

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 784 707**

51 Int. Cl.:

**C10L 1/02** (2006.01)

**C11B 3/04** (2006.01)

**C11B 3/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.06.2017** **E 17177472 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.03.2020** **EP 3263675**

54 Título: **Composición combustible procedente de biomasa, su procedimiento de preparación y de combustión**

30 Prioridad:

**28.06.2016 FR 1656029**

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

**30.09.2020**

73 Titular/es:

**TOTAL MARKETING SERVICES (100.0%)  
24, Cours Michelet  
92800 Puteaux, FR**

72 Inventor/es:

**HAVIL, PATRICK y  
JULIEN, LAURENT**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 784 707 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**

Composición combustible procedente de biomasa, su procedimiento de preparación y de combustión

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a una composición combustible procedente de la biomasa, especialmente de la biomasa líquida, y a un procedimiento de preparación de esta composición combustible.

La combustión combustible comprende un aceite ácido y aceite de resina.

La composición combustible de la presente invención está más particularmente adaptada para uso en instalaciones de combustión que consumen exclusivamente, solos o en mezcla, gas natural, gases licuados del petróleo, fuel doméstico, carbón, fueles pesados y biomasa. No se trata por tanto de un carburante.

10 Especialmente, la composición combustible de la presente invención puede usarse en instalaciones de combustión clasificadas en el apartado 2910 A (y con mayor motivo 2910 B y 2910 C) de la nomenclatura de las instalaciones clasificadas para la protección del medio ambiente (nomenclatura ICPE) definida en el decreto nº 2013-814 del 11 de septiembre de 2013, publicado en el Diario Oficial de la República Francesa de 13 de septiembre de 2013.

**Técnica anterior**

15 La industria del refinado del petróleo, al menos en Europa occidental, tiene tendencia a disminuir la producción de fuel pesado debido a la bajada de la demanda. Esta bajada está ligada al paso a fuentes de energía alternativas por los clientes, especialmente gas natural, así como a restricciones ambientales que tienden a limitar las cantidades de NO<sub>x</sub>, SO<sub>2</sub> y polvos emitidos a la atmósfera. Para adecuarse a las prescripciones reglamentarias más rígidas, las instalaciones de combustión de alta potencia deberían recurrir a un fuel exento de nitrógeno, azufre y cenizas o a técnicas de tratamiento de humos, lo que no es económicamente viable con relación a otras energías, tales como gas natural, por ejemplo.

20

Además, el fuel pesado necesita generalmente almacenarse a una temperatura cercana a 50 °C con el fin de volverlo bombeable y pulverizarse a una temperatura comprendida entre 85 y 130 °C según las tecnologías de los quemadores, en conexión con la viscosidad del producto. Estas etapas de calentamiento representan un consumo energético no despreciable.

25

Asimismo, el punto de inflamación del fuel pesado (típicamente comprendido entre 70 y 120 °C), cerca de su temperatura de aplicación, puede generar restricciones suplementarias en términos de seguridad (atmósferas explosivas).

30 Existe por tanto la necesidad de un combustible de sustitución del fuel pesado que sea menos restrictivo en su aplicación y que permita alcanzar las exigencias cada vez más elevadas respecto a las emisiones atmosféricas resultantes de su combustión.

35 Existen composiciones combustibles basadas en fuel pesado y productos elaborados a partir de la biomasa, tales como por ejemplo las composiciones combustibles elaboradas por la solicitante y descritas en los documentos WO2013/098524 y WO2014/102492. Las composiciones combustibles descritas en el documento WO2013/098524 son una mezcla de fuel pesado y aceite de resina o un aceite de neutralización (composición de ácidos grasos neutralizados por una base y luego acidificados), permitiendo el aceite de resina y aceite de neutralización estabilizar la composición combustible. Las composiciones descritas en el documento WO2014/102492 son mezclas de una pasta de neutralización y de un combustible pesado de origen petrolífero. Estas diferentes composiciones combustibles no son enteramente procedentes sin embargo de la biomasa.

40 Existe la necesidad de un combustible de sustitución del fuel pesado que sea menos restrictivo en su aplicación, que permita alcanzar las exigencias cada vez más elevadas respecto a las emisiones atmosféricas resultantes de su combustión y que sea enteramente procedente de la biomasa.

**Breve compendio de la invención**

45 La solicitante propone una composición, especialmente líquida, usada como combustible. Esta composición puede sustituir a un fuel, especialmente para quemarse en una caldera industrial o un horno industrial en lugar de un fuel. La solicitante propone, en particular, una composición combustible, especialmente líquida, procedente directamente de la biomasa y que puede sustituir a un fuel, especialmente para quemarse en una caldera industrial o un horno industrial en lugar de un fuel. Se entiende por "procedente directamente de la biomasa" el hecho de que no contiene combustible fósil. Esto no excluye el hecho de que esta composición pueda contener otros productos, por ejemplo aditivos, no procedentes de la biomasa.

50

Un primer objeto de la invención se refiere así a una composición combustible líquida que comprende de 30 a 90 % en masa de un aceite ácido procedente de la acidificación de una pasta de neutralización obtenida por un procedimiento de saponificación de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y un aceite animal, de 10 a

70 % en masa de una composición que comprende brea de aceite de resina, comprendiendo esta composición de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina y el resto hasta 100 % uno o varios disolventes.

5 Tal composición presenta la ventaja de ser procedente únicamente de la biomasa: no comprende componentes combustibles fósiles. Presenta igualmente la ventaja de emitir en su combustión pocas emisiones, respetando las restricciones ambientales elevadas.

Se entiende por composición basada en brea de aceite de resina una composición que comprende brea de aceite de resina.

La composición combustible según la invención puede comprender:

- 10
- al menos un 50 % en masa de un aceite ácido, hasta al menos un 60 % en masa,
  - al menos un 50 % en masa de la composición basada en brea de aceite de resina, hasta al menos un 40 % en masa, preferiblemente hasta más de un 30 % en masa.

Ventajosamente, la composición combustible puede comprender:

- 15
- de 50 a 85 % en masa de aceite ácido, preferiblemente de 60 a 80 % en masa,
  - de 15 a 50 % en masa de la composición basada en brea de aceite de resina, preferiblemente de 20 a 40 % en masa, más preferiblemente de 20 a 30 % en masa.

