

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 911 413**

51 Int. Cl.:

C10L 1/06 (2006.01)

C07C 69/24 (2006.01)

C07C 69/52 (2006.01)

C11C 3/00 (2006.01)

B01D 11/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.10.2017 E 17194813 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.01.2022 EP 3305877**

54 Título: **Proceso para purificar biodiesel**

30 Prioridad:

04.10.2016 BR 102016023104

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

19.05.2022

73 Titular/es:

**PETRÓLEO BRASILEIRO S.A. PETROBRAS
(100.0%)**

**Avenida República do Chile 65
Rio de Janeiro, RJ, BR**

72 Inventor/es:

**ANTONIO VIDAL VIEIRA, JOSE;
LOUREIRO XIMENES, VITOR;
LUDWIG QUINTANI, CAROLINA;
DE FIGUEIREDO PORTILHO, MARCIO y
RICARDO RANGEL, ROBERTO**

ES 2 911 413 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

Proceso para purificar biodiesel

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para purificar biodiesel en ausencia de una auxiliar de filtración. Más específicamente, la presente invención sugiere la purificación de biodiesel utilizando una secuencia de operaciones de lavado después de la sección de reacción, con agitación lo suficientemente vigorosa para ayudar en la transformación de las moléculas de glicósidos de esterilo, para convertirlos en una forma química que puede ser eliminado por el proceso ahora reclamado.

Antecedentes de la invención

15 El biodiésel obtenido a partir de aceites de origen vegetal (por ejemplo, aceite de soja y aceite de palma) tiene partículas sólidas que surgen del metabolismo de las plantas de las que procede. Estas partículas se observan incluso a temperaturas superiores al punto de nube del biodiésel obtenido a partir de aceite de soja y aceite de palma, fenómeno que se caracteriza por la aparición de diminutas partículas sólidas en suspensión, que dan lugar a la formación de una nube y al consiguiente aumento de la turbiedad del biodiesel generado. Con el paso del tiempo, y en reposo, la sedimentación de estas partículas favorece la formación de una capa de material insoluble en el fondo del tanque o donde se almacena el biodiesel.

25 El material sólido observado en el biodiésel consiste en una mezcla de compuestos identificados que comprenden monoglicéridos y glicósidos de esterilo, que se encuentran principalmente en forma de glicósidos de esterilo esterificados. Cuando se aíslan, los glucósidos de esterilo se presentan en forma de polvo blanco, con un punto de fusión entre 240 °C y 290 °C y con una solubilidad reducida en la mayoría de los disolventes orgánicos, con excepción de la piridina y la mezcla de cloroformo/metanol (2 :1).

30 Debido a la insolubilidad de los glucósidos de esterilo en el biodiésel, se convierten en partículas sólidas que se dispersan en el producto, lo que influye en la cristalización de otros componentes del producto. Por lo tanto, es necesario purificar el biodiesel obtenido.

35 El conjunto de equipos utilizados en las etapas asociadas a la depuración del producto, para definirlo como biodiésel, se denomina sección de depuración. En esta sección, la corriente ligera, rica en ésteres metílicos y/o etílicos, recibida de una sección de transesterificación, puede ser purificada mediante técnicas que se pueden dividir en dos grandes grupos, conocidos como lavado húmedo y lavado seco. Las técnicas pertenecientes a los dos grupos tienen ventajas y desventajas, por lo que la selección del método más adecuado debe cumplir básicamente con los criterios de calidad del producto y economía del proceso. Algunas técnicas también poseen la particularidad de tener un carácter híbrido, es decir, utilizan tanto fluidos líquidos como materiales sólidos adsorbentes, combinándolos en diferentes etapas para cumplir con los criterios predeterminados.

45 En la purificación en seco de biodiesel, la fase ligera, recibida de la sección de reacción, pasa únicamente por columnas con adsorbentes, o por lechos de resina de intercambio iónico, que permiten la remoción de glicerol residual, trazas de metanol y agua presentes en el biodiesel, así como jabón, catalizador y sales. Es necesario regenerar los adsorbentes/resinas y desecharlos cuando ya no sea posible regenerarlos. Existen varios proveedores de productos para la refinación de biodiésel por adsorción, cada uno con su propia tecnología y recomendaciones, como LanXess, Rohm & Haas y Purolite.

50 Por otro lado, las principales tecnologías de purificación de biodiesel en uso en unidades industriales implican tratamientos con materiales adsorbentes, y pueden requerir todavía operaciones de lavado con agua corriente arriba de la etapa de adsorción. En todas las tecnologías que emplean lavado de biodiésel con agua, existe la opción de utilizar una etapa de refinado posterior con filtración en filtro de placas mediante un auxiliar de filtración (por ejemplo, tierra de diatomeas), o utilizar sistemas de filtración compuestos por filtros autolimpiantes y/o filtros de cartucho (cartuchos de alto flujo y cartuchos con material adsorbente). Es decir, en la purificación de biodiesel, la eliminación de contaminantes solubles en agua se logra tradicionalmente lavando con agua el biodiesel. Otro proceso de purificación de biodiesel involucra el uso de un "auxiliar de filtración adsorbente" como el silicato de magnesio, y en el caso de impurezas polares es usual usar un filtro de diatomeas. La tecnología de Crown Technologies, por ejemplo, tiene dos pasos de lavado con agua, seguidos de filtración en un filtro de placa, que ya contiene una capa previa, utilizando tierra de diatomeas como auxiliar de filtración. Sin embargo, esta tecnología aumenta el costo de producción y trae dificultades operativas relacionadas con el manejo de sólidos, que a veces contienen sustancias inflamables, en la unidad de producción.

