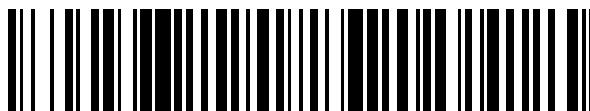


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 728 062**

51 Int. Cl.:

**C10G 3/00** (2006.01)  
**C10L 1/08** (2006.01)  
**C11C 1/04** (2006.01)  
**C11C 3/00** (2006.01)  
**C10L 1/02** (2006.01)  
**C07C 67/03** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.07.2014** **PCT/KR2014/006562**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2015** **WO15012538**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.07.2014** **E 14830191 (4)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.02.2019** **EP 3026096**

54 Título: **Procedimiento de preparación de éster alquílico de ácido graso utilizando grasa**

30 Prioridad:

**22.07.2013 KR 20130086041**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**22.10.2019**

73 Titular/es:

**SK CHEMICALS CO., LTD. (100.0%)**  
**310 Pangyo-Ro, Bundang-Gu**  
**Seongnam-Si, Gyeonggi-Do 463-400, KR**

72 Inventor/es:

**KIM, SOO-HYUN;**  
**CHO, HYUN JUN y**  
**LEE, MI-RAN**

74 Agente/Representante:

**GARCÍA-CABRERIZO Y DEL SANTO, Pedro María**

ES 2 728 062 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 de preparación de éster alquílico de ácido graso utilizando grasa

5 [Campo técnico]

La presente invención se refiere a un procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso usando grasa y, más concretamente, a un procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso para combustibles biodiesel haciendo reaccionar una materia prima que contiene grasa con agua para preparar ácido graso, y luego haciendo reaccionar el ácido graso preparado con alcohol.

[Estado de la técnica]

El diésel, entre los diversos combustibles derivados de aceites minerales crudos, tiene algunas ventajas, tales como una buena eficiencia de combustible, bajo coste y baja generación de dióxido de carbono. Por otro lado, existe el problema de que la combustión del diésel produce una gran cantidad de contaminación del aire. Para resolver estos problemas, se han realizado varias investigaciones sobre el biodiesel como un combustible alternativo al diésel. El biodiesel tiene una propiedad física similar al diésel tradicional, reduce notablemente la contaminación del aire y recicla naturalmente la fuente de energía. En general, el biodiesel se produce mediante la reacción de transesterificación de aceite vegetal como aceite de colza, aceite de soja, aceite de girasol, aceite de palma, etc., grasas animales, aceite de cocina de desecho, etc. con alcohol en presencia de catalizador ácido o catalizador alcalino. Como materia prima del origen de biodiesel se ha utilizado comúnmente el aceite de vegetales como la colza, la soja, el girasol, la palma de coco, etc. Recientemente, la producción de biodiesel está aumentando rápida y ampliamente en todo el mundo, por lo que el costo de la materia prima para la preparación del biodiesel también aumenta, lo que causa problemas de escasez de alimentos y desertización de tierras agrícolas. Por lo tanto, ha habido una demanda de un procedimiento para preparar biodiesel utilizando una materia prima no comestible.