La composición combustible según la invención puede comprender además uno o varios aditivos, preferiblemente elegidos entre:

- 20
- un aditivo de combustión que tiene el efecto de disminuir las emisiones de polvos; estos son generalmente aditivos que contienen sales metálicas (hierro y/o calcio y/o cerio) solubilizadas en una matriz de ácidos grasos e hidrocarburos,
  - un aditivo que tiene el efecto de mejorar la estabilidad; estos aditivos contienen generalmente agentes dispersantes solubilizados en una matriz de ácidos grasos e hidrocarburos.

El contenido total de aditivo de la composición combustible puede ser de 0,05 a 0,5 % en peso, preferiblemente de 0,1 a 0,3 % en peso.

25 El aceite ácido presente en la composición combustible puede presentar ventajosamente un contenido de agua inferior o igual al 1 % en peso, hasta inferior o igual al 0,8 % en peso, en particular de 0,1 a 0,7 % en peso. Esto puede permitir mejorar el rendimiento de combustión de la composición.

Como alternativa o en combinación, el aceite ácido presente en la composición combustible puede presentar ventajosamente un contenido de:

- 30
- cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso, idealmente inferior al 0,05 % en peso,
  - azufre inferior o igual a 150 mg/kg, preferiblemente inferior a 100 mg/kg,
  - calcio inferior o igual a 5 mg/kg, preferiblemente inferior a 1 mg/kg,
  - fósforo inferior o igual a 150 mg/kg,
  - sodio inferior o igual a 10 mg/kg, preferiblemente inferior o igual a 1 mg/kg.

35 Según las formas ventajosas, el contenido de cenizas puede ser inferior o igual al 0,04 % en peso.

Ventajosamente, el aceite ácido puede comprender además un contenido de metales alcalinos distintos del sodio inferior o igual a 1 mg/kg.

40 La composición basada en brea de aceite de resina usada en la presente composición comprende de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina, preferiblemente de 60 a 80 % en masa, y el resto hasta 100 % de uno o varios disolventes, opcionalmente elegidos entre un aceite de pino ligero, esencia de terebentina y de manera general los productos procedentes de la destilación del aceite de resina bruto.

El aceite de pino ligero puede definirse como una fracción ligera recuperada de la cabeza de columna en la destilación del aceite de resina bruto. Su punto de inflamación está comprendido entre 40 y 70 °C (límites incluidos).

45 La brea de aceite de resina es el producto recuperado del fondo de la columna en el fraccionamiento del aceite de resina bruto por destilación.

La composición combustible según la invención puede comprender al menos una de las características siguientes:

- 50
- un punto de inflamación superior o igual a 100 °C, preferiblemente superior o igual a 110 °C,
  - un índice de acidez inferior o igual a 70 mg de KOH/g, preferiblemente inferior o igual a 60 mg de KOH/g, preferentemente inferior o igual a 50 mg KOH/g,
  - un contenido de cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,05 % en peso,

- un contenido de azufre inferior o igual al 0,5 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,1 % en peso,
- un contenido de nitrógeno inferior o igual al 0,1 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,05 % en peso,
- un contenido de agua inferior o igual al 0,5 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,2 % en peso.

5 Según un modo de realización particular, la composición combustible está constituida únicamente por aceite ácido y la composición basada en brea de aceite de resina tales como se describen anteriormente y eventualmente por uno o varios aditivos tales como se describen anteriormente. Ventajosamente, la composición combustible está constituida únicamente por aceite ácido y la composición basada en peso.

La composición combustible de la presente invención puede obtenerse mediante el procedimiento de preparación descrito a continuación.

10 Es otro objeto de la invención un procedimiento de preparación de una composición combustible líquida, procedente de la biomasa, que comprende:

- a) una etapa de provisión de un aceite ácido procedente de la acidificación de una pasta de neutralización obtenida mediante un procedimiento de saponificación, y de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal,
- 15 b) una etapa de provisión de una composición basada en brea de aceite de resina que comprende: b1) una etapa de provisión de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina, b2) una etapa de mezclado de la brea de aceite de resina obtenida en la etapa b1) con al menos un disolvente para obtener el resto hasta 100 %,
- c) una etapa de mezclado de 30 a 90 % en masa del aceite ácido obtenido en la etapa a) con 10 a 70 % en masa de la composición obtenida en la etapa b),
- 20 d) opcionalmente al menos una etapa de tratamiento que comprende una o varias etapas elegidas entre una filtración, una centrifugación y una decantación, en la que se trata una sustancia elegida entre el aceite ácido obtenido en la etapa a) antes de la etapa c) de mezclado, la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b) antes de la etapa c) de mezclado y la mezcla obtenida en la etapa c). El tratamiento puede hacerse así sobre un componente de la mezcla, o los dos, pero también sobre la mezcla.

25 La etapa de tratamiento puede permitir especialmente reducir el contenido de agua y/o de cenizas, azufre y otros elementos tales como metales alcalinos, fósforo y sodio de la sustancia tratada.

Otro objeto de la invención se refiere a un procedimiento de combustión de una composición combustible en una instalación de combustión, especialmente de tipo 2910A o 2910B o 2910C según la nomenclatura ICPE, en la que se quema como combustible la composición combustible según la invención o directamente obtenida por el procedimiento según la invención. La composición según la invención puede quemarse respetando las restricciones reglamentarias de emisión sin tener que recurrir a costosos tratamientos de humos.

### Descripción detallada de la invención

#### Etapa a) de provisión de un aceite ácido

35 El aceite ácido proporcionado en la etapa a) procede del refinado de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal.

Se trata especialmente de un aceite procedente de la acidificación de una pasta de neutralización, procediendo esta pasta de neutralización del refinado, especialmente del refinado químico, de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal. Más particularmente, la pasta de neutralización procede preferiblemente, especialmente directamente, de un procedimiento de saponificación de uno o varios aceites.

40 Un aceite ácido puede definirse como composiciones de ácidos grasos neutralizados por una base y luego acidificados.

45 Los ácidos grasos provienen ventajosamente de la saponificación de un aceite vegetal y/o animal tal como, sin limitación, un aceite de tornasol, soja, colza, palma, cofra, cacahuete, oliva o un aceite de pescado, y comprenden clásicamente una gran mayoría de cadenas carbonadas C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>, saturadas o insaturadas, entre ellas preferiblemente cadenas carbonadas insaturadas C<sub>18</sub>. Los aceites vegetales comprenden habitualmente ácido palmítico, oleico, linoleico y otros ácidos en cantidades más pequeñas. Las composiciones de ácidos grasos neutralizados por una base son típicamente pastas de neutralización.

