

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 770 049**

51 Int. Cl.:

C10L 1/02 (2006.01)

C10G 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.03.2015 PCT/IB2015/051541**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.10.2015 WO15145279**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.03.2015 E 15770140 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.11.2019 EP 3122845**

54 Título: **Conversión hidrotérmica asistida por catalizador de biomasa en biopetróleo bruto**

30 Prioridad:

28.03.2014 IN 1143MU2014

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

30.06.2020

73 Titular/es:

**RELIANCE INDUSTRIES LIMITED (100.0%)
3rd Floor, Maker Chamber-IV, 222 Nariman Point
Mumbai 400 021 Maharashtra, IN**

72 Inventor/es:

**MANTRI, KSHUDIRAM;
MANDAN, CHIDAMBARAM;
BHUJADE, RAMESH;
SHARMA, NAGESH y
JASRA, RAKSH VIR**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 770 049 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

Conversión hidrotérmica asistida por catalizador de biomasa en biopetróleo bruto

5 **Campo**

La presente divulgación se refiere a una conversión hidrotérmica asistida por catalizador de biomasa en biopetróleo bruto.

10 **Definiciones**

Como se usan en la presente divulgación, las siguientes palabras y frases generalmente tienen por objeto tener el significado que se establece a continuación, excepto en la medida en que el contexto en el que se usan indique otra cosa.

15

Biomasa:

El término biomasa en el contexto de la presente divulgación significa material tal como desechos orgánicos, residuos urbanos, madera, cultivos agrícolas o desechos, desechos municipales y similares, que pueden usarse como fuente de combustible o energía.

20

Biopetróleo bruto:

La expresión biopetróleo bruto utilizada en el contexto de la presente divulgación significa un petróleo o biocombustible derivado de una biomasa y que puede usarse como alternativa al combustible de petróleo.

25

Antecedentes

La biomasa, una fuente de energía renovable, puede usarse directamente a través de combustión para producir calor o indirectamente después de convertirla en diversas formas de biocombustibles. Los biocombustibles derivan de la biomasa y tienen por objeto proporcionar una alternativa a los combustibles de petróleo. La conversión de biomasa en biocombustible puede conseguirse mediante diferentes métodos que se clasifican en términos generales en métodos *térmicos*, *químicos* y *bioquímicos*. La biomasa es un recurso prometedor para biocombustibles avanzados.

30

35

Los combustibles fósiles tales como el petróleo, el gas natural y el carbón se forman normalmente a través de procesos de conversión termoquímica (CTQ) de biomasa enterrada bajo tierra.

La CTQ es un proceso de reforma química de biomasa en un recinto calentado y por lo general presurizado, privado de oxígeno, donde los compuestos orgánicos de cadena larga se descomponen en hidrocarburos de cadena corta tales como el gas de síntesis o el petróleo. La CTQ es un término amplio que incluye la gasificación, incluyendo el proceso de Fischer-Tropsch, la licuefacción directa, la licuefacción hidrotérmica y la pirólisis.

40

La pirólisis es un proceso de calentamiento de biomasa seca para producir directamente gas de síntesis y/o petróleo. Tanto la gasificación como la pirólisis requieren biomasa seca como materia prima y los procesos se producen en un entorno superior a 600 °C.

45

La licuefacción hidrotérmica (LHT) es una tecnología para convertir biomasa de desechos con alto contenido de humedad en "biopetróleo bruto" denso en energía que puede usarse para la combustión directa o puede refinarse para combustibles de calidad de transporte.

50

La LHT, también denominada pirólisis hidratada, es un proceso para la reducción de material orgánico complejo tal como desechos biológicos o biomasa en petróleo bruto y otros productos químicos.

