos de producción de otros catalizadores, la producción de catalizador de gel polimérico álcali homogéneo (HAPJEK) es simple. Excepto por el coste del consumo de energía del equipo de mezclado y transferencia, no hay ningún otro coste. HAPJEK proporciona una reacción de transesterificación rápida, precipitación rápida de la glicerina después de la transesterificación y no requiere neutralización y lavado.

#### Descripción detallada de la invención

20 Esta invención es acerca de un nuevo catalizador homogéneo (catalizador de gel polimérico álcali (HAPJEK)) y del proceso de producción de esta catalizador que proporciona un tiempo más corto de transesterificación (aproximadamente 30 minutos) en la producción de éster de alquilo de ácidos grasos, un tiempo de precipitación muy corto de la glicerina (aproximadamente 10 minutos) y reduce considerablemente el nivel de saponificación que se produce en la reacción de transesterificación catalizada por metóxido de sodio sin ninguna modificación en la configuración del reactor. A lo largo de esta invención, no se requieren los procesos de neutralización y lavado que se usan para la purificación del producto después de la producción de éster de alquilo de ácidos grasos con transesterificación. Además, con esta invención, los ésteres de alquilo de ácidos grasos pueden obtenerse a partir de grasas animales y aceites vegetales crudos sin ningún proceso de refinamiento y a partir de grasas animales y aceites vegetales de desecho sin ningún proceso de filtración y purificación. Esta invención, el catalizador de gel polimérico álcali homogéneo (HAPJEK), es un producto de bajo coste y comprende la utilización de gel de polielectrolito en la producción de éster de alquilo de ácidos grasos con catalizador heterogéneo.

30 El catalizador de gel polimérico álcali homogéneo se produce con una técnica simple y básica. En el procedimiento de producción; se mezclan alcohol de cadena corta e hidróxido de álcali (NaOH o KOH), conjuntamente o separadamente, con el gel de polielectrolito (polielectrolito no iónico, catiónico o aniónico etc.). Los alcoholes de cadena corta (metanol, etanol, alcohol isopropílico, alcohol n-butílico, butanol) que son ácidos débiles e hidróxido de sodio (NaOH) e hidróxido de potasio (KOH) que son bases fuertes reaccionan reversiblemente y se forman sales de alcohol (alcóxidos de álcali). El subproducto agua (H<sub>2</sub>O) que da lugar a la reacción de saponificación y afecta la eficiencia de la reacción de transesterificación es mantenida por el gel de polielectrolito (polielectrolito no iónico, catiónico, aniónico etc.) y la reacción reversible resulta ser una reacción en una dirección favoreciendo a los productos. Además, el gel de polielectrolito, (polielectrolito no iónico, catiónico, aniónico etc.), no reacciona con ninguna sustancia en el medio de reacción. En las reacciones de transesterificación con HAPJEK, el agua (H<sub>2</sub>O) presente en el aceite también es mantenida por el gel de polielectrolito, (polielectrolito no iónico, catiónico, aniónico etc.), de esta manera se restringe la reacción de saponificación. En la reacción en la que reaccionan los aceites y los alcoholes de cadena corta en presencia de HAPJEK, el gel de polielectrolito, (polielectrolito no iónico, catiónico, aniónico etc.), flocula las microemulsiones de glicerina rodeándolas y bloquea las retroreacciones y acelera la reacción. Otra razón para la aceleración de la reacción es el efecto de impureza de la floculación. Se mantiene una precipitación muy rápida de la glicerina debido a la floculación. Además, mediante la floculación, después de la reacción, las moléculas de alcoholatos de metal y jabón presentes en el medio de reacción se neutralizan y precipitan con la glicerina.

El diagrama de flujo de los procesos de producción alternativos de HAPJEK se proporciona en las figuras, que son:

50 **Figura 1** - es el diagrama de flujo del proceso de producción de HAPJEK en una etapa y se muestra el primer proceso discontinuo de producción del catalizador de transesterificación HAPJEK. La característica de este proceso es el uso del 1. reactor (5a) para la obtención de alcóxido de metal. El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 1. (5a). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 1. (5a). El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 1. (5a).

El reactor 1. es un reactor agitado y la velocidad de mezclado no puede superar 700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor 1. (5a). Después de un tiempo de mezclado de aproximadamente 5-30 minutos, preferiblemente 30 minutos, la mezcla se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) mediante una bomba. HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

**Figura 2** - es el diagrama de flujo de la producción de HAPJEK en una etapa cuando el reactor (reactor 2.) (5b) tiene un mezclado con suministro de potencia ultrasónica. El proceso mostrado en la Figura 2 es el proceso de producción discontinuo de HAPJEK y la característica de este proceso es la utilización de suministro de potencia ultrasónica además de un reactor agitado para acelerar la reacción de producción de alcóxido de metal. El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 2. (5b). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 2. (5b). El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 2. (5b). El reactor 2. tiene un suministro de potencia ultrasónica (7). El reactor 2. es un reactor agitado y la velocidad de mezclado no debería superar 700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Debería usarse un suministro de potencia ultrasónica de 10-40 W/L. Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor 2. (5b). Después de un tiempo de mezclado de aproximadamente 5-30 minutos, preferiblemente 15 minutos, la mezcla se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) mediante una bomba. HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