50 Típicamente, un aceite ácido contiene de 20 a 70 % en peso de ácidos grasos. El resto está compuesto mayoritariamente por monoglicéridos, diglicéridos y triglicéridos, en general esencialmente triglicéridos. Se observa igualmente la presencia de varias impurezas a un contenido inferior o igual al 0,5 % en masa, preferiblemente inferior o igual al 0,1 % en masa. Estas impurezas son sales metálicas, por ejemplo, sulfatos, fosfatos, etc.

La etapa a) puede comprender especialmente la provisión de un aceite ácido que tiene un contenido de agua inferior o igual al 3 % en peso.

La etapa a) de provisión de un aceite ácido puede comprender ventajosamente:

- 5 a1) una etapa de extracción de ácidos grasos presentes en una pasta de neutralización procedente del refinado, preferiblemente del refinado químico, especialmente de la saponificación, de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal, realizándose esta etapa de extracción en medio ácido en condiciones eficaces para formar una fase acuosa y una fase orgánica que comprende dichos ácidos grasos,
- a2) una etapa de separación en el transcurso de la cual se separa dicha fase orgánica formada anteriormente y se recupera.

10 La fase orgánica recuperada en la etapa a2) constituye un aceite ácido. Este aceite ácido presenta generalmente un contenido de agua inferior o igual al 3 % en peso.

Pasta de neutralización usada en la etapa a1)

La pasta de neutralización tratada en la etapa a1) puede ser una mezcla de pastas de neutralización procedentes del refinado de diferentes aceites o puede ser una pasta de neutralización procedente del refinado de un único aceite. Preferiblemente, el refinado de la pasta o pastas de neutralización es un refinado químico.

15 Tales pastas de neutralización provienen, especialmente directamente, de la saponificación de un aceite vegetal y/o de un aceite animal. En general, esta saponificación se realiza por adición de una base, generalmente sosa, y permite eliminar los ácidos grasos libres presentes en el aceite, los cuales se encuentran en la pasta de neutralización (“soapstock” en inglés) en forma de sales alcalinas de ácidos grasos. Antes de esta saponificación, el aceite vegetal y/o animal puede experimentar una operación de desengomado o desmucilagínación destinada a eliminar fosfolípidos, lecitinas, complejos azucarados y otras impurezas. La separación del aceite y de la pasta de neutralización resultante de la saponificación puede realizarse por centrifugación.

Las pastas de neutralización comprenden así esencialmente ácidos grasos neutralizados por una base. Comprenden típicamente de 20 a 70 % en peso de ácidos grasos.

25 Además de ácidos grasos neutralizados por una base, las pastas de neutralización pueden contener, según su origen y la calidad de la saponificación, fosfolípidos o monoglicéridos, diglicéridos o triglicéridos que no han reaccionado. Habitualmente, los ácidos grasos tienen cadenas carbonadas C<sub>12</sub>-C<sub>24</sub>, preferiblemente C<sub>16</sub>-C<sub>20</sub> o mejor C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>.

30 Una pasta de neutralización es por tanto un producto procedente de la biomasa. Las ventajas asociadas a tales pastas de neutralización residen, por un lado, en su bajo coste de aplicación y, por otro lado, en la ausencia de sustancias tóxicas indeseables, tales como plaguicidas, aflatoxinas, metales pesados, precursores de dioxinas y furanos, PCB y nitritos.

No obstante, las pastas de neutralización pueden contener proporciones importantes de agua que proviene de la reacción de saponificación o de la adición de agua para fluidificación en el proceso industrial. La fase acuosa puede representar más del 50 % de la masa de la pasta de neutralización. Otra dificultad está ligada al hecho de que se trata según el caso de emulsiones, que conviene tratar de forma específica.

35 El uso como combustible requiere en consecuencia aplicar métodos de eliminación de esta agua y otros residuos sólidos o líquidos viscosos indeseables.

Etapa a1) de extracción

40 La etapa a1) de extracción del procedimiento según la invención tiene la función de extraer los ácidos grasos contenidos en la pasta de neutralización. Esta extracción se realiza en medio ácido en condiciones eficaces para formar una fase acuosa y una fase orgánica que comprende los ácidos grasos inicialmente contenidos en la pasta de neutralización.

Esta fase orgánica que comprende los ácidos grasos se denomina generalmente “aceite ácido” o también “aceite de neutralización”.

45 El ácido usado para extraer los ácidos grasos presentes en la pasta de neutralización en forma de sales es generalmente un ácido inorgánico, tal como por ejemplo ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido hidroclórico.

El ácido sulfúrico es sin embargo preferido pues permite una mejor extracción de los ácidos grasos a un coste económico favorable.

La extracción se realiza generalmente con calentamiento, a una temperatura comprendida entre 70 y 100 °C (límites incluidos), preferiblemente entre 80 y 90 °C (límites incluidos).

50 Con el fin de obtener una buena extracción de ácidos grasos, se mantiene preferiblemente un pH ácido el tiempo de la reacción, por ejemplo, un pH inferior o igual a 6, preferiblemente inferior o igual a 4.

El tiempo de reacción se elige para permitir una extracción de la totalidad de los ácidos grasos. Es por ejemplo de 1 hora a 24 horas, en función de la geometría del reactor, de la naturaleza y la composición de la carga para tratar.

La extracción se realiza preferiblemente con agitación.

Se obtiene así la formación de una fase acuosa y de una fase orgánica que contiene ácidos grasos.

5 Etapa a2) de separación

En el transcurso de esta etapa, se separa la fase orgánica formada en la etapa a1) de la fase acuosa. Dicho de otro modo, se aísla el aceite ácido que se someterá posteriormente a la etapa c) del procedimiento según la invención, opcionalmente después de una etapa de centrifugación cuando su contenido de agua es superior al 1 % pero inferior o igual al 3 %.

10 Esta separación puede realizarse por destilación, decantación o hasta centrifugación. Esta etapa puede aplicarse mediante cualquier dispositivo apropiado, conocido y disponible en el comercio.

Ventajosamente, esta separación se realiza por decantación, seguida de la eliminación de la fase acuosa. La decantación depende de la diferencia de densidad de los líquidos y de su viscosidad, parámetros que pueden modificarse de manera conocida por el especialista en la materia para favorecer la separación llegado el caso.