Por otra parte, los aceites crudos o aceites de lodo que se producen durante una etapa de expulsión del aceite e incluyen una cantidad relativamente grande de ácido graso, material de jabón acidulado (aceites ácidos) que se producen como un subproducto durante la fase de refinación del aceite, las grasas que se descargan de los hogares o restaurantes, etc. contienen una gran cantidad de impurezas, así como una gran cantidad de ácidos grasos libres. Por lo tanto, se clasifican en aceites no comestibles representativos. En detalle, los ejemplos de los aceites no comestibles incluyen i) aceites de lodo y aceites de desecho separados del agua residual que se genera a partir de los procesos de limpieza, esterilización, trituración, etc., durante el proceso de expulsión de aceites vegetales o animales (proceso de extracción del aceite), ii) aceites crudos que incluyen una gran cantidad de ácido graso inherentemente, por ejemplo, que incluyen más de 3% en peso de ácido graso, como aceites de microalgas o aceites obtenidos de vegetales o animales rancios, iii) material de jabón acidulado (Jabón, aceite ácido), que se reduce a ácido graso por acidificación o división de la sal de ácido graso (jabón) generada en el proceso de neutralización para eliminar los ácidos grasos durante la fase de refinación del aceite, iv) aceite de cocina usado (grasa amarilla), grasa de freidora) que incluye una gran cantidad de ácido graso, que se recolecta después de freír a alta temperatura con una gran cantidad de mantequilla y aceites en los hogares o restaurantes, v) grasa atrapada (grasa marrón o FOG (grasas, aceites, grasa)) incluyendo la gran cantidad de ácido graso, que se separa del agua en una trampa de grasa que se instala en una tubería de desagüe de una casa o un restaurante, y así sucesivamente. En el caso de que los aceites no comestibles mencionados anteriormente se utilicen como materia prima para preparar el biodiesel, es difícil preparar combustibles que cumplan con el estándar de calidad. Además, una etapa de reacción de tratamiento previo o refinado es inevitable para eliminar los ácidos grasos o para convertir los ácidos grasos en el biodiesel. Por lo tanto, el tiempo de reacción y los pasos de reacción aumentan y el costo total de fabricación para la preparación de biodiesel se incrementa. Por consiguiente, en general se sabe que las grasas que contienen una gran cantidad de ácidos grasos no son adecuadas como materias primas para la preparación de biodiesel.

Como se describió anteriormente, las grasas y aceites vegetales o animales en forma de triglicéridos se usan generalmente como materias primas para preparar el biodiesel. Sin embargo, cuando estas materias primas incluyen ácidos grasos libres, la eficacia de la reacción se deteriora. Así, con el fin de aumentar la eficacia de la reacción y mejorar la calidad del éster alquílico graso preparado, se desarrollan varios procedimientos. Por ejemplo, en la publicación de patente europea número 127104A, la publicación de patente europea número 184740A y la patente estadounidense número 4.164.506, etc., se describe un procedimiento de dos etapas en el que los ácidos grasos libres en aceites y grasas se esterifican primero y luego se realiza la transesterificación de aceites y grasas. En los procedimientos, la reacción de esterificación se lleva a cabo calentando la mezcla de ácido graso y triglicérido de ácido graso con metanol a aproximadamente 65 ° C en presencia de catalizador de ácido sulfúrico o de ácido sulfónico. La publicación de patente europea nº 708813A describe un procedimiento para aumentar el rendimiento de éster alquílico de ácido graso a partir de

aceites y grasas. En el procedimiento, el ácido graso libre se separa de la fase de glicerina que se prepara mediante una reacción de transesterificación, y luego se esterifica el ácido graso libre separado. En este procedimiento, el ácido graso libre se obtiene mediante la neutralización de la fase de glicerina, y el ácido graso libre obtenido se hace reaccionar durante 2 horas a aproximadamente 85 °C en presencia de un fuerte catalizador de ácido sulfúrico, lo que reduce la cantidad de ácido graso de 50 % a 12 %.

En la publicación de patente de Estados Unidos n.º 2011/0144375A, Bioresource Technology 102 (2011, 2380-2386), etc., el rendimiento del éster alquílico de ácido graso se mejora haciendo reaccionar una mezcla de ácidos grasos libres, aceites y grasas con alcohol en presencia de un catalizador cerámico y llevando a cabo una reacción de esterificación y una reacción de transesterificación simultáneamente. En este procedimiento, es necesaria una gran cantidad de catalizador y el agua producida en la reacción de esterificación y la glicerina producida en la reacción de transesterificación no se pueden descargar de manera efectiva fuera del sistema de reacción. Por lo tanto, la relación de conversión de ácido graso en éster alquílico de ácido graso es baja y también se han de llevar a cabo complicados procesos que incluyen neutralización, filtración, limpieza y destilación para usar el éster alquílico de ácido graso preparado como biodiesel. En las patentes de Estados Unidos n.º 6.855.838 y n.º 7.795.460, etc., se describe un procedimiento para convertir primero la mezcla de ácidos grasos libres, aceites y grasas en ácidos grasos y luego esterificar los ácidos grasos convertidos. En este procedimiento, la mezcla de ácido graso libre, aceites y grasas se convierte en los ácidos grasos por hidrólisis en presencia de ácido sulfúrico o un catalizador de ácido sólido y los ácidos grasos convertidos se esterifican en presencia de ácido sulfúrico o resinas de intercambio iónico.