Por lo tanto, el desarrollo de un proceso que prescinde del uso de un auxiliar de filtración trae beneficios en más de un aspecto para las plantas de biodiesel.

65 En este sentido, el documento US2011/0252697 se refiere a un proceso para la obtención de biodiesel a partir de grasas, aceites o ácidos grasos que contienen glicósidos de esterilo. En este proceso, la materia prima reacciona mediante

transesterificación o esterificación con alcoholes de cadena corta en presencia de un catalizador, generando un éster alquílico de ácido graso en una primera corriente de producto. Dicha primera corriente de producto se lava con agua en un dispositivo de lavado, para formar una capa de suspensión en una capa límite de fase entre una fase pesada rica en agua y una primera fase ligera rica en éster alquílico de ácido graso. La capa de suspensión se trata mediante agitación.

5 Se extrae una segunda corriente de producto de la primera fase ligera y se mezcla intensamente con agua para obtener una tercera corriente de producto. La centrifugación se lleva a cabo en la tercera corriente de producto para suministrar una cuarta corriente de producto y una quinta corriente de producto. La quinta corriente de producto se extrae como una fase pesada enriquecida con glicósidos de estero. En la cuarta corriente de producto se realiza el acondicionamiento del producto para obtener biodiésel que cumpla con las especificaciones. En realizaciones preferidas, el lavado con agua se

10 realiza a contracorriente en una columna de lavado. El acondicionamiento del producto comprende preferiblemente secado o filtración o ambos.

Por otro lado, el documento US2013/0012732 describe un método para reprocesar una fase que consiste sustancialmente en esterilglicéridos/éster alquílico de ácido graso/aglomerados de agua, estando formada dicha fase cuando el éster alquílico de ácido graso generado por la transesterificación de aceites vegetales o grasas animales se lavó con agua, en el que el contenido de agua se evapora calentando la fase y, posteriormente, los glucósidos de estero se separan en sus fracciones de estero y azúcar en presencia de un catalizador ácido, tanto por adición de un ácido anhidro fuerte como por contacto con un intercambiador de iones sólido ácido.

Además, el documento WO2007/076163 se refiere a procesos para producir y tratar biodiesel. Este documento propone la adición de un adsorbente o auxiliar de filtración para separar los glucósidos de estero del biodiésel y su posterior eliminación por filtración, centrifugación o una combinación de los mismos.

El documento WO 2016/098025 A1 divulga un proceso para la purificación de biodiesel.

Así, se puede observar que no existen documentos en el estado de la técnica que den a conocer procesos que depuren biodiesel por vía húmeda sin necesidad de utilizar auxiliar de filtración.

Sumario de la invención

La presente invención se define en las reivindicaciones.

La presente descripción se refiere a un proceso para purificar biodiesel, en condiciones en las que se transforman las moléculas de glucósidos de estero esterificados, para convertirlos en una forma química que pueda ser eliminada por el proceso ahora descrito.

Un primer objetivo es mejorar la calidad del biodiésel generado a partir de aceites de origen vegetal (por ejemplo, aceite de soja y aceite de palma), que presenta partículas sólidas derivadas del metabolismo de las plantas de las que procede.

Un segundo objetivo es reducir los costes relacionados con la depuración del biodiésel bruto eliminando el proceso de adquisición y eliminación de auxiliares de filtración, eliminando así los riesgos asociados a la manipulación de sólidos que contienen material inflamable y reduciendo la generación de residuos sólidos.

Para lograr los objetivos descritos anteriormente, la presente divulgación propone un proceso para purificar biodiesel, que comprende algunos o todos los siguientes pasos:

a) operaciones de lavado de una corriente de biodiesel seguido de decantación; y b) filtración de una fase ligera resultante de una operación de decantación, donde la filtración se realiza en ausencia de auxiliares de filtración. La filtración puede realizarse después de la operación de decantación y antes de que se añadan otros aditivos a la fase ligera resultante de la operación de decantación.

También se propone un proceso para purificar biodiesel, que comprende algunos o todos los siguientes pasos: a) adición de una corriente de ácido diluido a una corriente de biodiesel; b) una operación de lavado de la corriente de biodiésel seguida de una primera operación de decantación, y tomando además la fase ligera resultante de la primera operación de decantación y realizando posteriores operaciones de lavado y decantación; c) recoger las fases densas resultantes de las operaciones de decantación y reciclar al menos una fase densa a una de las operaciones de lavado; d) secado de la fase ligera resultante de una operación de decantación final; e) enfriamiento de la fase ligera resultante de la etapa de secado; f) filtración de la fase ligera resultante de la etapa de enfriamiento, en ausencia de auxiliares de filtración.

También se propone un aparato para purificar biodiesel, que comprende parte o la totalidad de: al menos un recipiente de lavado, para lavar una corriente entrante; al menos un decantador, configurado para dividir una corriente en una fase pesada y una fase ligera; un dispositivo de filtración para filtrar una fase ligera producida por uno final de al menos un decantador, en el que el dispositivo de filtración está configurado para realizar la filtración en ausencia de auxiliares de filtración. El aparato no puede tener entradas, corriente arriba del dispositivo de filtración, para añadir aditivos a la fase ligera producida por el último de los al menos un decantador.