15 Ventajosamente, se puede realizar una filtración a 150 µm del aceite ácido antes de cualquier etapa posterior.

Etapa b) de provisión de una composición basada en brea de aceite de resina

20 El aceite de resina, también llamado taloil o "tall oil" en inglés, es un subproducto líquido del procedimiento Kraft de transformación de madera el cual permite aislar por un lado la pulpa de madera útil para la industria papelera y por otro lado el licor negro que contiene el aceite de resina bruto. El aceite de resina se obtiene esencialmente del uso de coníferas en el procedimiento Kraft. Los productos procedentes de la destilación del aceite de resina bruto se usan generalmente como bases en la industria química y para la fabricación de colas y adhesivos.

25 En el transcurso del procedimiento Kraft, se calientan habitualmente las virutas de madera en presencia de sulfuro de sodio en solución acuosa. Este tratamiento se hace en general a una temperatura de 130 a 180 °C a presión durante 2 a 5 horas según la esencia de madera. Se obtiene un licor negro y, después de decantación, se observa la formación de una capa superior alcalina llamada jabón ("tall oil soap" en inglés) que puede aislarse. Este jabón de aceite de resina se acidifica a continuación, por ejemplo con ácido sulfúrico, para producir aceite de resina bruto. El aceite de resina bruto comprende principalmente ácidos resínicos, ácidos grasos y compuestos no saponificables.

30 Una acidificación insuficiente puede conducir a un aceite de resina bruto que contiene sales metálicas, generalmente de sodio. Esta característica está ligada al hecho de que el aceite de resina comprende mayoritariamente compuestos hidrocarbonados funcionalizados por ácidos orgánicos, esencialmente ácidos carboxílicos, a veces fenoles. El aceite de resina comprende también esteroides no saponificables, alcoholes grasos y otros derivados de hidrocarburos alquilados.

35 Se observa que el aceite de resina no es un aceite ácido pues no proviene de la saponificación de un aceite vegetal o animal, sino de la saponificación de una solución alcalina de materia orgánica sólida (virutas de madera, especialmente de coníferas). Así, el aceite de resina contiene resinas mientras que un aceite ácido no las contiene.

Un aceite de resina bruto medio tiene un índice de acidez (TAN: número de acidez total, en mg de KOH por g de producto) comprendido entre 100 y 200, más generalmente entre 125 y 165.

40 Cuando se calienta, el aceite de resina bruto puede separarse (por destilación) en una fase ligera que comprende esencialmente ácidos grasos y resinas y una fase pesada o residuo, que no puede destilarse, llamada brea de aceite de resina ("tall oil pitch" en inglés). La brea de aceite de resina contiene una baja cantidad de ácidos grasos y ácidos resínicos y una cantidad notable de productos insaponificables.

La etapa b) puede comprender así:

45 b1) una etapa de provisión de brea de aceite de resina, especialmente por fraccionamiento de al menos un aceite de resina bruto obtenido por transformación de madera de conífera según el procedimiento Kraft,

b2) una etapa de mezclado de la brea de aceite de resina obtenida en la etapa b1) con al menos un disolvente, por ejemplo, elegido entre el aceite de pino ligero y la esencia de terebentina. Esta mezcla permite volver la brea de aceite de resina más fácilmente manipulable y transportable.

La mezcla recuperada en la etapa b2) constituye una composición basada en brea de aceite de resina.

Especialmente, la brea de aceite de resina corresponde a la fracción no destilable del aceite de resina bruto.

50 Ventajosamente, la composición basada en brea de aceite de resina proporcionada en la etapa b) comprende:

- de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina, preferiblemente de 60 a 80 % en masa,
- y el resto hasta 100 % de uno o varios disolventes, opcionalmente elegidos entre un aceite de pino ligero y esencia de terebentina.

Etapa c) de mezclado

- 5 En el transcurso de esta etapa, se mezclan el aceite ácido obtenido en la etapa a) y la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b).

Ventajosamente, con el fin de mejorar la homogeneidad de la mezcla obtenida, esta etapa se realiza con agitación, por ejemplo mecánica, y/o por recirculación.

- 10 Especialmente, el mezclado puede efectuarse en un reactor con agitación por inyección simultánea del aceite ácido obtenido en la etapa a), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), y de la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d).

Con el fin de facilitar el mezclado y de mejorar su homogeneidad, los componentes de la mezcla pueden calentarse previamente a su mezclado. Este calentamiento puede efectuarse después de una o varias etapas opcionales de tratamiento d) de uno o varios de los componentes de la mezcla.

- 15 El aceite ácido puede calentarse así a una temperatura de 40 a 70 °C y la composición basada en brea de aceite de resina puede calentarse a una temperatura de 40 a 70 °C, preferiblemente de 50 a 60 °C.

En el transcurso de esta etapa c) de mezclado, se mezcla el aceite ácido obtenido en la etapa a), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), y la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), en las proporciones siguientes:

- 20
- de 30 % a 90 % en masa de aceite ácido,
  - de 10 a 70 % en masa de la composición basada en brea de aceite de resina.

Etapa d) de tratamiento

Esta etapa puede comprender una o varias etapas elegidas entre una filtración, una centrifugación y una decantación.

- 25 El procedimiento según la invención puede comprender al menos una etapa de tratamiento d) de cada componente de la mezcla (antes de la etapa de mezclado) y de la mezcla obtenida en la etapa c).

Como alternativa, el procedimiento según la invención puede comprender una o varias de las etapas siguientes:

- 30
- una etapa de tratamiento d) del aceite ácido obtenido en la etapa a) antes de la etapa c) de mezclado,
  - una etapa de tratamiento d) de la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b) antes de la etapa c) de mezclado,
  - una etapa de tratamiento d) de la mezcla obtenida en la etapa c).

El procedimiento según la invención puede comprender así al menos una etapa de tratamiento d) la cual comprende:

d1) una etapa de tratamiento en la que se trata el aceite ácido obtenido en la etapa a) antes de la etapa c) de mezclado en condiciones eficaces para obtener un aceite ácido que tenga un contenido de agua inferior o igual al 1 % en peso, hasta inferior o igual al 0,8 % en peso, en particular de 0,1 a 0,7 % en peso.