Además, se describen procedimientos para mejorar la eficiencia de la reacción de esterificación de los ácidos grasos, que utilizan un aparato mecánico u ondas supersónicas para causar una turbulencia dinámica en un reactor (publicación de patente coreana n.º 2004-0101446, publicación internacional n.º WO 2003/087278). En este procedimiento, la esterificación se lleva a cabo haciendo reaccionar el ácido graso y/o el ácido graso contenido en aceites y grasas con alcohol a alta presión y alta temperatura en presencia de ácido sulfúrico o de resina de intercambio iónico. Además, la publicación de patente coreana n.º 2004-87625 describe un procedimiento para eliminar ácidos grasos libres del aceite de cocina de desecho, utilizando un catalizador de ácido sólido. Los procedimientos mencionados anteriormente comúnmente usan un catalizador ácido, como el ácido sulfúrico, etc. Si dicho catalizador ácido no se elimina completamente después de la reacción, la calidad del biodiesel se deteriora. Por lo tanto, se deben llevar a cabo complicados procesos para neutralizar, filtrar, lavar y limpiar el catalizador ácido. Además, el reactor debe tener una resistencia a la corrosión contra el catalizador ácido, lo que aumenta el coste de las instalaciones de producción. Además, el ciclo de vida del catalizador de ácido sólido es generalmente corto, y el costo para reciclar el catalizador es alto. Además, en los procedimientos convencionales mencionados anteriormente, dado que la esterificación del ácido graso se lleva a cabo a baja temperatura, el agua producida durante la reacción no se elimina de manera eficiente al exterior del sistema de reacción. Por lo tanto, la relación de conversión de ácido graso en éster alquílico de ácido graso es baja, y las propiedades físicas del éster alquílico de ácido graso obtenido no son adecuadas para el biodiesel.

El documento JP5090676B describe un procedimiento para producir éster alquílico de ácido graso a partir de aceites animales o vegetales que comprende una reacción de hidrólisis, una separación de fases y una reacción de esterificación.

El documento US2010/0228042 describe un procedimiento de esterificación de destilado de ácido graso.

[Divulgación]

[Problema técnico]

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para preparar económica y eficazmente el éster alquílico de ácido graso adecuado para combustible biodiesel usando la grasa como material de partida.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso adecuado para combustible biodiesel usando una materia prima que contiene ácido graso y grasa tal como grasas y aceites vegetales o animales, aceites de desecho de los mismos, un subproducto generado durante un proceso de refinación o tratamiento de grasas y aceites vegetales o animales, grasa, etc.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso usando grasa, que no necesita una neutralización, una filtración, un proceso de limpieza, etc. para eliminar un catalizador.

[Solución técnica]

Con el fin de lograr estos objetivos, la presente invención proporciona un procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso para combustibles biodiesel, que comprende los pasos de acuerdo con la reivindicación 1.

## 5 [Efectos ventajosos]

De acuerdo con el procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso de la presente invención, el éster alquílico de ácido graso adecuado para combustible biodiesel puede prepararse económica y efectivamente con una materia prima que contiene un componente graso tal como grasas y aceites vegetales o animales, aceites de desecho de los mismos, un subproducto generado durante un proceso de refinación o tratamiento de grasas y aceites vegetales o animales, grasa, etc. Además, el procedimiento de la presente invención no requiere procesos adicionales para eliminar un catalizador tal como una neutralización, una filtración, un proceso de limpieza, etc.

## 15 [Descripción de los dibujos]

La Figura 1 es un dibujo para mostrar la configuración completa del aparato para llevar a cabo el procedimiento para preparar el éster alquílico de ácido graso de la presente invención.

## 20 [Modo de llevar a cabo la invención]

Una apreciación más completa de la invención, y muchas de las ventajas concomitantes a la misma, se apreciarán mejor con referencia a la siguiente descripción detallada y los dibujos que se acompañan.

25 Para preparar el éster alquílico de ácido graso para el combustible biodiesel de acuerdo con la presente invención, primero se hace reaccionar una materia prima que contiene grasa con agua a alta temperatura y alta presión para producir ácido graso y glicerina (hidrólisis).