**Figura 3** - es el diagrama de la producción continua de HAPJEK en dos etapas, en la primera etapa de configuración de reactor agitado (5a) (reactor 1.), en la segunda etapa de reactor de tanque con agitación continua (5c) (reactor 3.). El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 1. (5a). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 1. (5a). En el reactor 1. (5a), el alcohol de cadena corta y el hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) se mezclan aproximadamente 5-30 minutos (preferiblemente 30 minutos) con una velocidad de mezclado de 10-700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor. Después de este proceso, la disolución de metóxido de sodio o metóxido de potasio se transfiere al reactor con agitación continua 3. (5c) mediante una bomba desde el reactor 1. El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 3. (5c). El reactor 3. (5c) es un reactor de agitación continua y la velocidad de mezclado no debería superar 700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Después de un tiempo de mezclado de aproximadamente 5-30 minutos, preferiblemente 10 minutos, la mezcla se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) mediante una bomba. HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

**Figura 4** - es el diagrama de la producción de HAPJEK en dos etapas, en la primera etapa de configuración de reactor agitado (5a) (reactor 1.), en la segunda etapa en la configuración de reactor de flujo pistón (reactor 4.) (5d). El proceso descrito en la Figura 4 es el proceso de producción continuo de HAPJEK y su característica es la utilización del reactor de flujo pistón para reducir el coste de la producción del alcóxido de metal. El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 1. (5a). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 1. (5a). En el reactor 1. (5a) el alcohol de cadena corta y el hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) se mezclan aproximadamente 5-30 minutos (preferiblemente 30 minutos) con una velocidad de mezclado de 10-700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor. Después de este proceso la disolución de metóxido de sodio o metóxido de potasio se transfiere al reactor de tubo de flujo pistón, reactor 4. (5d) mediante una bomba desde el reactor 1. El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 4. (5d). Después de un tiempo de retención de aproximadamente 5-30 minutos (preferiblemente 5 minutos) en el reactor 4. (5d), la mezcla se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6). HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

**Figura 5** - es el diagrama de la producción de HAPJEK en dos etapas, en la primera etapa una configuración de reactor ultrasónico agitado (5b) (reactor 2.), en la segunda etapa una configuración de reactor de flujo pistón (reactor 4.) (5d). El proceso descrito en la Figura 5 es el proceso de producción continuo de HAPJEK y su característica es la utilización del reactor de flujo pistón para reducir el coste de producción y la utilización del reactor de suministro de potencia ultrasónica (5b) (reactor 2.) para acelerar la reacción para obtener alcóxido de metal. El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 2. (5b). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 2. (5b). El reactor 2. (5b) tiene un suministro de potencia ultrasónica (7). En el reactor 2. (5b), el alcohol de cadena corta y el hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) se mezclan aproximadamente 15 minutos con una velocidad de mezclado de 10-700 rpm (preferiblemente 500 rpm) y un mezclado con una potencia ultrasónica de 10-40 W/L. Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor. Después de

este proceso la disolución de metóxido de sodio o metóxido de potasio se transfiere al reactor de tubo de flujo pistón, reactor 4. (5d) mediante una bomba desde el reactor 2. (5b). El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 4. (5d). El reactor 4. (5d) es un reactor de flujo pistón y el tiempo de retención del fluido en este reactor es 5-30 minutos (preferiblemente 5 minutos). El HAPJEK producido en el reactor 4. (5d), se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6). HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

**Figura 6** - es el diagrama de la producción de HAPJEK en dos etapas, en la primera etapa una configuración de reactor ultrasónico agitado (5b) (reactor 2.), en la segunda etapa una configuración de reactor de agitación continua (reactor 3.) (5c). El proceso descrito en la Figura 6 es el proceso de producción continuo de HAPJEK y su característica es la utilización del suministro de potencia ultrasónica además del reactor agitado para acelerar la reacción para obtener alcóxido de metal. El hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) tomado del tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) (1) se transfiere al reactor 2. (5b). El alcohol de cadena corta se toma del tanque de alcohol (2) mediante una bomba y se transfiere al reactor 2. (5b). El reactor 2. (5b) tiene un suministro de potencia ultrasónica para el mezclado. En el reactor 2. (5b), el alcohol de cadena corta y el hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH) se mezclan aproximadamente 30 minutos con una velocidad de mezclado de 10-700 rpm (preferiblemente 500 rpm) y un mezclado con una potencia ultrasónica de 10-40 W/L. Como la reacción es exotérmica, no se requiere calentamiento en el reactor. Después de este proceso la disolución de metóxido de sodio o metóxido de potasio se transfiere al reactor 3. (5c) mediante una bomba desde el reactor 2. (5b). El gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito (3) mediante una bomba se transfiere al reactor 3. (5c). El reactor 3. (5c) es un reactor agitado y la velocidad de mezclado no debería superar 700 rpm (preferiblemente 500 rpm). Después de un tiempo de mezclado de 5-30 minutos, preferiblemente 10 minutos, la mezcla se lleva al tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) mediante una bomba. HAPJEK se descarga del tanque de almacenamiento de HAPJEK (6) para su utilización.