La presente divulgación también propone realizar un proceso de lavado en húmedo de biodiesel sin utilizar un auxiliar de

filtración. Después del contacto con una corriente de ácido diluido, una corriente rica en ésteres pasa por etapas de lavado con agitación suficientemente intensa para eliminar las impurezas, alternando con etapas de decantación para eliminar la fase densa de la corriente. La corriente resultante se somete a un proceso de secado y luego enfriamiento, seguido de filtración sin el uso de un auxiliar de filtración. El biodiésel así generado (denominado biodiésel especificado) es apto para las especificaciones exigidas por la normativa vigente tras el uso de aditivos.

La divulgación se puede aplicar según dos aspectos: usar una cantidad de agua similar a la empleada en la tecnología de Crown Technologies en un tercer lavado del producto en condiciones específicas, o usar una cantidad de agua menor a la empleada en la tecnología de Crown Technologies, pero agregando una cierta cantidad de una corriente con glicerol diluido, que se puede producir en la planta. Las dos direcciones son innovadoras porque contienen pasos como lavado en frío, decantación en frío, agitación intensiva, tiempo de residencia ideal y una configuración de proceso más adecuada para la eliminación de impurezas, que no se utilizaban en el estado de la técnica, lo que supone un ahorro en la cantidad de agua utilizada y minimizando el número de pasos del proceso.

La divulgación proporciona un proceso para purificar biodiesel, caracterizado porque comprende algunos o todos los siguientes pasos: a) adición de una corriente de ácido diluido (1) a una corriente de biodiesel (2); b) operaciones de lavado (3a) y (3b) y (3c), o (3d) y (3e) de la corriente de biodiesel (2) seguido de decantación (4a) y (4b) y (4c) o (4d) y (4e); c) separación de la fase densa (5) resultante de la decantación (4a, 4b, 4c, 4d, 4e); d) secado (8) de la fase ligera resultante de la decantación (4c) o (4e); e) enfriamiento (9) de la fase ligera resultante del secado (8); f) filtración (10) de la fase ligera resultante del enfriamiento (9); g) incorporación opcional de aditivos (11) a la corriente generada en la filtración (10), donde la fase densa (5) generada tras la decantación (4b, 4c) o (4e) se recicla a la etapa de lavado (3a, 3b) o (3d), y donde la filtración (10) se lleva a cabo en ausencia de auxiliares de filtración.

Otro aspecto de la divulgación prevé que se use ácido clorhídrico diluido en la corriente de ácido (1).

Otro aspecto de la divulgación prevé que las operaciones de lavado (3a, 3b, 3c, 3d, 3e) se realicen con agitación por encima de 700 rpm ya una temperatura en el rango de 50°C a 60°C.

Otro aspecto de la divulgación prevé que las operaciones de lavado (3a, 3b, 3c, 3d, 3e) se realicen con agitación por encima de 800 rpm.

Otro aspecto de la divulgación prevé que el paso (a) de adición de ácido se lleve a cabo antes de las operaciones de lavado (3a) o (3d) únicamente.

Otro aspecto de la descripción establece que el lavado (3d) usa glicerol diluido (7) y tiene un tiempo de residencia de 2 a 5 minutos.

Otro aspecto de la divulgación prevé que el glicerol diluido (7) se produzca en la propia planta del proceso de producción de biodiésel.

Otro aspecto de la divulgación prevé que la fase ligera resultante de la decantación (4b) se enfríe a una temperatura en el rango entre 20°C y 40°C antes de entrar en el recipiente de lavado (3c).

Otro aspecto de la divulgación prevé que la corriente de luz en el lavado (3c, 3e) se mezcle con una cantidad de agua dulce (6) en una cantidad en el rango entre 2% y 6% del peso de la luz corriente, y permanece en este recipiente por un tiempo de residencia en el rango entre 15 y 25 minutos.

Otro aspecto de la divulgación prevé que la fase ligera resultante de la decantación (4c, 4e) se someta a un proceso de secado (8) y posterior enfriamiento (9) a una temperatura en el rango de 15 °C a 25 °C, y permanezca en esta condición por un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas.

Estos objetivos y otras ventajas quedarán más claros a partir de la descripción que se da a continuación y de los dibujos adjuntos.

Breve descripción de las figuras.

La descripción detallada que se presenta a continuación se refiere a las figuras adjuntas, en las cuales:

La Fig. 1 muestra una propuesta de configuración para un denominado Proceso A.

La Fig. 2 muestra otra configuración propuesta para un proceso, denominado Proceso B.

La Fig. 3 muestra una evaluación de la configuración del Proceso A, como se presenta en el Ejemplo 1 de la divulgación.

La Fig. 4 muestra una evaluación de la configuración del Proceso B, como se presenta en el Ejemplo 2 de la divulgación.

Descripción detallada de la invención

La presente descripción se refiere a un proceso para purificar biodiesel. Puede utilizar una secuencia de operaciones de

lavado después de la sección de reacción, incluyendo operaciones de lavado en frío y, en una de las realizaciones, también utiliza un lavado con una corriente de glicerol, que puede formarse durante el proceso. A continuación, se decanta el producto lavado formado. La agitación es lo suficientemente intensa (por encima de 700 rpm, preferiblemente por encima de 800 rpm) para ayudar en la transformación de las moléculas de glucósidos de esterilo esterificados, con el fin de convertirlos en una forma química que pueda eliminarse mediante el proceso.