En la presente invención, la "materia prima que contiene grasa" significa un material de partida (materia prima) que contiene componentes grasos (grasa y/o aceite graso) que se pueden convertir en ácido graso mediante una reacción con agua. La "materia prima que contiene grasa" es una mezcla del componente de grasa pura e impurezas como el ácido graso. En esta especificación, si es necesario, el componente graso, como la grasa y el aceite, puede expresarse simplemente como "grasa". En la materia prima, la cantidad de grasa puede ser de 5 a 95% en peso, preferiblemente de 10 a 95% en peso, más preferiblemente de 20 a 95% en peso, más preferiblemente de 30 a 85% en peso, y la cantidad de impurezas restantes tales como ácido graso puede ser de 5 a 95% en peso, preferiblemente de 5 a 90% en peso, más preferiblemente de 5 a 80% en peso, lo más preferiblemente de 15 a 70 % en peso. El componente graso puede ser monoacilglicerol, diacilglicerol, triacilglicerol y mezclas de los mismos. Entre la materia prima, la cantidad de ácido graso es de 5 a 85 % en peso, preferiblemente de 10 a 75 % en peso, más preferiblemente de 15 a 70 % en peso, y la cantidad de componente graso (monoacilglicerol, diacilglicerol, triacilglicerol) puede ser de 5 a 95 % en peso, preferiblemente 10 a 90 % en peso, más preferiblemente 15 a 85 % en peso. Cuando la cantidad de componente graso y/o ácido graso es demasiado pequeña, la producción de ácido graso y/o éster alquílico de ácido graso disminuye y, por lo tanto, disminuye el rendimiento de producción total. Además, en el componente graso y el componente de ácido graso contenido en la materia prima, la cantidad de cadena de hidrocarburo alifático que tiene de 6 a 24 átomos de carbono es de 3 a 100 % en peso, preferiblemente de 5 a 95 % en peso, más preferiblemente de 15 a 90 % en peso, más preferiblemente 50 a 85 % en peso con respecto a la cadena de hidrocarburo alifático total que constituye el componente de grasa y ácido graso, y la cadena de hidrocarburo alifático restante tiene átomos de carbono de menos de 6 o más de 24. Ejemplos de la "materia prima que contiene grasa" incluyen (i) grasas y aceites vegetales o animales refinados, (ii) grasas y aceites vegetales crudos obtenidos de vegetales tales como colza, soja, girasol, palma, etc., (iii) grasas y aceites animales crudos, (iv) una mezcla de manteca, grasa y aceite (FOG) producida como un subproducto en un proceso de refinación de aceite que calienta grasas y aceites crudos vegetales o animales con vapor a alta temperatura, (v) una mezcla de ácido graso y grasa o aceite graso, (vi) aceite crudo, aceite de lodo o material de jabón acidulado (aceite ácido) que incluye una gran cantidad de ácido graso que se genera en un proceso de expulsión o refinación del aceite, (vii) grasa de retención (grasa marrón) separada de "aguas residuales" o "aceite de desecho de vegetales o animales" que se descargan de las casas o restaurantes, y así sucesivamente. Cuando iv) una mezcla de manteca, grasa y aceite (FOG) de residuos industriales o municipales se utiliza como materia prima, la presente invención es preferible en sus aspectos ambientales y económicos.

60 Cuando la materia prima que contiene grasa reacciona con agua, el ácido graso crudo y la glicerina se producen por una reacción de hidrólisis. La temperatura de reacción es de 240 a 260 °C y la presión de reacción es de 50 a 60 bares. Cuando la temperatura de reacción es demasiado baja, la solubilidad del agua en grasa se reduce disminuyendo la velocidad de reacción, la concentración de grasa sin reaccionar aumenta

debido al equilibrio de la reacción y, por lo tanto, la relación de conversión de grasa a ácido graso disminuye. Cuando la temperatura de reacción es demasiado alta, los materiales orgánicos pueden descomponerse térmicamente. Además, cuando la presión de reacción es demasiado baja, es difícil que exista agua entre el reactivo en estado líquido, por lo que la relación de conversión disminuye. Cuando la presión de reacción es demasiado alta, el equipo de reacción debe estar preparado para soportar la alta presión y, por lo tanto, el costo del equipo aumenta. Después de producir ácido graso crudo y glicerina con reacción de hidrólisis de la manera descrita anteriormente, se lleva a cabo una separación de fases para separar el ácido graso del agua y la glicerina.