La técnica de licuefacción hidrotérmica (LHT), que implica la aplicación de calor y presión sobre el medio de biomasa, tiene la ventaja de que los lípidos y otros componentes orgánicos pueden convertirse eficientemente mientras la biomasa está en condiciones húmedas. Durante la LHT, la biomasa con alto contenido de humedad se somete a elevada temperatura (250-400 °C) y presión (hasta 22,5 MPa (225 bares)) para descomponer y reformar los componentes básicos químicos en biopetróleo bruto. La LHT de biomasa proporciona solo biopetróleo bruto que es necesario tratar/refinar adicionalmente para obtener productos terminados. El proceso hidrotérmico descompone las macromoléculas biológicas en la biomasa húmeda y promueve la retirada de heteroátomos.

55

60

Los lípidos presentes en el biopetróleo bruto (BPC) pueden extraerse mediante extracción con disolvente o mediante extracción física. Sin embargo, dichas técnicas pueden no ser capaces de extraer los lípidos por completo. Con el fin de hacer de la biomasa una alternativa económicamente viable para la producción de crudo biológico, es necesario maximizar los ingresos de todas sus fracciones (y no solo de los lípidos). Se requiere una temperatura alta y una

65

presión alta para la conversión termoquímica, con el fin de procesar toda la biomasa y producir el biopetróleo bruto. Sin embargo, La LHT de biomasa sin catalizador proporciona aproximadamente un rendimiento de biopetróleo bruto del 40 %.

- 5 El documento WO2010030196 sugiere el uso de catalizador de fosfato para la conversión hidrotérmica de biomasa en biopetróleo bruto (BPC). Aunque los productos formados a partir del proceso son útiles, la recuperación del catalizador utilizado en el proceso es difícil y es necesario añadir catalizador nuevo a cada reacción. Además, el catalizador de fosfato por lo general funciona a un pH superior a 7, lo que puede tener una acción limitante en la gama de productos. También se sabe que los óxidos metálicos proporcionan actividad catalítica para la conversión de biomasa en BPC; de nuevo, éstos usan condiciones básicas y existen costes asociados a la recuperación del catalizador.

El documento US2012/030074 desvela un proceso para convertir material lignocelulósico en combustibles líquidos.

- 15 Existe, por tanto, la necesidad de desarrollar un proceso hidrotérmico asistido por catalizador para la conversión de biomasa en biopetróleo bruto (BPC) a temperatura y presión altas, que sea eficiente y rentable. La presente invención desvela una conversión hidrotérmica asistida por catalizador de biomasa en BPC con una productividad alta y que hace uso de catalizadores que pueden recuperarse, reciclarse y reutilizarse.

20 OBJETOS

Se describen a continuación en el presente documento algunos de los objetos de la presente divulgación, proporcionados mediante la adaptación de al menos una realización de la presente divulgación:

- 25 Un objeto de la presente divulgación es proporcionar un proceso simple y energéticamente eficiente para la conversión de biomasa en biopetróleo bruto en presencia de un catalizador.
Otro objeto de la presente divulgación es proporcionar un proceso capaz de producir biocombustible bruto compatible con el crudo utilizado en un proceso de refinería.
Otro objeto más de la presente divulgación es proporcionar un proceso que sea capaz de producir biocombustible bruto que contenga alto contenido de carbono.
30 Otro objeto más de la presente divulgación es proporcionar un catalizador reciclable y regenerable para la conversión de biomasa en biopetróleo bruto.

- 35 Otros objetos y ventajas de la presente divulgación serán más evidentes a partir de la siguiente descripción que no tiene por objeto limitar el alcance de la presente divulgación.

Sumario

- 40 La presente divulgación se refiere a un proceso asistido por catalizador de acuerdo con la reivindicación 1 para la conversión de biomasa en biopetróleo bruto.