- 35 Esta etapa d1) puede comprender al menos una etapa de centrifugación. La centrifugación puede realizarse ventajosamente sobre un aceite ácido obtenido en la etapa a2) descrita anteriormente.

Esta operación de centrifugación permite obtener un aceite ácido que presenta muy ventajosamente un contenido de agua inferior o igual al 1 % en peso, hasta inferior o igual al 0,8 % en peso, en particular de 0,1 a 0,7 % en peso.

- 40 Además de la eliminación de agua, recuperada en una fase acuosa, la centrifugación permite igualmente la eliminación de una parte de los residuos sólidos en suspensión.

La etapa de centrifugación presenta la ventaja de una aplicación simplificada, evitando recurrir a métodos de separación químicos complejos, tales como destilación, los cuales pueden ser restrictivos en términos de precauciones y de corrosión, indeseables y costosos.

La etapa de centrifugación puede ser ventajosamente una centrifugación trifásica.

- 45 Sin embargo, la etapa de centrifugación puede ser ella misma una combinación de etapas, en particular comprender una primera etapa de centrifugación de tipo difásico, que permite separar las materias en suspensión en forma de lodos, acoplada con una segunda etapa de centrifugación trifásica, la cual separa la fase orgánica, la fase acuosa depurada y las materias en suspensión residuales de la primera centrifugación. Esta etapa puede aplicarse por cualquier dispositivo apropiado, conocido y disponible en el comercio.

De forma clásica, la centrifugación puede aplicarse con velocidades de 4000-6000 rpm.

5 La duración de la centrifugación depende de la naturaleza de las especies para separar, de su coeficiente de reparto, de la diferencia de densidad entre la fase acuosa, la fase orgánica oleosa y las partículas, del tamaño de las partículas, de la tensión superficial de las especies para separar, de la temperatura y de la velocidad de centrifugación. La duración de la separación (llamada tiempo de residencia) se adapta por tanto caso a caso por el especialista en la materia por medios convencionales de medida y control.

10 La etapa de tratamiento d) puede comprender además una etapa d2) de reducción del contenido de cenizas, azufre, fósforo, calcio, sodio y eventualmente metales alcalinos distintos del sodio. Esta etapa d2) se realiza ventajosamente sobre el aceite ácido obtenido en la etapa d1), pero podría realizarse eventualmente sobre un aceite ácido que no haya experimentado la etapa d1).

En el transcurso de esta etapa d2), se reduce el contenido de cenizas, azufre, calcio, fósforo, sodio y eventualmente metales alcalinos distintos del sodio del aceite ácido mediante una o varias subetapas de filtración y/o precipitación.

Esta etapa d2) puede aplicarse por cualquier dispositivo apropiado, conocido y disponible en el comercio.

15 La filtración puede realizarse así mediante un filtro prensa o un filtro de cartucho, o una membrana filtrante o ser una ultrafiltración, una nanofiltración o incluso una filtración por ósmosis inversa.

La etapa d2) puede comprender ventajosamente al menos una etapa de filtración efectuada con la ayuda de al menos una pasada a través de un filtro de celulosa. Tal filtro de celulosa puede permitir mejorar la eficacia de la filtración evitando la colmatación.

20 La etapa de precipitación puede realizarse ventajosamente en condiciones eficaces para precipitar los sulfatos presentes en el aceite ácido. Estos sulfatos pueden provenir de la saponificación del aceite y/o de la extracción del ácido de los ácidos grasos.

Sin querer ligarse a una teoría, la precipitación de los sulfatos de un aceite ácido parece asociada a la precipitación de calcio, fósforo, sodio y eventualmente metales alcalinos distintos del sodio, lo que tiene como efecto disminuir el contenido de cenizas del producto.

25 De manera general, las condiciones de realización de la precipitación se determinarán por el especialista en la materia por medios convencionales en función de las especies para precipitar.

La precipitación de sulfatos puede realizarse especialmente por adición de iones  $\text{Ca}^{2+}$ , por ejemplo en forma de  $\text{CaCl}_2$  (cloruro de calcio).

30 La elección y el número de estas subetapas podrán determinarse fácilmente por el especialista en la materia controlando el contenido de cenizas, azufre, calcio, fósforo y sodio de la fase orgánica final, que constituye el aceite ácido.

En un modo de realización, la etapa d2) puede comprender al menos dos etapas de filtración sucesivas con filtros de malla cada vez menor. A modo de ejemplo, las filtraciones pueden efectuarse mediante un primer filtro de 100 a 50  $\mu\text{m}$  y un segundo filtro de 10 a 25  $\mu\text{m}$ . Estas filtraciones se realizan preferiblemente en caliente:

- 35
- de 40 a 60 °C para aceites ácidos,
  - de 50 a 80 °C para la composición basada en brea de aceite de resina,
  - de 50 a 80 °C para la mezcla.

En otro modo de realización, la etapa d2) puede comprender una etapa de filtración seguida de una etapa de precipitación, especialmente de sulfatos.

40 Eventualmente, estas etapas de filtración y precipitación pueden estar precedidas o seguidas por una o varias otras etapas de filtración, hasta una o varias etapas de precipitación. Ventajosamente, la última etapa puede ser una etapa de filtración.

45 El procedimiento puede comprender una sucesión de filtraciones mediante filtros de mallas decrecientes para alcanzar el objetivo final, por ejemplo a partir de 200  $\mu\text{m}$  hasta 25  $\mu\text{m}$ . Ventajosamente, la última etapa de filtración se realiza entonces mediante un filtro que presenta un umbral de filtración de 10 a 25  $\mu\text{m}$ .

Gracias a esta etapa d2), es posible obtener un aceite ácido que presenta muy ventajosamente contenidos de:

- 50
- cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso, idealmente inferior al 0,05 % en peso,
  - azufre inferior o igual a 150 mg/kg, preferiblemente inferior a 100 mg/kg,
  - calcio inferior o igual a 5 mg/kg, preferiblemente inferior a 1 mg/kg,
  - fósforo inferior o igual a 150 mg/kg,
  - sodio inferior o igual a 10 mg/kg, preferiblemente inferior a 1 mg/mkg,

y eventualmente un contenido de metales alcalinos distintos del sodio inferior o igual a 1 mg/kg.

El contenido de calcio podrá medirse según la norma NF T 60106.

El contenido de fósforo podrá medirse según la norma NF T 60106.