Además, esta invención abarca la utilización del gel de polielectrolito en la producción de éster de alquilo de ácidos grasos con catalizadores heterogéneos.

La producción de HAPJEK no está restringida a los procesos de producción alternativos descritos anteriormente y puede producirse en diferentes combinaciones de reactores con la utilización de los mismos materiales.

### Explicación de las Figuras

- 1- Tanque de hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH)
- 2- Tanque de alcohol de cadena corta (metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol)
- 3- Tanque de gel de polielectrolito (polielectrolito no iónico, catiónico o aniónico etc.)
- 4- Motor
  - 4a- Motor del Reactor 1. (5a)
  - 4b- Motor del Reactor 2. (5b)
  - 4c- Motor del Reactor 3. (5c)
- 5- Reactor
  - 5a- Reactor 1.: reactor agitado
  - 5b- Reactor 2.: Reactor con mezclado con suministro de potencia ultrasónica
  - 5c- Reactor 3.: Reactor con tanque con agitación continua
- 5d- Reactor 4.: Reactor de flujo pistón
- 6- Tanque de almacenamiento de HAPJEK
- 7- Suministro de potencia ultrasónica

### Ejemplo 1.

En el proceso proporcionado en la Figura 1, se mezclan 4 kg de NaOH, 77 kg de metanol y 1,1 g de PEG1450 con una velocidad de 500 rpm en el reactor (5) durante 30 minutos. Se añaden 350 kg de aceite de colza refinado (PM: 882,76 kg/kmol, Valor ácido: 0,2 mg de KOH/g de aceite, Valor de yodo: 104 g I/100 g de aceite, densidad:

0,9213 g/ml) al medio y la mezcla se agita con una velocidad de 600 rpm a una temperatura de 55 °C. Después de un tiempo de reacción de 30 minutos, se determina que la eficiencia de la reacción es 99 %.

### Ejemplo 2.

5 En el proceso proporcionado en la Figura 2, se mezclan 4 kg de NaOH, 77 kg de metanol y 1,1 g de PEG1450 con una velocidad de 500 rpm y una potencia ultrasónica de 40 W/L en el reactor (5) durante 15 minutos. La disolución de HAPJEK obtenida se agita a una temperatura de 55 °C, velocidad de mezclado de 600 rpm con 350 kg de aceite de colza refinado (PM: 882,76 kg/kmol, Valor ácido: 0,2 mg de KOH/g de aceite, Valor de yodo: 104 g I/100 g de aceite, densidad: 0,9213 g/ml, Contenido de fósforo: 1 mg/kg). Después de un tiempo de reacción de 30 minutos, se determina que la eficiencia de la reacción es 99 %.

10 Algunos resultados del análisis del producto se proporcionan en la Tabla 1.

Tabla 1. Algunos resultados del análisis del éster de alquilo de ácidos grasos obtenido producido a partir de aceite crudo

Componente del Análisis	Valor
Mono-glicérido	0,54 %
Di-glicérido	0,07 %
Tri-glicérido	0,1 %
Glicerol Libre	0,01 %
Glicerol Total	0,17 %
Contenido de Éster	99 %
Valor ácido	0,185 mg de KOH/g de aceite
Concentración de sodio (Na <sup>+</sup> ) y potasio (K <sup>+</sup> )	1,27 mg/L
Concentración de calcio (Ca <sup>++</sup> ) y magnesio (Mg <sup>++</sup> )	0,81 mg/L
Contaminación total	12,7 mg/kg
Residuo de carbono	0,020 %
Fósforo	0,3 mg/kg

### Ejemplo 3.

15 En el proceso proporcionado en la Figura 2, se mezclan 77 kg de metanol, 4 kg de NaOH, y 1,1 g de poli etilen glicol 1450 con una velocidad de 500 rpm y una potencia ultrasónica de 40 W/L en el reactor (5) durante 15 minutos. La disolución de HAPJEK obtenida se agita a una temperatura de 55 °C, velocidad de mezclado de 600 rpm con 350 kg de aceite de colza refinado (PM: 880,78 kg/kmol, Valor ácido: 3,14 mg de KOH/g de aceite, Valor de yodo: 109 g I/100 g de aceite, densidad: 0,9199 g/ml, Contenido de fósforo: 122 mg/kg). Después de un tiempo de reacción de 30 minutos, se observa que la eficiencia de la reacción es 99,2 %.

20

Algunos resultados del análisis del producto se proporcionan en la Tabla 2.