En el contexto de la presente divulgación, "alimentación" significa la corriente producida en una sección de reacción de la planta en general. La alimentación (denominado biodiésel no especificado) consiste en una mezcla de compuestos ricos en ésteres, preferiblemente ésteres metílicos, obtenidos a partir de aceites de origen vegetal (preferiblemente aceite de soja y aceite de palma), y también contiene varias otras sustancias en pequeñas cantidades.

En líneas generales, el proceso de purificación de biodiesel descrito por la presente divulgación comprende los siguientes pasos:

- a) adición de ácido diluido 1 a una corriente de biodiesel 2 (es decir, biodiésel no especificado);
- b) operaciones de lavado de la corriente de biodiesel 2, como ejemplifican las operaciones 3a y 3b y 3c de la Fig. 1, o las operaciones 3d y 3e de la Fig. 2, seguido de decantación como ejemplifican las operaciones 4a y 4b y 4c de la Fig. 1, o 4d y 4e de la Fig. 2;
- c) separación de la fase densa 5 resultante de la decantación 4a, 4b, 4c, 4d, 4e;
- d) secado 8 de la fase ligera resultante de la decantación 4c, 4e;
- e) enfriamiento 9 de la fase ligera;
- f) filtración 10 de la fase ligera;
- g) incorporación opcional de aditivos 11 en la corriente generada en la filtración 10 para producir el biodiésel 12 especificado,

donde la fase densa 5 generada después de la decantación de algunos pasos, ejemplificada por las operaciones 4b, 4c, 4e en las figuras 1 y 2, se recicla para una etapa de lavado, ejemplificada por las operaciones 3a, 3b, 3d en las figuras 1 y 2, y la filtración 10 en ausencia de auxiliares de filtración.

En una primera variante de ejemplo del proceso (Proceso A, que se muestra en la Fig. 1), una corriente de biodiesel (no especificado) 2 a purificar se recibe de la sección de reacción de una planta y entra en un recipiente de lavado 3a. Como se analiza a continuación, el recipiente de lavado 3a puede recibir la fase densa 5 generada después de decantar 4b corriente abajo de otro recipiente de lavado 3b.

En este primer paso de lavado realizado en el primer recipiente de lavado 3a, se agrega una corriente que contiene ácido diluido 1, preferiblemente ácido clorhídrico, para neutralizar cualquier catalizador residual que surja del proceso de producción de biodiésel corriente arriba, y para ayudar en la purificación del biodiésel producido. En algunas realizaciones, el tiempo de residencia en este recipiente de lavado 3a puede ser de 5 a 15 minutos. En algunas realizaciones, puede ser deseable una temperatura de 50°C a 60°C. La agitación se aplica por encima de 700 rpm, preferiblemente por encima de 800 rpm.

Después del primer paso de lavado en el recipiente de lavado 3a, la mezcla pasa a un (primer) decantador 4a, donde se separan dos nuevas fases de la mezcla entrante. La fase ligera (es decir, menos densa) de las dos fases producidas por el primer decantador 4a procede a un (segundo) recipiente de lavado 3b. La fase pesada (es decir, más densa) producida por el primer decantador 4a forma una corriente 5 que sale del proceso.

En este ejemplo, el segundo recipiente de lavado 3b también recibe la fase pesada (es decir, más densa) generada después de un tercer paso de decantación realizado en el tercer recipiente de decantación 4c corriente abajo de un tercer recipiente de lavado 3c, como se analiza a continuación. Se realiza un segundo paso de lavado en el segundo recipiente de lavado 3b. En algunas realizaciones, es deseable que las condiciones en el segundo recipiente de lavado 3b sean idénticas a las aplicadas en el recipiente de lavado 3a, solo difiriendo por la ausencia de adición de ácido y el uso de agua de lavado.

Después de lavar el recipiente 3b, la mezcla pasa a un nuevo recipiente de decantación 4b, es decir, un segundo recipiente. El segundo recipiente de decantación 4b divide la mezcla en nuevas fases ligera (es decir, menos densa) y pesada (es decir, más densa). La nueva fase ligera sale del segundo recipiente de decantación 4b y avanza al tercer recipiente de lavado 3c. En algunas realizaciones, es deseable que esta corriente se enfríe a una temperatura en el rango entre 20°C y 40°C antes de que ingrese al tercer recipiente de lavado 3c. Como se mencionó anteriormente, la fase pesada del segundo recipiente de decantación 4b se recicla corriente arriba y se proporciona como entrada al primer recipiente de lavado 3a.

En un tercer paso de lavado realizado en el recipiente de lavado 3c, la corriente de luz entrante se mezcla con una cantidad de agua dulce 6. En algunas realizaciones, la cantidad de agua está en el rango entre 2% y 6% del peso de la corriente de luz. Se aplica una agitación intensa (por encima de 700 rpm, preferiblemente por encima de 800 rpm). En algunas realizaciones, el tiempo de residencia en el recipiente está en el rango de 15 a 25 minutos.

A la salida del recipiente de lavado 3c, la mezcla pasa a una tercera etapa de decantación en un tercer decantador 4c. Una vez más, el decantador 4c produce dos fases, una fase ligera (es decir, menos densa) y una fase pesada (es decir, más densa). Como se mencionó anteriormente, recibe la fase pesada generada por el tercer paso de decantación en el tercer decantador 4c y se recicla corriente arriba para ser una entrada al segundo recipiente de lavado 3b.