Descripción detallada

- 45 La solicitud de patente en trámite junto con la presente N.º 2899/MUM/2013 supera los inconvenientes asociados a los métodos de licuefacción hidrotérmica conocidos para la conversión de biomasa en biopetróleo bruto, tales como el consumo de tiempo, el consumo de energía y el bajo rendimiento y desvela un proceso simple, eficiente energéticamente, que ahorra tiempo y de alto rendimiento para la conversión hidrotérmica de biomasa en biopetróleo bruto. El documento 2899/MUM/2013 en particular proporciona un método para la preparación de un catalizador a temperatura ambiente que tiene una actividad catalítica mejorada cuando se usa para la conversión hidrotérmica de biomasa en biopetróleo bruto. Sin embargo, el biopetróleo bruto obtenido es incompatible con el crudo de petróleo ya que contiene ácidos grasos libres, compuestos heterocíclicos que contienen N, compuestos aromáticos policíclicos, compuestos insaturados y otras moléculas más pesadas indetectables.

- 55 La presente divulgación se centra en la producción de biopetróleo bruto a partir de biomasa que es compatible con el crudo de petróleo utilizado en el proceso de refinería.

En consecuencia, la presente divulgación proporciona un proceso para la producción asistida por catalizador de biopetróleo bruto a partir de biomasa. El proceso comprende las etapas que se desvelan en la reivindicación 1.

- 60 En la primera etapa, se prepara una suspensión de una biomasa en un medio. La concentración de la biomasa en la suspensión varía del 5 al 35 % en peso, el medio incluye agua o agua desmineralizada.

- La biomasa utilizada para preparar la suspensión es un alga seleccionada entre el grupo que comprende clorófitas, cianófitas, heterocontófitas y protistas. Los ejemplos no limitantes de clorófitas incluyen *Chlorella*, *Oedogonium*, *Dictyosphaerium*, *Spirogyra*, *Chara*, *Nitella* e *Hydrodictyon*. Los ejemplos no limitantes de cianófitas incluyen *Spirulina*, *Microcystis*, *Anabaena*, *Nodularia*, *Oscillatoria* y *Phormidium*. También pueden utilizarse heterocistófitas

como *Nannochloropsis* y protistas como *Euglena* para la producción de biopetróleo bruto.

En la segunda etapa, se añade un catalizador a la suspensión de biomasa para obtener una mezcla. La cantidad del catalizador añadido a la suspensión de biomasa varía del 1 al 20 % en peso con respecto a la biomasa.

5 El catalizador de acuerdo con la presente invención comprende al menos uno seleccionado entre el grupo que comprende al menos un tensioactivo, al menos un líquido iónico o una combinación de los mismos. La presencia de tensioactivo ayuda a través de su funcionalidad catalítica de transferencia de fases y/o ruptura muy eficiente de la pared celular, por tanto, da como resultado la extracción de más componentes de petróleo.

10 El catalizador tensioactivo de acuerdo con la presente divulgación es al menos uno seleccionado entre el grupo que comprende tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos y tensioactivos no iónicos.

15 Los componentes tensioactivos pueden incluir, pero sin limitación, cationes de amonio cuaternario, dimetilamonio, piridinio, alconio, benzotonio, cetrimonio, bencilo, alquilbencenos con cualquier anión de fluoruro, cloruro, bromuro y yoduro. En una realización de ejemplo de la presente divulgación, el tensioactivo catiónico utilizado para la conversión por LHT de biomasa en BPC es bromuro de cetiltrimetilamonio.

20 El catalizador tensioactivo utilizado para la conversión por LHT de biomasa en BPC puede ser un tensioactivo aniónico que contenga grupos funcionales aniónicos en su cabeza. Los tensioactivos aniónicos incluyen, pero sin limitación, sulfato, sulfonato, fosfato y carboxilatos. Los ejemplos no limitantes de los tensioactivos aniónicos incluyen laurilsulfato de amonio, laurilsulfato de sodio, dodecilsulfato de sodio, dioctilsulfosuccinato de sodio, perfluorooctanosulfonato, perfluorobutanosulfonato, alquilbencenosulfonatos lineales, lauroilsarcosinato de sodio, perfluorononanoato y perfluorooctano.