Tabla 2. Algunos resultados del análisis del éster de alquilo de ácidos grasos obtenido producido a partir de aceite crudo

Componente del Análisis	Valor
Mono-glicérido	0,66 %
Di-glicérido	0,11 %
Tri-glicérido	0,08 %
Glicerol Libre	0,01 %
Glicerol Total	0,2 %
Contenido de Éster	99,2 %
Valor ácido	0,180 mg de KOH/g de aceite
Concentración de sodio (Na <sup>+</sup> ) y potasio (K <sup>+</sup> )	1,2 mg/L
Concentración de calcio (Ca <sup>++</sup> ) y magnesio (Mg <sup>++</sup> )	0,8 mg/L
Contaminación total	12,3 mg/kg
Residuo de carbono	0,018 %

**REIVINDICACIONES**

1. Un catalizador de gel polimérico álcali homogéneo, para usarse en la transesterificación de alcoholes de cadena corta con aceites vegetales y animales, aceite crudo o refinado, aceites vegetales de desecho, caracterizado porque el catalizador comprende
- 5 a- como base; NaOH o KOH,  
b- como alcohol: metanol, etanol, alcohol isopropílico, alcohol n-propílico, butanol,  
c- como gel de polielectrolito; gel de polielectrolito no iónico, aniónico y catiónico.
2. Un método para producir el catalizador según la reivindicación 1, caracterizado porque el alcohol y la base, conjuntamente o separadamente, se mezclan con el gel de polielectrolito.
- 10 3. Un método para producir el catalizador según la reivindicación 2, en el que el método de producción se selecciona de un método de proceso discontinuo o un método de proceso continuo.
4. Un método de proceso continuo para producir el catalizador según la reivindicación 3, que comprende las etapas de
  - i. mezclar la base y el alcohol en un reactor
  - 15 ii. transferir la mezcla a un reactor de tanque de agitación continua
  - iii. adición del gel de polielectrolito en el reactor de tanque de agitación continua
  - iv. transferir la mezcla obtenida al tanque de almacenamiento  
para poder producir el catalizador con un proceso continuo.
5. Un método según la reivindicación 2, que comprende el uso de un reactor de flujo pistón en un método de proceso continuo según la reivindicación 3 y en las etapas iii según la reivindicación 4.
- 20 6. Un método según las reivindicaciones 4 o 5 que comprende la utilización de un reactor que tiene un suministro de potencia ultrasónica.
7. Un método de proceso discontinuo para producir un catalizador según la reivindicación 3, que comprende transferir la base tomada del tanque de base, el alcohol tomado del tanque de alcohol y el gel de polielectrolito tomado del tanque de gel de polielectrolito en un reactor discontinuo.
- 25 8. Un método de proceso discontinuo para producir un catalizador según la reivindicación 7, que comprende la utilización de un reactor que tiene un suministro de potencia ultrasónica.
9. Un método según la reivindicación 3, que comprende la aplicación de;
  - a- un reactor agitado con una velocidad de mezclado que no supera 700 rpm, preferiblemente 500 rpm, y un tiempo de reacción de 5-30 minutos, preferiblemente 30 minutos
  - 30 b- un reactor con un mezclado con suministro de potencia ultrasónica con una velocidad de mezclado que no supera 700 rpm, preferiblemente 500 rpm, una potencia ultrasónica de 10-40 W/L y un tiempo de reacción de 15-30 minutos, preferiblemente 15 minutos
  - c- un reactor de tanque de agitación continua con una velocidad de mezclado que no supera 10-700 rpm, preferiblemente 500 rpm, y un tiempo de reacción de 5-30 minutos, preferiblemente 10 minutos
  - 35 d- un reactor de flujo pistón en el que el tiempo de reacción del fluido es 5-30 minutos, preferiblemente 5 minutos.