A continuación, la reacción de esterificación se lleva a cabo haciendo reaccionar el ácido graso separado con alcohol para preparar el éster alquílico del ácido graso para el combustible biodiesel. Como alcohol para la reacción de esterificación, se pueden usar alcoholes monovalentes que tienen de 1 a 10 átomos de carbono, preferiblemente alcoholes monovalentes que tienen de 1 a 4 átomos de carbono tales como metanol, etanol, propanol, etc., y más preferiblemente metanol. La temperatura para la reacción de esterificación es de 250 a 300 °C, y la presión para la reacción de esterificación es de 3 a 10 bares. Cuando la temperatura de esterificación es demasiado baja de modo que el agua en los reactivos no se pueda eliminar de manera eficiente, el componente de ácido graso sin reaccionar permanece en un estado de equilibrio de reacción, lo que aumenta el índice de acidez (mg KOH/g) del éster alquílico de ácido graso y, por lo tanto, los criterios de calidad para el biodiesel no pueden ser satisfechos. Cuando la temperatura de esterificación es demasiado alta, los materiales orgánicos pueden descomponerse térmicamente o carbonizarse. Cuando la presión de esterificación es demasiado baja, la solubilidad del alcohol en fase gaseosa con respecto al reactivo es baja, por lo que la velocidad de reacción disminuye. Cuando la presión de esterificación es demasiado alta, el equipo de reacción debe estar preparado para soportar la alta presión y, por lo tanto, el costo del equipo aumenta. Además, el agua en el reactivo no se puede eliminar de manera eficaz y, por lo tanto, el componente de ácido graso sin reaccionar permanece en un estado de equilibrio de reacción, lo que aumenta el índice de ácido (mg KOH/g) del éster alquílico de ácido graso y, por lo tanto, los criterios de calidad para el biodiesel no pueden ser satisfechos. Una vez que se completa la esterificación de la manera descrita anteriormente, una impureza de bajo punto de ebullición, una impureza de alto punto de ebullición y un éster alquílico de ácido graso producido en la reacción de esterificación se pueden separar por destilación.

A continuación, el procedimiento para preparar el éster alquílico de ácido graso de acuerdo con la presente invención se describirá con referencia a la Figura 1. La Figura 1 muestra la configuración completa del aparato que se puede usar para el procedimiento de preparación del éster alquílico de ácido graso según una realización de la presente invención. Como se muestra en la Figura 1, la materia prima que contiene grasa 1 (de aquí en adelante, si es necesario, simplemente "materia prima") y el agua 2 se introducen en una sección de reacción de hidrólisis 110 y entonces la reacción de hidrólisis se lleva a cabo a alta temperatura y alta presión. El ácido graso 5 producido a partir de la reacción de hidrólisis y el alcohol 6 se introducen en una sección de reacción de esterificación 120 y entonces se lleva a cabo la reacción de esterificación. El éster alquílico de ácido graso crudo 8 producido a partir de la reacción de esterificación se transfiere a una primera sección de refinación 130, y las impurezas de bajo punto de ebullición 9 se pueden descargar y eliminar a través de la parte superior de la columna de destilación de la primera sección de refinación 130 por destilación. El primer éster alquílico de ácido graso refinado 10 se transfiere a una segunda sección de refinación 140 y se destila para dejar impurezas residuales 12 en la segunda sección de refinación 140 y el éster alquílico de ácido graso destilado y purificado 11 se descarga a través de la parte superior de la columna de destilación de la segunda sección de refinación 140. La primera sección de refinación 130 opera de forma que la parte inferior de la columna de destilación de la primera sección de refinación 130 está en condiciones de vacío de 0,1 a 150 torr y temperatura de 150 a 250 °C, de modo que las impurezas de baja ebullición pueden ser destiladas. La segunda sección de refinación 140 opera de forma que la parte inferior de la columna de destilación de la segunda sección de refinación 140 está en condiciones de vacío de 0,1 a 150 torr y temperatura de 200 a 300 °C, de modo que el éster alquílico de ácido graso que tiene 6 a 24 átomos de carbono en la parte alifática se puede destilar.