25 Los ejemplos no limitantes de tensioactivos no iónicos incluyen alcoholes grasos, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol cetosteárico, alcohol oleílico, polioxietilenglicol alquil éteres, octaetilenglicol monodecil éter, pentaetilenglicol monododecil éter, polioxipropilenglicol alquil éteres, glucósido alquil éteres, decil glucósido, lauril glucósido, octil glucósido, polioxietilenglicol octilfenol éteres, polioxietilenglicol alquilfenol éteres, nonoxinol-9, ésteres alquílicos de glicerol (laurato de glicerilo), ésteres alquílicos de polioxietilenglicol sorbitano, ésteres alquílicos de sorbitano, cocamida MEA, cocamida DEA, óxido de dodecildimetilamina, copolímeros de bloque de polietilenglicol, polipropilenglicol y seboamina polietoxilada.

30 Los catalizadores líquidos iónicos utilizados de acuerdo con la presente divulgación incluyen cationes de amonio cuaternario, piridinio, imidazolio, pirazolio, pirrolidinio, piperidinio y un anión de fluoruro, cloruro o bromuro o yoduro o sulfonato, pero sin limitación, oleato, sulfato, hidrogenosulfatos, oxalatos, triflatos, boratos, fosfatos, imidas, cianamidas, cianoboratos, fluoroboratos, fluoroacetatos, cianometanos y toluenosulfonatos.

35 Los ejemplos no limitantes de cationes de acuerdo con la presente divulgación incluyen, pero sin limitación, tetraalquilamonio, tetraalquilsulfonio, trialquilsulfonio, N-alquilpiridinio y 1,3-dialquilimidazolio.

Los ejemplos no limitantes de los aniones de acuerdo con la presente divulgación incluyen, pero sin limitación, BF_4^- , PF_6^- , SbF_6^- , NO_3^- , $(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2\text{N}^-$, ArSO_3^- , CF_3CO_2^- , CH_3CO_2^- y Al_2Cl_7^- .

45 En la tercera etapa, la mezcla que comprende la suspensión de biomasa y el catalizador se calienta a una temperatura que varía de 200 a 350 °C y a una presión que varía de 7 a 25 MPa (de 70 a 250 bares) durante un período de tiempo que varía de 10 a 180 minutos para obtener una masa que contiene biopetróleo bruto, residuo y el catalizador.

50 Opcionalmente, la mezcla se calienta en presencia de un gas reactivo, tal como hidrógeno gaseoso y metano (CH_4).

La reacción también puede realizarse en ausencia del gas reactivo.

55 Durante el curso del calentamiento, la biomasa se descompone y reforma los componentes básicos químicos en biopetróleo bruto. El proceso hidrotérmico que emplea el catalizador de la presente divulgación descompone las macromoléculas biológicas presentes en la biomasa y promueve la retirada de heteroátomos para dar como resultado biopetróleo bruto.

60 Adicionalmente, después del enfriamiento, los productos resultantes se recogen, se filtran y se separan usando técnicas tales como filtración/centrifugación/separación/concentración de los productos. Dependiendo de la biomasa, las condiciones de tratamiento hidrotérmico y el catalizador, el rendimiento de biopetróleo bruto observado varía del 40 al 78 %.

65 El tensioactivo y el catalizador líquido iónico son altamente hidrosolubles y, por tanto, se recuperan en la fase acuosa tras la separación del biopetróleo bruto de la mezcla de producto. La recuperación del catalizador de la fase acuosa se realiza mediante técnicas tales como destilación, recristalización y similares.

El catalizador recuperado de este modo se usa en el siguiente ciclo de la conversión de biomasa en biopetróleo.

5 El rendimiento del biopetróleo bruto obtenido mediante el proceso de la presente divulgación usando el catalizador como se ha especificado anteriormente varía del 40 al 78 % y el contenido de carbono de dicho biopetróleo bruto varía del 60 al 80 %. El catalizador de la presente divulgación es altamente estable durante la licuefacción hidrotérmica.

10 La presente divulgación se describe adicionalmente a la luz del siguiente ejemplo que se expone solo con fines ilustrativos y no ha de interpretarse como limitación del alcance de la divulgación.