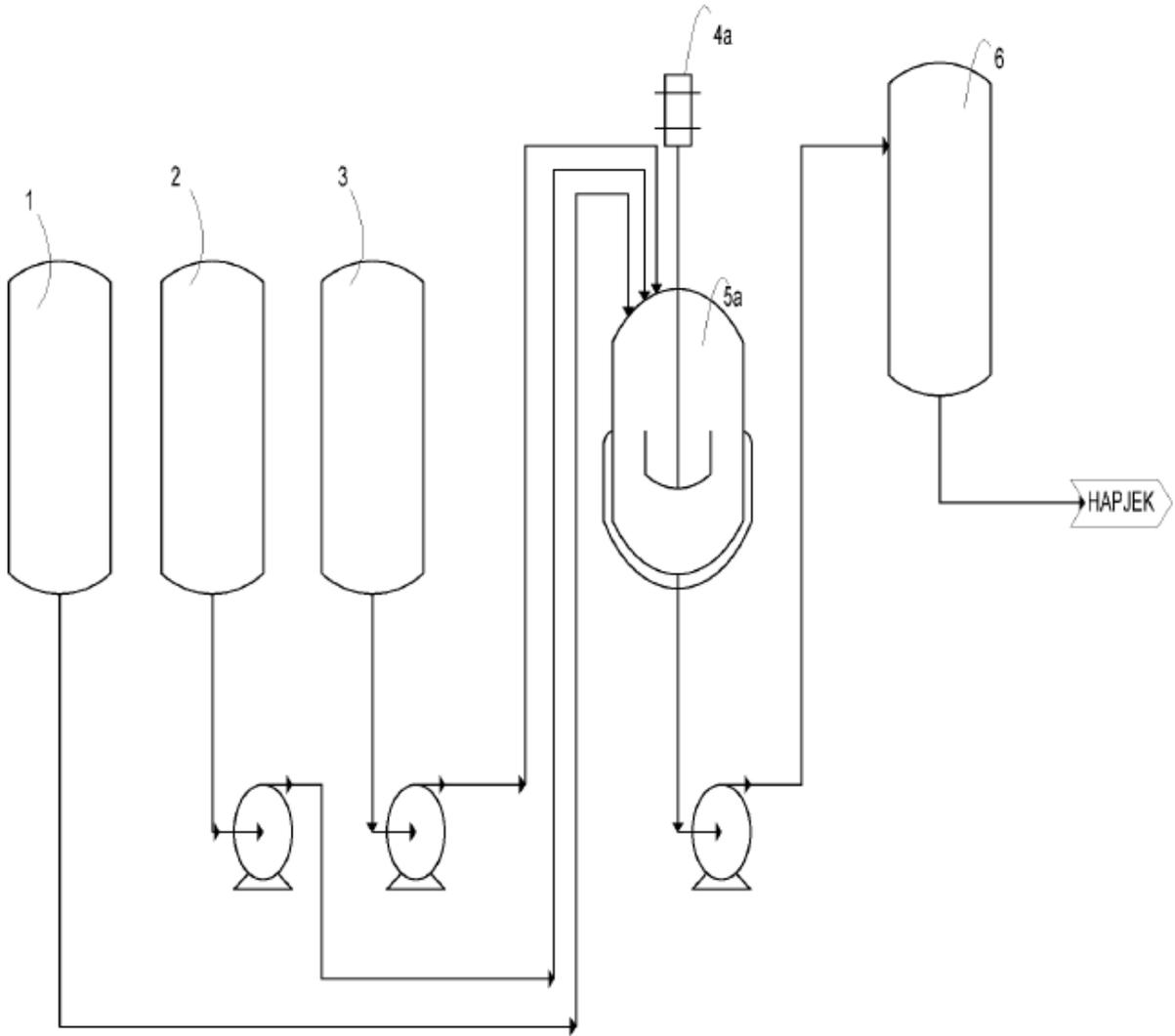


Figura 1

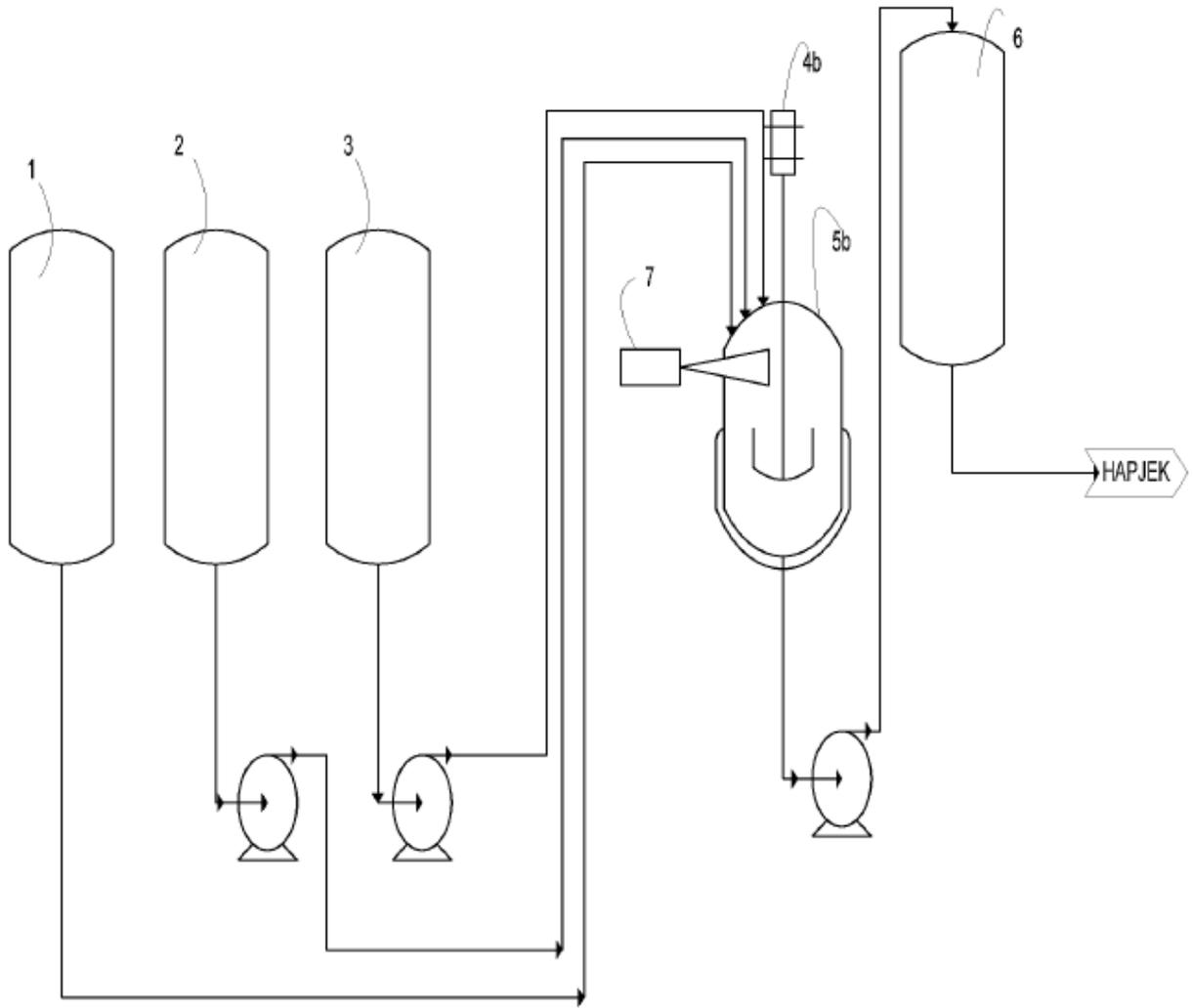