Además, la sección de reacción de hidrólisis 110 está provista de una sección de concentración de glicerina 150, de modo que la glicerina producida en la sección de reacción de hidrólisis 110 y el exceso de agua sin reaccionar (agua/glicerina 3, en adelante, simplemente "agua dulce") se transfieren a la sección de concentración de glicerina 150. El agua dulce se concentra en la sección de concentración de glicerina 150 y luego se recoge la glicerina 4 cruda. En este caso, parte del agua destilada 2 se recicla a la sección de reacción de hidrólisis 110 y la otra parte del agua destilada 13 se transfiere a una planta de eliminación de aguas residuales. Además, la sección de reacción de esterificación 120 está provista de una sección de recuperación de alcohol 160, de manera que el agua producida en la sección de reacción de esterificación 120 y el exceso de alcohol sin reaccionar (alcohol/agua 7) se transfieren a la sección de recuperación de alcohol 160. En la sección de recuperación de alcohol 160, el alcohol 6 se destila y se recicla a la sección de reacción de esterificación 120 y el agua 14 se transfiere a la planta de eliminación de aguas residuales.

En lo sucesivo, se proporcionan los ejemplos preferibles para una mejor comprensión de la presente invención. Sin embargo, la presente invención no se limita a los siguientes ejemplos.

[Ejemplo 1] Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se mantuvo un reactor de hidrólisis a la temperatura de 250 °C y presión de 60 bares. En la parte superior del reactor de hidrólisis se introdujo aceite de ácido de palma que contenía 30 % en peso de ácido graso libre a 10 g/min de caudal de flujo y simultáneamente en la parte inferior del reactor de hidrólisis se introdujo agua a 7 g/min de un caudal de flujo y se llevó a cabo la hidrólisis (tiempo de retención de la reacción de hidrólisis: aproximadamente 2 horas) para preparar ácido graso crudo. El producto de reacción se obtuvo de la parte superior del reactor de hidrólisis y el producto obtenido se separó en fases de modo que el agua/glicerina y el ácido graso se separaron. El grado de división del ácido graso obtenido fue de 98,2. Aquí, el grado de división es (índice de acidez)/(valor de saponificación) y es un índice de conversión del proceso de hidrólisis. El índice de acidez representa el número de miligramos de hidróxido de potasio requerido para neutralizar 1 g del ácido graso libre y el valor de saponificación representa el número de miligramos de hidróxido de potasio requerido para saponificar 1 g de grasa o ácido graso. Por consiguiente, el grado de división representa el grado de conversión de grasa en ácido graso.

B. Preparación de éster metílico del ácido graso

En un reactor de tipo discontinuo se inyecta 1 kg de ácido graso obtenido en la Etapa A. La temperatura y la presión del reactor de tipo discontinuo se controlaron a 300 °C y 7,5 bares. Luego, la reacción de esterificación se llevó a cabo durante 3 horas mientras se inyectaban continuamente 430 g de metanol en el reactor para preparar éster metílico de ácido graso. La relación de conversión del éster metílico de ácido graso obtenido fue del 99,8 % y el índice de acidez final fue de 0,25 mg/KOH/g.

[Ejemplo 2] Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

A Se preparó un ácido graso de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 1, excepto por el uso de aceite de palma crudo que contenía 14 % en peso de ácido graso libre en lugar de aceite de palma que contenía 30 % en peso de ácido graso libre. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 98,5.

B. Preparación de éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la presión del reactor fue de 5 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,8 % y 0,28 mg/KOH/g.

[Ejemplo 3] Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se preparó un ácido graso de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 1, excepto por el uso de una grasa marrón que contenía 65 % en peso de ácido graso libre en lugar de aceite de palma que contenía 30 % en peso de ácido graso libre. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 97,5.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la presión del reactor fue de 5 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,9 % y 0,21 mg/KOH/g.

[Ejemplo 4] Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se preparó un ácido graso de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 1, excepto por el uso de un material de jabón acidulado (aceite ácido a base de soja, Borra) que contenía 64 % en peso de ácido graso

libre en lugar de aceite ácido de palma que contenía 30 % en peso de ácido graso libre. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 97.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la presión del reactor fue de 5 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,8 % y 0,34 mg/KOH/g.