Ejemplo general 1

Licuefacción hidrotérmica catalítica usando biomasa de algas

15 Se tomó una cantidad predeterminada de polvo de algas y se preparó una suspensión al 20 % en agua. La suspensión se cargó en un reactor ATAP de 300 ml de capacidad. Se añadió al reactor el 10 % en peso de catalizador en polvo (1,956 g con respecto a algas sin cenizas ni humedad) de la presente divulgación, como se especifica en la Tabla 1 y la Tabla 2. Después se cerró el reactor. Se realizó un control de fugas usando nitrógeno a 20 12 MPa (120 bar). Se liberó la presión de nitrógeno y se cargó una cantidad requerida de nitrógeno nuevo (3,5 MPa (35 bar)) y se calentó a una temperatura de reacción de 350 °C con una velocidad de agitación de 500 rpm. El reactor se mantuvo en las mismas condiciones durante 30 minutos después de alcanzar la temperatura de 350 °C. Después de 30 minutos, el reactor se enfrió usando agua enfriada y el gas se recogió para el análisis de gas. Después del enfriamiento, el reactor se abrió y el producto se recogió en un vaso de precipitados. Las fases oleosa, 25 acuosa y sólida se separaron y se midieron individualmente. La mezcla se filtró usando un matraz Buckner. El polvo obtenido se lavó con diclorometano y agua y se secó. Los líquidos (fase oleosa y acuosa) se separaron mediante un método gravimétrico.

30 La licuefacción hidrotérmica de la biomasa de algas usando un catalizador se realizó de acuerdo con la cantidad especificada en la Tabla 1 y la Tabla 2.

Tabla 1: Rendimiento de LHT asistida por catalizador tensioactivo

S. N.º	Algas	Cantidad de algas (g)	Catalizador tensioactivo	Cantidad de catalizador (% en peso)	Rendimiento de BPC (%)
1	<i>Spirulina</i>	23	Bromuro de cetiltrimetilamonio	10	63
2	<i>Nannochloropsis</i>	22	Bromuro de cetiltrimetilamonio	10	78
3	<i>Chlorella</i>	29	Bromuro de cetiltrimetilamonio	10	56
4	Algas verdeazuladas	35	Bromuro de cetiltrimetilamonio	10	52
5	<i>Spirulina</i>	23	Copolímero Pluronic - 123	10	64
6	<i>Nannochloropsis</i>	22	Copolímero Pluronic - 123	10	72
7	<i>Nannochloropsis</i>	22	Cloruro de trioctilmetilamonio	10	75
8	<i>Nannochloropsis</i>	22	Bromuro de butiltriethylamonio	10	67
9	<i>Nannochloropsis</i>	22	Poliethylenglicol (6000)	10	68
10	<i>Nannochloropsis</i>	22	Laurilsulfato de sodio	10	70
11	<i>Nannochloropsis</i>	22	Trioleato de sorbitano	10	77
12	<i>Nannochloropsis</i>	22	Mezcla de Cat con Susp. N.º 1 y 5	10	79
13#	<i>Nannochloropsis</i>	22	(Bromuro de cetiltrimetilamonio)	10	80
14*	<i>Nannochloropsis</i>	22	Fase acuosa recuperada	10	75

Concentración de suspensión de algas (35 %); * Estudio de reciclaje de catalizador (se usa fase acuosa de la Susp. N.º 2 como fuente de catalizador)