Figura 2

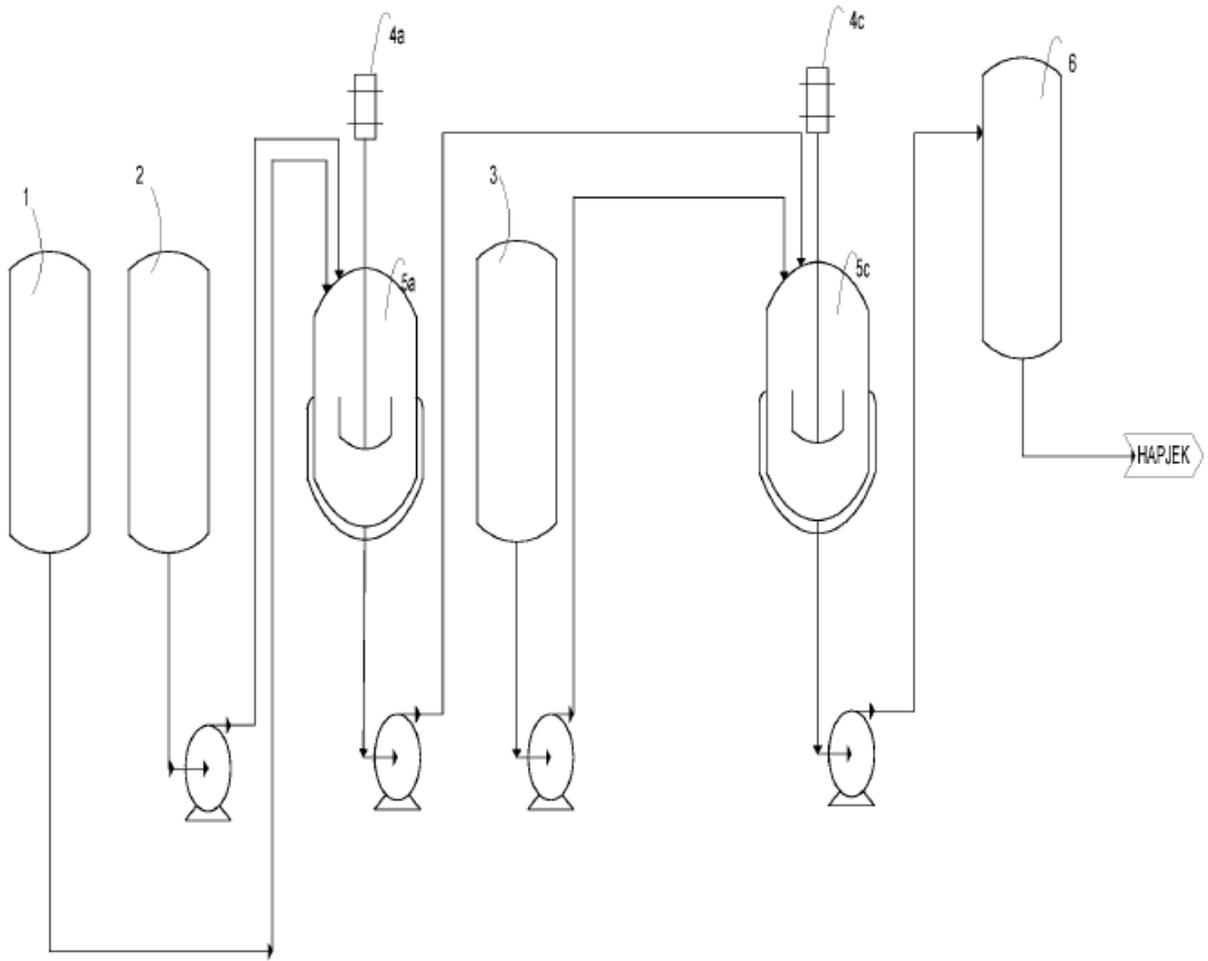


Figura 3