La fase ligera se somete a un proceso de secado en un secador 8 y luego a un paso de enfriamiento en un enfriador 9. En algunas realizaciones, el enfriamiento es a una temperatura en el rango de 15 °C a 25 °C, y el contenido del enfriador 9 puede permanecer en el recipiente en esta condición durante un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas, preferiblemente entre 3 y 6 horas.

Después del paso de enfriamiento, la corriente pasa a un paso de filtración realizado en un dispositivo de filtración 10, que se implementa sin el uso de un auxiliar de filtración (por ejemplo, como tierra de diatomeas). Como se explicó anteriormente, en la purificación de biodiesel, la eliminación de contaminantes solubles en agua se logra tradicionalmente lavando el biodiesel con agua. Otro proceso de purificación de biodiesel implica tradicionalmente el uso de un "filtro de aire adsorbente" como el silicato de magnesio, y en el caso de las impurezas polares es habitual utilizar un filtro de diatomeas, pero tales auxiliares de filtración no se utilizan en el proceso de la presente revelación. El resultado de la etapa de filtración es un producto que cumple con las especificaciones del biodiésel (el llamado biodiésel especificado) 12 generalmente después de la incorporación de aditivos 11, según la autoridad reguladora brasileña (Agência Nacional de Petróleo, Gas Natural e Biocombustíveis - Agencia Nacional de Petróleo, Gas Natural y Biocombustibles - ANP).

En una segunda variante de ejemplo del proceso (Proceso B, que se muestra en la Fig. 2), también se suministra una corriente 7 que contiene glicerol y agua para el primer paso de lavado realizado en un primer recipiente de lavado 3d. También se suministra una fase pesada (es decir, más densa) generada después de un segundo paso de decantación en un segundo decantador 4e corriente abajo del segundo paso de lavado realizado en un segundo recipiente de lavado 3e, que se analiza más adelante. La corriente de glicerol 7 se puede obtener mediante la unión de la fase pesada (es decir, más densa) obtenida en la sección de reacción de toda la planta con la fase densa generada en el primer paso de lavado realizado en el primer recipiente de lavado 4d (discutido con más detalle a continuación), que pueden ser rectificadas para eliminar el alcohol utilizado en la producción de biodiesel, y pueden ser reciclados a reactores de transesterificación, por ejemplo.

Por lo tanto, la fase ligera 2 recibida de la sección de reacción ingresa al primer recipiente de lavado 3d, donde podrá recibir la fase pesada (es decir, más densa) generada después de que el segundo paso de decantación realizara el segundo recipiente de decantación 4e corriente abajo del segundo paso de lavado realizado en el segundo recipiente de lavado 3e, y recibe la corriente de glicerol 7. En algunas realizaciones, la corriente de glicerol 7 está preferiblemente en forma de 50% en peso de una corriente de fondo de una torre de rectificación de metanol, de una producción de biodiesel convencional. La torre de rectificación de metanol se utiliza en la producción de biodiesel convencional para recuperar la glicerina y el exceso de metanol utilizado en la reacción de transesterificación.

En este primer paso de lavado realizado en el primer recipiente de lavado 3d, se agrega una corriente que contiene ácido diluido 1, preferiblemente ácido clorhídrico, para neutralizar el catalizador residual que surge del proceso de producción de biodiesel y ayudar en la purificación del biodiesel resultante. En algunas realizaciones, el tiempo de residencia en el primer recipiente de lavado 3d es preferentemente de 2 a 5 minutos. En algunas realizaciones, es deseable una temperatura en el rango entre 50°C y 60°C. Se aplica agitación por encima de 700 rpm, preferiblemente por encima de 800 rpm.

Después del primer paso de lavado realizado en el primer recipiente de lavado 3d, la mezcla pasa al primer paso de decantación realizado en el primer recipiente de decantación 4d. El primer recipiente de decantación 4d produce dos fases como corrientes de salida, una fase ligera (es decir, menos densa) y una fase pesada (es decir, más densa). La fase pesada forma una corriente 5 que sale del proceso.

La fase ligera producida en la primera etapa de decantación abandona el primer recipiente de decantación 4d y pasa a un segundo recipiente de lavado 3e. En algunas realizaciones, para un segundo paso de lavado realizado en el segundo recipiente de lavado 3e, es deseable que las condiciones sean idénticas a las aplicadas en el primer recipiente de lavado 3d, solo que se diferencian por la ausencia de adición de ácido. En este segundo paso de lavado realizado en el segundo recipiente de lavado 3e, la corriente de fase ligera recibida del primer recipiente de decantación 4d se mezcla con una cantidad de agua dulce 6. En algunas realizaciones, la cantidad de agua está en el rango entre 2% y 6% del peso de la corriente de fase ligera.

Se aplica una agitación intensa (por encima de 700 rpm, preferentemente por encima de 800 rpm). En algunas realizaciones, es deseable que el tiempo de residencia en el segundo recipiente de lavado 3e esté en el rango de 2 a 5

minutos.

Al salir del segundo recipiente de lavado 3e, la mezcla pasa a una segunda etapa de decantación en el segundo recipiente de decantación 4e. En el segundo recipiente decantador 4e se realiza la separación de la mezcla en dos fases. Como se mencionó anteriormente, la fase pesada (es decir, más densa) se recicla corriente arriba y se usa como entrada al primer recipiente de lavado 3d.