Tabla 2: Rendimiento de LHT asistida por catalizador líquido iónico

S. N.º	Algas	Cantidad de algas (g)	Líquidos iónicos (LI)	Cantidad de catalizador (% en peso)	Rendimiento de BPC (%)
1	<i>Spirulina</i>	23	Cloruro de metiltrioctilamonio	10	58
2	<i>Spirulina</i>	23	Cloruro de 1-metil-3-octilimidazolio	10	57
3	<i>Spirulina</i>	23	Tetrafluoroborato de 1-metil-3-octilimidazolio	10	48
4	<i>Spirulina</i>	23	Cloruro de 1-butil-1-metilpirrolidinio	10	61
5	<i>Spirulina</i>	23	Trifluorometanosulfonato de piridinio	10	58
6	<i>Spirulina</i>	23	Tribromuro de piridinio	10	59
7	<i>Spirulina</i>	23	Hexafluorofosfato de 1-metil-3-octilimidazolio	10	59
8	<i>Spirulina</i>	23	Trifluorometanosulfonato de 1-metil-3-octilimidazolio	10	59
9	<i>Spirulina</i>	23	Cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio	10	52
10	<i>Nannochloropsis</i>	22	Trifluorometanosulfonato de 1-metil-3-octilimidazolio	10	65

A partir de los resultados, queda claro que el rendimiento de petróleo de LHT en % mediante el proceso de la presente divulgación usando un catalizador varía del 48 al 80 %. Se encuentra en particular que el uso de cetiltrimetilamonio como catalizador para la licuefacción de *Nannochloropsis* dio como resultado un rendimiento de petróleo del 67 al 80 %. Se obtuvo un rendimiento de petróleo del 80 % cuando se usó una suspensión al 35 % de *Nannochloropsis* para la licuefacción hidrotérmica en lugar de suspensión de biomasa al 20 %.

AVANCE TÉCNICO E IMPORTANCIA ECONÓMICA

- 10 - La presente divulgación proporciona un proceso simple, eficiente energéticamente, que ahorra tiempo y de alto rendimiento para la producción asistida por catalizador de biopetróleo bruto a partir de biomasa.
- La presente divulgación proporciona un proceso que es capaz de producir biopetróleo compatible con crudo de petróleo.
- 15 - La presente divulgación proporciona un proceso que es capaz de producir biopetróleo que contiene un alto contenido de carbono.
- La presente divulgación proporciona biopetróleo que no tiene heteroátomos tales como oxígeno, nitrógeno, azufre y fósforo.

20 A lo largo de la presente memoria descriptiva, se entenderá que la palabra "comprender", o variaciones tales como "comprende" o "comprendiendo", implica la inclusión de un elemento indicado, un número entero o una etapa, o un grupo de elementos, números enteros o etapas, pero no la exclusión de cualquier otro elemento, un número entero o una etapa, o un grupo de elementos, números enteros o etapas.

25 El uso de la expresión "al menos" o "al menos uno" sugiere el uso de uno o más elementos o ingredientes o cantidades, ya que el uso puede ser en la realización de la divulgación para conseguir uno o más de los objetos o resultados deseados.

30 Cualquier análisis de documentos, actas, materiales, dispositivos, artículos o similares que se haya incluido en la presente memoria descriptiva tiene el único fin de proporcionar un contexto para la divulgación. No debe tomarse como una admisión de que alguno o todos estos asuntos formen parte de la base de la técnica anterior o sean de conocimiento general común en el campo pertinente a la divulgación, ya que existía en cualquier lugar antes de la fecha de prioridad de la presente solicitud.

35 Los valores numéricos mencionados para los diversos parámetros físicos, dimensiones o cantidades son solo aproximaciones y se prevé que los valores superiores/inferiores a los valores numéricos asignados a los parámetros, dimensiones o cantidades pertenezcan alcance de la divulgación, a menos que haya una declaración específica de lo contrario en la memoria descriptiva.

40 Aunque en el presente documento se ha puesto un énfasis considerable en las características específicas de la realización preferida, se apreciará que pueden añadirse muchas características adicionales y que pueden hacerse muchos cambios en la realización preferida sin apartarse de los principios de la divulgación. Estos y otros cambios en la realización preferida de la divulgación serán evidentes para los expertos en la materia a partir de la divulgación del presente documento, por lo que ha de comprenderse claramente que la materia descriptiva anterior ha de interpretarse simplemente como ilustración de la divulgación y no como una limitación.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar biopetróleo bruto; comprendiendo dicho proceso las siguientes etapas:

- 5 a. preparar una suspensión de biomasa, en donde la concentración de dicha biomasa en la suspensión varía del 5 al 35 % en peso y dicha biomasa en la suspensión de biomasa es al menos un alga seleccionada entre el grupo que consiste en clorófitas, cianófitas, heterocontófitas y protistas;
- 10 b. añadir al menos un catalizador seleccionado entre el grupo que comprende líquidos iónicos y tensioactivos a dicha suspensión de biomasa para obtener una mezcla, en donde dicho tensioactivo es al menos uno seleccionado entre el grupo que comprende tensioactivos catiónicos, tensioactivos aniónicos y tensioactivos no iónicos;
- 15 c. calentar dicha mezcla a una temperatura que varía de 200 a 350 °C y a una presión que varía de 7 a 25 MPa (de 70 a 250 bares) durante un período de tiempo que varía de 10 a 180 minutos para obtener una masa que contiene biopetróleo bruto; y
- d. separar el biopetróleo bruto de la masa para obtener un biopetróleo bruto separado y una fase acuosa que contiene dicho catalizador;

en donde la etapa (d) del método comprende adicionalmente recuperar y reciclar dicho catalizador de dicha fase acuosa.

20 2. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde la etapa (c) del método opcionalmente comprende calentar dicha mezcla en presencia de un gas reactivo.

25 3. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde dicha alga es al menos una seleccionada entre el grupo que consiste en *Chlorella*, *Oedogonium*, *Dictyosphaerium*, *Spirogyra*, *Chara*, *Nitella*, *Hydrodictyon*, *Spirulina*, *Microcystis*, *Anabaena*, *Nodularia*, *Oscillatoria*, *Phormidium*, *Nannochloropsis* y *Euglena*.

30 4. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el contenido de carbono de dicho biopetróleo bruto varía entre el 60 y el 80 %.

5. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde la concentración de dicho catalizador con respecto a dicha biomasa varía del 1 al 20 % en peso.

35 6. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el tensioactivo catiónico es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende amonio cuaternario, dimetilamonio, piridinio, alconio, benzotonio, cetrimonio, bencilo y alquilbenceno.

40 7. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el tensioactivo aniónico es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende sulfato, sulfonato, fosfato y carboxilato.

45 8. El proceso como se reivindica en la reivindicación 7, en donde el tensioactivo aniónico es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende laurilsulfato de amonio, laurilsulfato de sodio, dodecilsulfato de sodio, dioctilsulfosuccinato de sodio, perfluorooctanosulfonato, perfluorobutananosulfonato, alquilbencenosulfonatos lineales, lauroilsarcosinato de sodio, perfluoronanoato y perfluorooctano.

50 9. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el tensioactivo no iónico es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende alcoholes grasos, alcohol cetílico, alcohol estearílico, alcohol cetosteárico, alcohol oleílico, polioxietilenglicol alquil éteres, octaetilenglicol monodecil éter, pentaetilenglicol monododecil éter, polioxipropilenglicol alquil éteres, glucósido alquil éteres, decil glucósido, lauril glucósido, octil glucósido, polioxietilenglicol octilfenol éteres, polioxietilenglicol alquilfenol éteres, nonoxinol-9, ésteres alquílicos de glicerol (laurato de glicerilo), ésteres alquílicos de polioxietilenglicol sorbitano, ésteres alquílicos de sorbitano, cocamida MEA, cocamida DEA, óxido de dodecildimetilamina, copolímeros de bloque de polietilenglicol, polipropilenglicol y seboamina polietoxilada.

55 10. El proceso como se reivindica en la reivindicación 1, en donde el líquido iónico es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que comprende tetraalquilamonio, tetraalquilsulfonio, trialquilsulfonio, N-alquilpiridinio, 1,3-dialquilimidazolío, BF_4^- , PF_6^- , SbF_6^- , NO_3^- , $(\text{CF}_3\text{SO}_3)_2\text{N}^-$, ArSO_3^- , CF_3CO_2^- , CH_3CO_2^- y Al_2Cl_7^- .