[Ejemplo 5] Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se preparó un ácido graso de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 1, excepto por el uso de aceite de cocina usado que contenía 5 % en peso de ácido graso libre en lugar de aceite de palma que contenía 30 % en peso de ácido graso libre. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 97,3.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 250 °C. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,8 % y 0,3 mg/KOH/g.

[Ejemplo 6] Preparación de éster alquílico de ácido graso

Se preparó un ácido graso de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 5. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 97,3.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 270 °C. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,9 % y de 0,22 mg/KOH/g.

[Ejemplo comparativo 7]

Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Un reactor de tipo discontinuo se controló a una temperatura de 260 °C y una presión de 47 bares. Se introdujeron 500 g de aceite de ácido de palma que contenía 82 % en peso de ácido graso libre y 800 g de agua en el reactor y luego se llevó a cabo la reacción de hidrólisis durante 2 horas para preparar ácido graso crudo. El producto de reacción se separó por capas en la parte inferior del reactor para separar el agua y la glicerina y el ácido graso. El grado de división del ácido graso obtenido fue de 94,5.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 290 °C y la presión del reactor fue de 20 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,7 % y 0,43 mg/KOH/g.

[Ejemplo comparativo 8]

Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se preparó un ácido graso crudo de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 7, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 270 °C y la presión del reactor fue de 55 bares. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 95,7.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 290 °C y la presión del reactor fue de 10 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,8 % y 0,38 mg/KOH/g.

[Ejemplo comparativo 9]

Preparación de éster alquílico de ácido graso

A. Preparación del ácido graso

Se preparó un ácido graso crudo de la misma manera que en la Etapa A del Ejemplo 7, excepto por el uso de aceite de ácido de palma que contenía 58 % en peso de ácido graso libre en lugar de aceite de ácido de palma que contenía 82 % en peso de ácido graso libre, y que el control de la temperatura del reactor fue a 280 °C y la presión del reactor fue de 64 bares. El grado de división (índice de acidez/valor de saponificación) del ácido graso obtenido fue de 94,4.

B. Preparación del éster metílico del ácido graso

Se preparó un éster metílico de ácido graso de la misma manera que en la Etapa B del Ejemplo 1, excepto que el control de la temperatura del reactor fue a 290 °C y la presión del reactor fue de 7,5 bares. La relación de conversión y el índice de acidez final del éster metílico del ácido graso obtenido fueron del 99,9 % y 0,2 mg/KOH/g.

[Aplicabilidad industrial]

Tal como se describió anteriormente, en el procedimiento para preparar éster alquílico de ácido graso de acuerdo con la presente invención, a diferencia de la técnica convencional, se usa "la materia prima que contiene grasa" como material de partida y la cantidad de ácido graso aumenta al llevarse a cabo la reacción de hidrólisis de la grasa y el agua a alta temperatura y alta presión y, posteriormente, llevarse a cabo la reacción de esterificación del ácido graso con alcohol para producir un éster alquílico de ácido graso para combustibles biodiesel de alta calidad. Además, ya que, en la presente invención, la reacción de hidrólisis y la reacción de esterificación se llevan a cabo sin catalizador, el éster alquílico de ácido graso de alta pureza y alta relación de conversión se puede obtener solamente mediante un proceso de destilación simple sin proceso de neutralización, filtración, limpieza y demás para eliminar el catalizador. Además, de acuerdo con la presente invención, incluso en el caso de usar como materia prima aceites crudos y grasas, mezclas de manteca, aceite, grasa, etc., que contienen ácidos grasos de diversas concentraciones, se puede preparar el éster alquílico de ácido graso con una alta relación de conversión.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento de preparación de éster alquílico de ácido graso para combustibles biodiesel, que comprende las etapas de:

5

preparar ácido graso y glicerina mediante una reacción de hidrólisis de una materia prima que contiene grasa y agua a una temperatura de 240 a 260 °C y una presión de 50 a 60 bares;

llevar a cabo una separación de fases para separar el ácido graso del agua y la glicerina; y

10

llevar a cabo una reacción de esterificación del ácido graso y el alcohol separados a una temperatura de 250 a 300 °C y una presión de 3 a 10 bares,

en el que la materia prima que contiene grasa comprende de 5 a 85 % en peso de ácido graso.

【 Figura 1 】