La fase ligera (es decir, menos densa) obtenida del segundo recipiente decantador 4e se somete a un proceso de secado en un secador 8 y enfriamiento en un enfriador 9. En algunas realizaciones, el enfriamiento es a una temperatura en el rango de 15 °C a 25 °C. En algunas realizaciones, la mezcla permanece en el recipiente de enfriamiento 9 durante un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas, preferiblemente entre 3 y 6 horas. Desde el enfriador 9, la mezcla pasa a un paso de filtración en un filtro 10. La etapa de filtración se realiza preferiblemente sin el uso de auxiliar de filtración. El producto resultante, salida del filtro 10 cumple con las especificaciones para biodiesel 12, generalmente después de la incorporación de aditivos 11, según la autoridad reguladora brasileña (ANP).

En esta segunda variante de ejemplo se utiliza una cantidad de agua inferior a la utilizada en la tecnología de Crown Technologies. Además, la corriente 7 con glicerol diluido, cuando se produce en la propia planta y se agrega al proceso, genera economías en la cantidad de agua utilizada y minimiza el número de pasos del proceso.

En una sección de refinado adicional (es decir, pasos llevados a cabo después del secado del biodiesel, es decir, después de los pasos de enfriamiento y filtración, y después de agregar los aditivos), la corriente de biodiesel seco puede enfriarse a una temperatura en el rango de 15°C a 25°C, como se discutió anteriormente. La corriente puede permanecer en un recipiente en esta condición durante un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas, preferentemente entre 3 y 6 horas. A partir de ahí se puede pasar a una etapa de prefiltración, preferentemente en filtros de mangas. Después de esta prefiltración, la corriente de biodiesel puede enfriarse nuevamente a una temperatura en el rango de 15°C a 25°C. La corriente puede permanecer en un recipiente en esta condición por un tiempo de residencia entre 4 y 14 horas. Desde allí se puede proceder a la filtración sobre un filtro del tipo cartucho de polipropileno plegado de alto caudal (con grado de filtración absoluto de 10 µm). A esto le puede seguir la filtración en un filtro de cartucho de alta eficiencia que consta de celulosa y auxiliares de filtración inorgánicas (con un grado absoluto de filtración de 1 µm, en algunas realizaciones). Alternativamente, la corriente de biodiesel seco solo puede ser enfriada a una temperatura en el rango entre 25°C y 50°C, y luego pasar a una etapa de prefiltración en filtros de mangas y a una etapa de filtración en un filtro tipo cartucho de polipropileno plisado de alto flujo, seguido de filtración en un filtro de cartucho de alta eficiencia compuesto por celulosa y auxiliares de filtración inorgánicos.

En plantas que utilizan la tecnología de Crown Technologies, es más factible implementar el Proceso A, sin necesidad de reciclar el glicerol, ya que los gliceroles generados en estas unidades ya cumplen con la especificación para glicerol ligero, y por lo tanto, a pesar de ser un producto con valor comercial, puede no ser eficaz para eliminar las impurezas del flujo probado.

La descripción que sigue se basa en realizaciones preferidas de la invención. Como será evidente para el experto en la materia, la invención no se limita a estas realizaciones particulares.

Ejemplos:

Para ilustrar la mayor eficiencia del proceso descrito aquí, se llevaron a cabo reacciones por lotes secuenciales utilizando el reciclaje de las fases densas para simular el lavado a contracorriente y, cuando corresponda, el reciclaje parcial del glicerol diluido.

Ejemplo 1 - Proceso A

La configuración del proceso evaluada consiste en una sección de purificación de biodiésel derivado del aceite de soja, que contiene tres etapas de lavado con agua a contracorriente. El aceite utilizado para la producción del biodiesel fue suministrado por la Usina de Biodiesel de Montes Claros, luego de pasar por las etapas de pretratamiento a escala industrial. En esta configuración, la fase densa resultante del segundo decantador 4b se utiliza en el primer paso de lavado realizado en el recipiente 3a y la fase densa resultante del tercer decantador 4c se utiliza en el segundo paso de lavado realizado en el recipiente de lavado 3b, mientras que sólo se emplea agua pura 6 en el tercer paso de lavado realizado en el recipiente 3c. En el primer recipiente de lavado 3a, la temperatura está en el rango de 50°C a 60°C, con agitación continua e intensa (superior a 800 rpm) durante toda esta etapa, con un tiempo de residencia entre 5 y 15 minutos. En el segundo recipiente de lavado 3b se repiten las condiciones del primer recipiente de lavado, excepto la ausencia de ácido. El tercer recipiente de lavado 3c utiliza un 4% de agua en relación con el peso de la fase ligera resultante del segundo recipiente de decantación 4b, y se continúa con una intensa agitación (por encima de 800 rpm) durante un tiempo de residencia entre 15 y 25 minutos, a una temperatura en el rango de 20°C a 40°C. El chorro de luz generado en el tercer decantador 4c pasa a una etapa de secado 8 y enfriamiento 9, permaneciendo a una temperatura en el rango entre 15°C y 25°C durante 5 horas antes de pasar por la etapa de filtración 10 en ausencia de un auxiliar de filtración.

En total, se llevaron a cabo cuatro lotes secuenciales, utilizando el reciclaje de las fases densas para simular el lavado a

contracorriente. Los resultados se presentan en la figura 3. Se puede observar que los valores de contaminación de todos los productos están por debajo de lo estipulado en la especificación E (impurezas máximas de 24 mg/kg de biodiesel, representadas por la línea de puntos en el diagrama). Además, al progresar hacia el equilibrio de la composición de las corrientes de reciclaje, los valores de contaminación disminuyen.