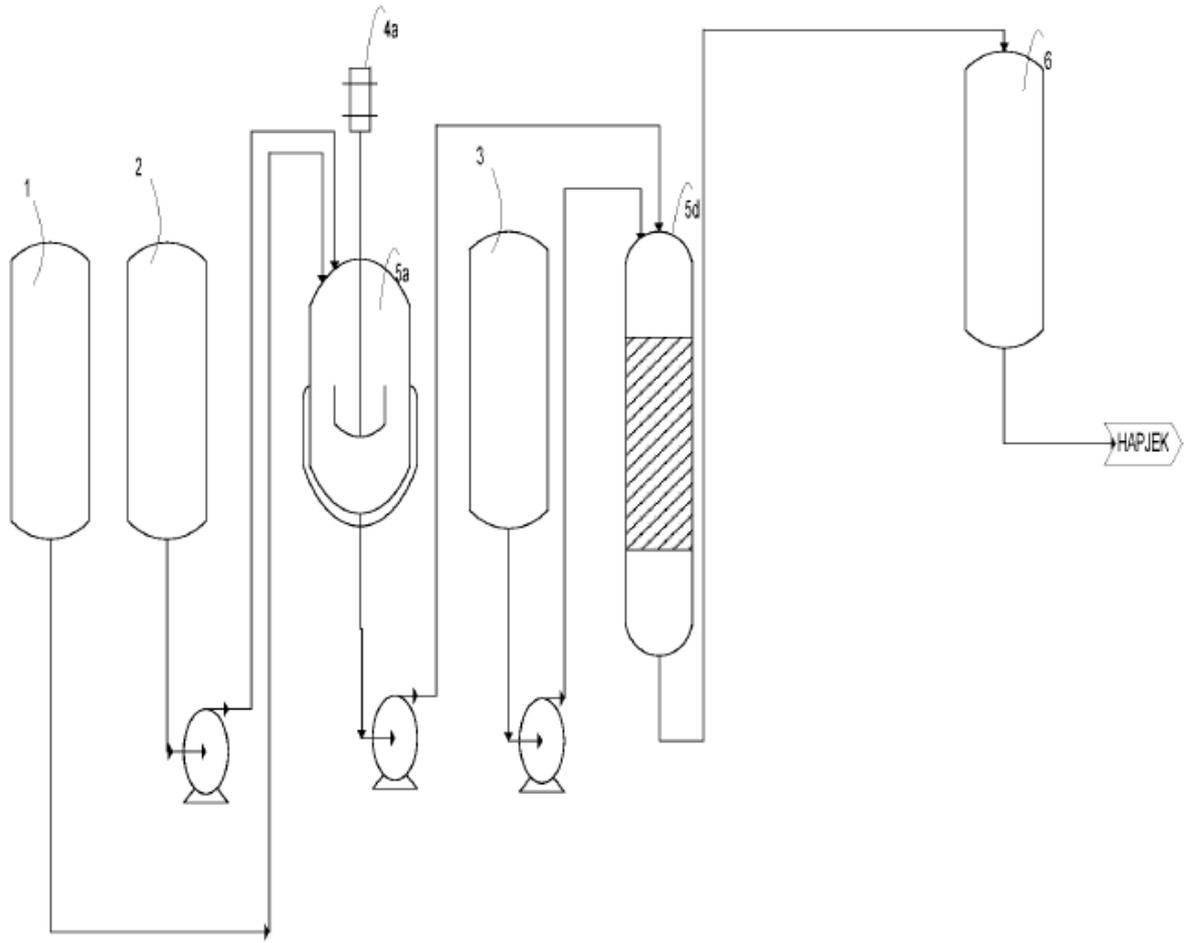


Figura 4

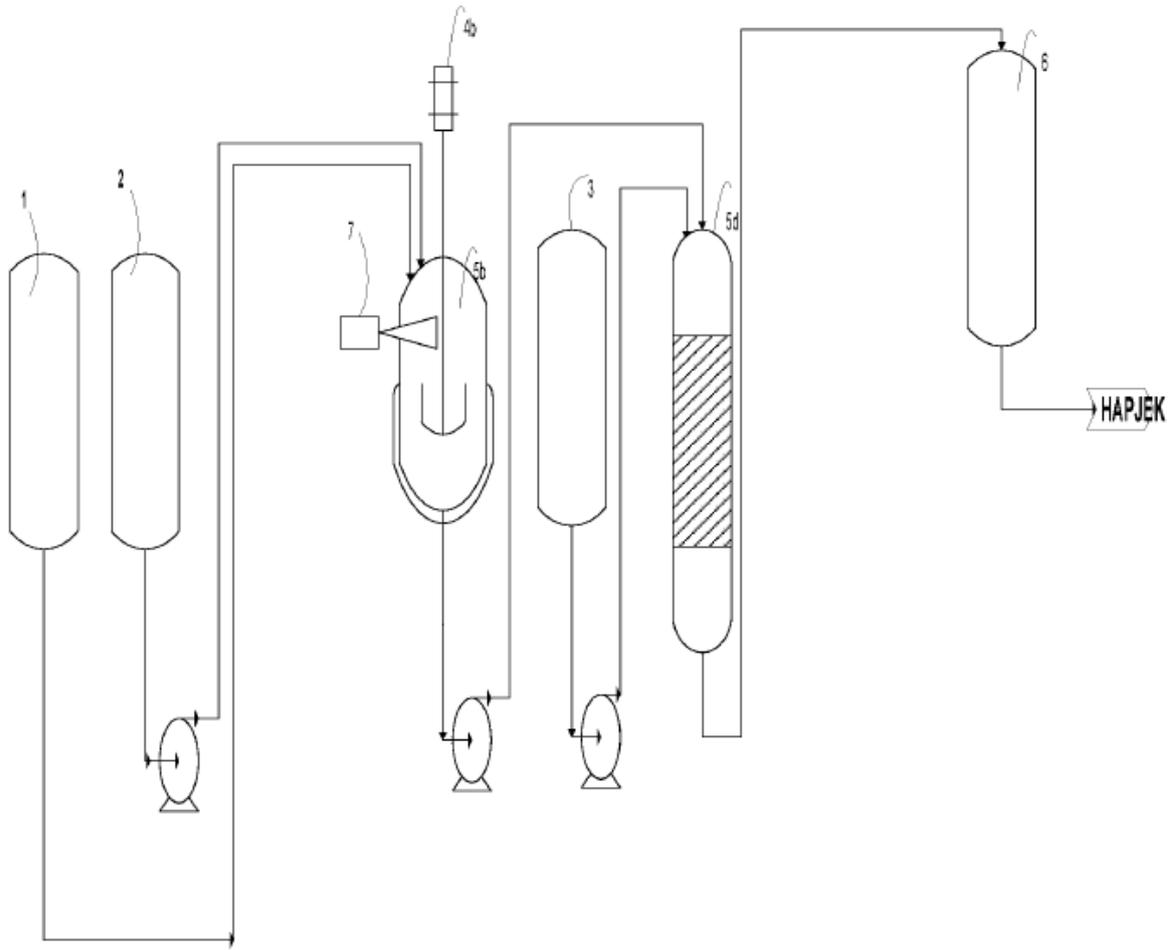