El contenido de sodio podrá medirse según la norma NF T 60106.

- 5 El contenido de metales alcalinos distintos del sodio podrá medirse según la norma NF T 60106.

Se observará que las etapas d1) y d2) pueden permitir obtener aceites ácidos cuyos contenidos de cenizas, azufre, calcio, fósforo y sodio y eventualmente metales alcalinos distintos del sodio son muy inferiores a los umbrales anteriormente citados, hasta nulos o casi nulos e indetectables por los medios de cuantificación usuales.

- 10 Además, el aceite ácido obtenido entonces en la etapa d2) presenta ventajosamente un contenido de agua inferior o igual al 1 %, hasta inferior o igual al 0,8 %, en particular de 0,1 % a 0,7 % en peso.

El procedimiento según la invención puede comprender igualmente, como alternativa o en combinación, al menos una etapa de tratamiento d) elegida entre:

- una etapa d'1) de tratamiento de la composición obtenida en la etapa b) antes de la etapa c) de mezclado y
- una etapa d3) de tratamiento de la mezcla obtenida en la etapa c).

- 15 Estas etapas d'1) y d3) pueden comprender una o varias etapas elegidas entre una filtración, una centrifugación y una decantación. Estas etapas pueden ser similares a las etapas d1) y d2) anteriormente descritas. Especialmente, cada una de las etapas d'1) y d3) puede comprender o consistir en una o varias filtraciones, decantaciones o precipitaciones, especialmente en condiciones similares a las descritas para el aceite ácido, eventualmente a temperaturas diferentes, tales como las mencionadas anteriormente para la filtración.

20 EJEMPLOS

En la presente solicitud, los términos "peso" y "masa" se han usado indiferentemente para designar una masa.

Ejemplo 1

La tabla 1 reúne varias características fisicoquímicas de una muestra de brea de aceite de resina.

La tabla 2 reúne las mismas características fisicoquímicas para los productos siguientes:

- 25
- Producto A: composición basada en brea de aceite de resina cuyas características figuran en la Tabla 1,
  - Producto B: aceite ácido,
  - Producto C: fuel TBTS (muy bajo contenido en azufre) sin aditivos,
  - Producto D: composición combustible según la invención constituida por 26 % en peso de producto A y 74 % en peso de producto B.

30 Tabla 1

	Brea de aceite de resina	Unidades
Masa por volumen a 15 °C NF EN ISO 3675	1009,7	kg/m <sup>3</sup>
Viscosidad a 100 °C NF EN ISO 3104	154	cSt
Contenido de azufre NF EN ISO 20846	0,4	% en peso
Punto de inflamación NF EN ISO 2719	>200	°C
Contenido de agua NF EN ISO 12937	0,1	% en peso
PCI (*)	37	MJ/kg

## ES 2 784 707 T3

Contenido de nitrógeno ASTM D 3228	0,17	% en m
Contenido de cenizas NF EN ISO 6245	>0,1	% en m
Índice de acidez ASTM D664A	48	mg de KOH/g

(\*) Medida realizada según el método de la Unión Francesa de Industrias Petroleras (UFIP) y la Asociación Técnica de Energía Ambiental (ATEE).

5 El producto A comprende un 60 % en peso de brea de aceite de resina y un 40 % en peso de disolvente, a saber: 10 % en peso de aceite de pino y 30 % en peso de esencia de terebentina. El producto A se almacena a una temperatura de 40 a 70 °C.

El aceite ácido usado aquí es un aceite ácido procedente de la acidificación de una pasta de neutralización obtenida por saponificación de un aceite de colza.

La pasta de neutralización ha experimentado el tratamiento siguiente:

- 10 a1) inyección de 120 l de ácido sulfúrico al 97 % en un reactor que contiene 4000 kg de pasta de neutralización, donde la temperatura es de 80 a 90 °C. El tiempo de reacción es de 24 horas, con control continuo del pH con el fin de mantener el pH a un valor inferior a 4,
- a2) decantación de la fase acuosa y de la fase orgánica formadas en el transcurso de la etapa a1) y luego eliminación de la fase acuosa.

15 Se obtiene un aceite ácido que se somete a filtraciones sucesivas en caliente (50 °C) mediante filtros de mallas decrecientes (200, 100, 50 y 25 µm). Se obtiene el producto B, el cual se almacena a una temperatura de 5 a 40 °C.

El producto D es una mezcla de los productos A y B. Se realiza de la manera siguiente:

20 24 horas antes del mezclado, se calienta el producto B a entre 50 y 60 °C y se agita (agitación mecánica y recirculación a un caudal superior a  $(V_{\text{producto almacenado}}/5) \text{ m}^3/\text{h}$ ). Se realiza el mezclado por inyección simultánea de 74 % en peso de producto B (aceite ácido) y 26 % en peso de producto A (basado en brea de aceite de resina). Se obtiene el producto D. Al término de la operación, se agita el producto D (agitación mecánica y recirculación a un caudal superior a  $(V_{\text{producto almacenado}}/5) \text{ m}^3/\text{h}$ ) durante 24 horas. El producto D se almacena a continuación a una temperatura que facilite su transferencia en función de la viscosidad, preferiblemente superior a 20 °C.

Tabla 2

Producto	D (26 % de A + 74 % de B) Invección	A	B	C	Unidades
Masa por volumen a 15 °C	944	986	924	940 a 1050 típico	kg/m <sup>3</sup>
Viscosidad a 100 °C	8,5	10,9	7,6	<40 (*)	cSt
Contenido de azufre	0,09	0,24	<0,01	<1 (*)	% en peso
Punto de inflamación	121	91	>200	>70 (*)	°C
Contenido de agua	0,2	0,1	0,7	<0,6 (*)	% en peso
PCI	37	39	36	39 típico	MJ/kg
Contenido de nitrógeno	0,02	0,07	0,01	0,35	% en m
Contenido de cenizas	0,013	0,058	0,006	0,04	% en m
Índice de acidez	40	76	100		mg de KOH/g

(\*): especificaciones impuestas por la CSR 500 para un fuel pesado. Estas especificaciones se establecen por la

Cámara Sindical de Refinado de Francia.

Las normas usadas para las medidas de los diferentes productos se precisan en la Tabla 1 únicamente.