Figura 5

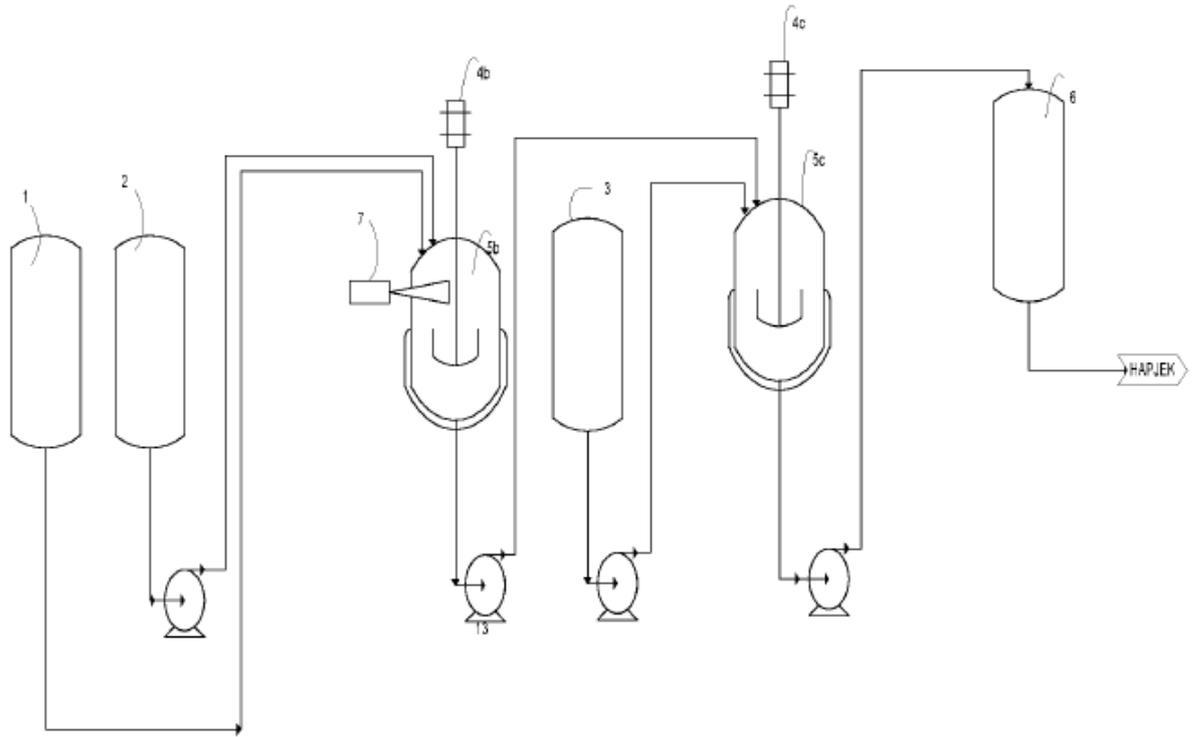


Figura 6