Ejemplo 2: Ensayo piloto de combustión

- 5 Se quema separadamente cada combustible en una caldera de tubos de humos de 1 MW de 1 quemador de pulverización mecánica sin asistencia. Se analizan las emisiones atmosféricas en continuo mediante analizadores colocados en el conducto de evacuación de los humos, a la salida del fogón.

Tabla 3

Productos	D (invención)	A	B	C	Unidades
Temperatura de alimentación	70	70	70	65	°C
Presión de alimentación	2	2	2	2	bares
Temperatura de pulverización	85	93	90	136	°C
Presión de pulverización	32	32	28	30	bares
Rendimiento de combustión	95,8	94,8	94,3	95,5	%
Emisión de CO NF EN 15058	0	0	1	6	mg/m <sup>3</sup> (n)
Emisiones de SO <sub>2</sub> NF EN 14791	158	432	97	1511	mg/m <sup>3</sup> (n)
Emisiones de NO <sub>x</sub> NF EN 14792	149	189	169	631	mg/m <sup>3</sup> (n)
Emisiones de polvo NF EN 13284-1	14	35	16	102	mg/m <sup>3</sup> (n)

m<sup>3</sup> (n): metros cúbicos normales, medidos a P= 101,3 kPa y T= 273 K

Se ensayaron los productos siguientes:

- 10
- Producto A: composición basada en brea de aceite de resina,
  - Producto B: aceite ácido,
  - Producto C: fuel TBTS sin aditivos,
  - Producto D: composición según la invención constituida por 26 % en peso de la composición basada en aceite de resina y 74 % en peso de aceite ácido.

- 15 Las características de estos productos son las presentadas en la tabla 2.

La Tabla 3 siguiente reúne las condiciones de combustión de este ensayo, así como el rendimiento de combustión y las emisiones medidas.

La combustión de la composición según la invención (D) presenta un rendimiento similar al del fuel pesado (A) y ligeramente superior a cada constituyente de la composición tomado por separado (A y B).

- 20 Las emisiones atmosféricas de la composición según la invención (D) son de los mismos órdenes de magnitud que para el aceite ácido solo (B) y permiten respetar los VLE (valores límites de emisión) entrados recientemente en vigor, lo que no es el caso para la composición basada en brea de aceite de resina (A) y el fuel pesado TBTS (C).

Se observa que las emisiones de NO<sub>x</sub> y de polvos de la composición según la invención son inferiores a las emisiones de otros productos, observándose una bajada consecuente para los NO<sub>x</sub>.

- 25 Ejemplo 3: Ensayo de estabilidad

Generalmente, el uso de un combustible en las instalaciones de combustión implica previamente un almacenamiento en tanques. La duración del almacenamiento puede variar de varios días a varios meses. Se han realizado ensayos de estabilidad con el fin de verificar la homogeneidad de una composición según la invención con el tiempo.

Se ha almacenado la composición combustible (producto D) de los ejemplos 1 y 2 a 20 °C con exposición a la luz durante 5 meses. La tabla 4 reúne los resultados observados.

Se comprueba que la composición combustible según la invención presenta propiedades físicas constantes en el tiempo. La composición combustible permanece especialmente homogénea, incluso después de varios meses.

5 Tabla 4

<b>D (invención)</b>			
	<b>B (aceite ácido)</b>	74 % en peso	
	<b>A</b>	26 % en peso	
	<b>Duración</b>	t= 0	t= 5 meses
Viscosidad a 50 °C NF EN ISO 3104	<b>cSt</b>	40,77	39,37
Viscosidad a 100 °C	<b>cSt</b>	10,46	10,23
Punto de fluidez ASTM D97 -NFT 60105	<b>°C</b>	-15	-15
Aspecto visual	<b>5 min</b>	Oscuro sin materia en suspensión	
	<b>1 mes</b>	Transparente	
	<b>2 meses</b>	Transparente	
	<b>3 meses</b>	Transparente	
	<b>4 meses</b>	Transparente	
	<b>5 meses</b>	Transparente	

La composición combustible según la invención presenta así las ventajas siguientes:

- Ambiental: la composición combustible según la invención contiene poco nitrógeno, azufre y cenizas con relación a un fuel pesado, lo que permite disminuir en gran medida las emisiones de NO<sub>x</sub>, SO<sub>2</sub> y polvos a la atmósfera y así respetar los VLE (valores límites de emisión), tanto para las instalaciones de combustión pequeñas, medianas y grandes, sin recurrir a un postratamiento de los humos. Se observa que una composición basada en brea de aceite de resina sola no puede usarse tampoco sin aplicar un postratamiento de humos respetando los VLE de emisión (principalmente por SO<sub>2</sub> y los polvos).
- En aplicación: la composición combustible según la invención requiere un recalentamiento menor que un fuel pesado: 20 °C en almacenamiento, quemador de copa rotativo 55 °C, quemador de pulverización mecánica 85 °C (respectivamente 55 °C, 85 °C y 130 °C para un fuel pesado), dando como resultado una ganancia económica.
- En almacenamiento: la composición combustible según la invención tiene un índice de acidez inferior al de un aceite ácido solo y un contenido de agua reducido. La conjunción de estos dos elementos favorece las condiciones de almacenamiento. Debido a la menor presencia de agua, se reducirá además la acumulación de agua en el fondo del recipiente de almacenamiento. Al ser menos ácida esta agua, se atenuarán/ralentizarán por tanto los potenciales fenómenos de corrosión. Además, los vapores formados potencialmente en la fase de vapor presentarán un carácter menos corrosivo que los del aceite ácido solo. Finalmente, la composición combustible según la invención presenta un punto de inflamación superior al de una composición basada en brea de aceite de resina sola. La aplicación de la mezcla, del almacenamiento hasta el quemador, se hace así a una temperatura inferior al punto de inflamación. Da como resultado que no se induce ninguna ATEX (atmósfera explosiva) por este combustible así como una ganancia económica.
- En el quemado: la composición según la invención tiene una masa por volumen y un PCI superiores al aceite ácido solo. Da como resultado que mediante un equipo de tipo volumétrico dado (bomba), pasará una masa mayor de producto. Considerando que el poder calorífico de la mezcla es superior al del aceite ácido solo, la potencia suministrable por la instalación de combustión se encuentra aumentada. A modo indicativo, en conexión con los análisis de combustible (véase la tabla 2), para una instalación de combustión dada, la potencia térmica suministra por la mezcla será superior a la del aceite ácido solo en un 5 %.
- La composición combustible según la invención no presenta ya el olor característico y fuerte de la brea de aceite de resina.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición combustible que comprende:
  - de 30 a 90 % en masa de un aceite ácido procedente de la acidificación de una pasta de neutralización obtenida por un procedimiento de saponificación de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y un aceite animal y
  - de 10 a 70 % en masa de una composición que comprende brea de aceite de resina, comprendiendo esta composición de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina y el resto hasta 100 % de uno o varios disolventes.
2. Composición combustible según la reivindicación 1, que comprende uno o varios aditivos.
3. Composición combustible según la reivindicación 1 o 2, en la que el aceite ácido comprende un contenido de agua inferior o igual al 1 % en peso, hasta inferior o igual al 0,8 % en peso, en particular de 0,1 a 0,7 % en peso.
4. Composición combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en la que el aceite ácido comprende un contenido de:
  - cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso,
  - azufre inferior o igual a 150 mg/kg,
  - calcio inferior o igual a 5 mg/kg,
  - fósforo inferior o igual a 150 mg/kg,
  - sodio inferior o igual a 10 mg/kg.
5. Composición combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en la que el disolvente o disolventes de la composición que comprende la brea de aceite de resina se eligen entre un aceite de pino ligero y esencia de terebentina.
6. Composición combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 que comprende al menos una de las características siguientes:
  - un punto de inflamación superior o igual a 100 °C, preferiblemente superior o igual a 110 °C,
  - un índice de acidez inferior o igual a 70 mg de KOH/g, preferiblemente inferior o igual a 60 mg de KOH/g, con preferencia inferior o igual a 50 mg de KOH/g,
  - un contenido de cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,05 % en peso,
  - un contenido de azufre inferior o igual al 0,5 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,1 % en peso,
  - un contenido de nitrógeno inferior o igual al 0,1 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,05 % en peso,
  - un contenido de agua inferior o igual al 0,5 % en peso, preferiblemente inferior o igual al 0,2 % en peso.
7. Procedimiento de preparación de una composición combustible líquida procedente de la biomasa que comprende:
  - a) una etapa de provisión de un aceite ácido procedente de la acidificación de una pasta de neutralización obtenida por un procedimiento de saponificación, y de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal,
  - b) una etapa de provisión de una composición basada en brea de aceite de resina que comprende:
    - b1) una etapa de provisión de 50 a 90 % en masa de brea de aceite de resina,
    - b2) una etapa de mezclado de la brea de aceite de resina obtenida en la etapa b1) con al menos un disolvente para obtener el resto hasta 100 %,
  - c) una etapa de mezclado de 30 a 90 % en masa del aceite ácido obtenido en la etapa a) con 10 a 70 % en masa de la composición obtenida en la etapa b),
  - d) opcionalmente al menos una etapa de tratamiento que comprende una o varias etapas elegidas entre una filtración, una centrifugación y una decantación, en la que se trata una sustancia elegida entre el aceite ácido obtenido en la etapa a) antes de la etapa c) de mezclado, la composición basada en brea de aceite de resina obtenida en la etapa b) antes de la etapa c) de mezclado y la mezcla obtenida en la etapa c).
8. Procedimiento de preparación según la reivindicación 7, caracterizado por que comprende al menos una etapa de tratamiento d) la cual comprende:
  - d1) una etapa de tratamiento que trata el aceite ácido obtenido en la etapa a) antes de la etapa c) de mezclado en condiciones eficaces para obtener un aceite ácido que tenga un contenido de agua inferior o igual al 1 % en peso, hasta inferior o igual al 0,8 % en peso, en particular de 0,1 a 0,7 % en peso.
  - d2) opcionalmente, una etapa de reducción del contenido de cenizas, azufre, fósforo, calcio y sodio del aceite ácido obtenido en la etapa d1), comprendiendo esta etapa de reducción una o varias etapas elegidas entre una filtración y una precipitación realizadas en condiciones eficaces para obtener un aceite ácido combustible que comprende un contenido de

- cenizas inferior o igual al 0,1 % en peso, idealmente inferior al 0,05 % en peso,
  - azufre inferior o igual a 150 mg/kg, preferiblemente inferior a 100 mg/kg,
  - calcio inferior o igual a 5 mg/kg, preferiblemente inferior o igual a 1 mg/kg,
  - fósforo inferior o igual a 150 mg/kg,
- 5       • sodio inferior o igual a 10 mg/kg, preferiblemente inferior a 1 mg/kg.
9.       Procedimiento de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, caracterizado por que comprende al menos una etapa de tratamiento d) de la composición obtenida en la etapa b) antes de la etapa c) de mezclado.
- 10      10.       Procedimiento de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 9, caracterizado por que comprende al menos una etapa de tratamiento d) de la mezcla obtenida en la etapa c).
- 15      11.       Procedimiento de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 10, caracterizado por que, anteriormente a la etapa de mezclado, se calienta el aceite ácido obtenido en la etapa a), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), a una temperatura de 40 a 70 °C, y se calienta la composición que comprende la brea de aceite de resina obtenida en la etapa d), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), a una temperatura de 40 a 70 °C, preferiblemente de 50 a 60 °C.
- 20      12.       Procedimiento de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 11, caracterizado por que, en el transcurso de la etapa de mezclado c), se efectúa el mezclado en un reactor con agitación por inyección simultánea del aceite ácido obtenido en la etapa a), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d), y de la composición que comprende la brea de aceite de resina obtenida en la etapa b), opcionalmente después de al menos una etapa de tratamiento d).
- 25      13.       Procedimiento de preparación según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 12, en el que la etapa a) de provisión de un aceite ácido comprende:
- a1)       una etapa de extracción de los ácidos grasos presentes en una pasta de neutralización procedente del refinado de uno o varios aceites elegidos entre un aceite vegetal y/o un aceite animal, realizándose esta etapa de extracción en medio ácido en condiciones eficaces para formar una fase acuosa y una fase orgánica que comprende dichos ácidos grasos,
  - a2)       una etapa de separación en el transcurso de la cual se separa dicha fase orgánica anteriormente formada y se recupera, constituyendo la fase orgánica recuperada en la etapa a2) el aceite ácido.
- 30      14.       Procedimiento de combustión de un combustible en una instalación de combustión, en el que se quema una composición combustible según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 o un combustible obtenido directamente por el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 7 a 13.