Ejemplo 2 - Proceso B

La configuración del proceso evaluada consiste en una sección de depuración de biodiésel derivado de aceite de soja alimentario, que contiene dos etapas de lavado con agua a contracorriente. En esta configuración, el glicerol diluido 7, recibido del fondo de una torre de metanol utilizada en la producción de biodiesel, se mezcla con la fase acuosa resultante del segundo recipiente de decantación 4e, y la mezcla se utiliza en el primer paso de lavado realizado en el recipiente de lavado 3d, mientras que solo se usa agua pura 6 en el segundo paso de lavado realizado en el recipiente de lavado 3e. En el primer recipiente de lavado 3d, la temperatura está en el rango de 50°C a 60°C, con agitación continua e intensa (superior a 800 rpm) durante todo este paso, que dura entre 2 y 5 min. El segundo paso de lavado realizado en el segundo recipiente de lavado 3e utiliza un 3% de agua respecto al peso de la fase ligera resultante del lavado 3d, y se continúa en agitación intensa (por encima de 800 rpm) durante un tiempo de entre 2 y 5 minutos, y con una temperatura en el rango de 50°C a 60°C. El flujo de luz generado en el segundo recipiente de decantación 4e pasa a una etapa de secado 8 y enfriamiento 9, permaneciendo a una temperatura entre 15°C y 25°C durante 5 horas antes de filtrarse sin usar un auxiliar de filtración.

En total, se llevaron a cabo ocho lotes secuenciales, utilizando el reciclado de las fases densas para simular el lavado a contracorriente y el reciclado parcial del glicerol diluido. El primer lote usó solo agua en el primer recipiente de lavado 3d, ya que aún no se habían generado las primeras corrientes de glicerol diluido 7 y fase densa 5. Además de esto, se consideró innecesario determinar la contaminación total de los productos de los lotes 3 y 4, ya que estos lotes no habían alcanzado el equilibrio. Los resultados a partir del quinto y hasta el octavo lote, junto con el segundo como referencia del estado inicial de no equilibrio, se presentan en la Fig. 4. Todos los productos de esta secuencia presentaron valores de contaminación por debajo del límite E (impurezas máximas de 24 mg/kg de biodiesel, representadas por la línea punteada en el diagrama) exigido por la especificación de la autoridad reguladora brasileña (ANP) para B100, lo que confirma que la configuración del proceso, en las condiciones empleadas, reduce la concentración de impurezas a valores aceptables. A pesar de las pequeñas variaciones en el resultado de contaminación, el valor medio y la desviación estándar fueron 10,5 mg/kg y 3,2 mg/kg respectivamente, lo que significa que es seguro afirmar que la concentración de impurezas cumple con el requisito (máx. 24 mg/kg).

REIVINDICACIONES

1. Proceso de purificación de biodiesel, que comprende las siguientes etapas:
 - 5 a) operaciones de lavado de una corriente de biodiesel seguido de decantación, donde la operación de lavado se realiza con agitación por encima de 700 rpm; y
 - b) filtrar una fase ligera resultante de una operación de decantación, donde la filtración se realiza en ausencia de auxiliares de filtración.
- 10 2. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con la reivindicación 1, que comprende además la adición de una corriente de ácido diluido a la corriente de biodiesel, y opcionalmente donde la etapa de adición de ácido se realiza antes de una primera operación de lavado únicamente.
- 15 3. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con la reivindicación 2, donde se utiliza ácido clorhídrico diluido en la corriente de ácido diluido.
4. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde la operación de lavado se realiza a una temperatura en el rango de 50°C a 60°C.
- 20 5. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con la reivindicación 4, donde la operación de lavado se realiza con agitación por encima de 800 rpm.
- 25 6. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde una primera operación de lavado utiliza glicerol diluido, y tiene un tiempo de residencia de 2 a 5 minutos, y opcionalmente donde el glicerol diluido se produce en la propia planta del proceso de producción de biodiesel.
- 30 7. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, donde una fase ligera resultante de una operación de decantación se enfría a una temperatura en el rango entre 20°C y 40°C antes de entrar en una operación de lavado adicional.
- 35 8. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde una operación de lavado incluye mezclar una corriente entrante con una cantidad de agua dulce en una cantidad en el rango entre 2% y 6% del peso de la corriente ligera, y por un tiempo de residencia en el rango de 15 a 25 minutos.
- 40 9. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde:
antes de la filtración de la fase ligera resultante de la decantación, la fase ligera se somete a un proceso de secado y posterior enfriamiento a una temperatura en el rango de 15°C a 25°C, y permanece en esta condición por un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas;
y/o la filtración se realiza después de la operación de decantación y antes de que se añadan otros aditivos a la fase ligera resultante de la operación de decantación.
- 45 10. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con la reivindicación 1, donde antes de las operaciones de lavado, el proceso comprende además la etapa de:
adición de una corriente de ácido diluido a una corriente de biodiesel;
y donde las operaciones de lavado de una corriente de biodiesel seguido de decantación comprenden además:
una operación de lavado de la corriente de biodiesel seguida de una primera operación de decantación, y tomando además la fase ligera resultante de la primera operación de decantación y realizando posteriores operaciones de lavado y decantación;
recoger las fases densas resultantes de las operaciones de decantación y reciclar al menos una fase densa a una de las operaciones de lavado;
- 50 y donde antes del paso de filtración, el proceso comprende además:
secar la fase ligera que da como resultado una operación de decantación final;
enfriar la fase ligera resultante de la etapa de secado;
- 55 y donde la etapa de filtración comprende: filtración de la fase ligera resultante de la etapa de enfriamiento.
- 60 11. Proceso de purificación de biodiesel de acuerdo con la reivindicación 10, que comprende además la incorporación de aditivos a la corriente de producto generada en la filtración.
- 65 12. Un aparato para purificar biodiesel, que comprende:

al menos un recipiente de lavado, para lavar una corriente entrante y agitar por encima de 700 rpm; seguido por al menos un decantador, configurado para dividir una corriente en una fase pesada y una fase ligera; un dispositivo de filtración para filtrar una fase ligera producida por el último de los al menos un decantador, donde el dispositivo de filtración está configurado para realizar la filtración en ausencia de auxiliares de filtración.

5

13. Un aparato para purificar biodiesel de acuerdo con la reivindicación 12, que comprende además: un secador configurado para recibir la fase ligera producida por el último de los al menos un decantador.

10

14. Un aparato para purificar biodiesel de acuerdo con la reivindicación 12 o 13, que comprende además:

un enfriador configurado para recibir la fase ligera del secador y enviarla al dispositivo de filtración, y donde el enfriador está opcionalmente configurado para enfriar la fase ligera a una temperatura en el rango de 15°C a 25°C, y/o para tener un tiempo de residencia entre 3 y 14 horas.

15

15. Un aparato para purificar biodiesel de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 12 a 14, donde el aparato no tiene entradas corriente arriba del dispositivo de filtración para añadir aditivos a la fase ligera producida por el último de los al menos un decantador.

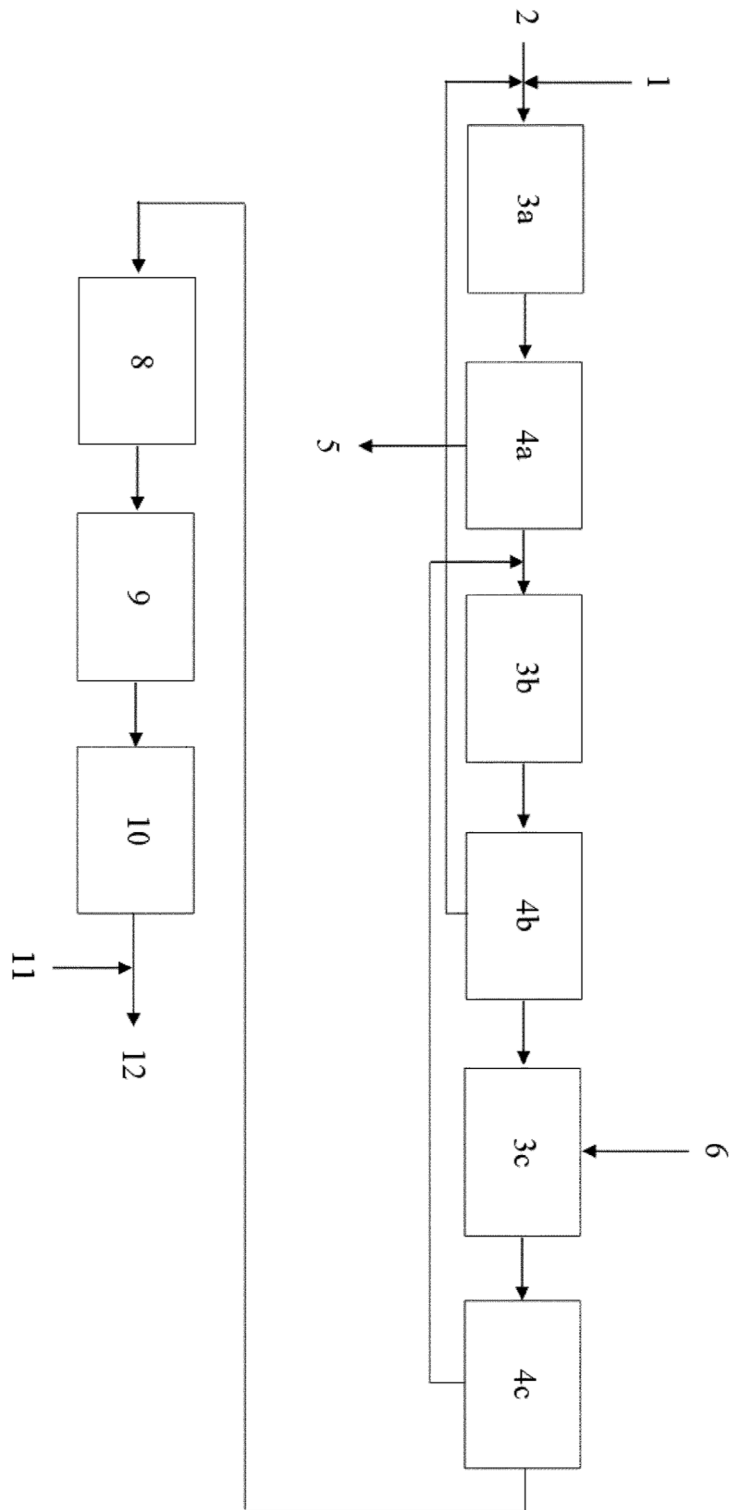


Fig. 1

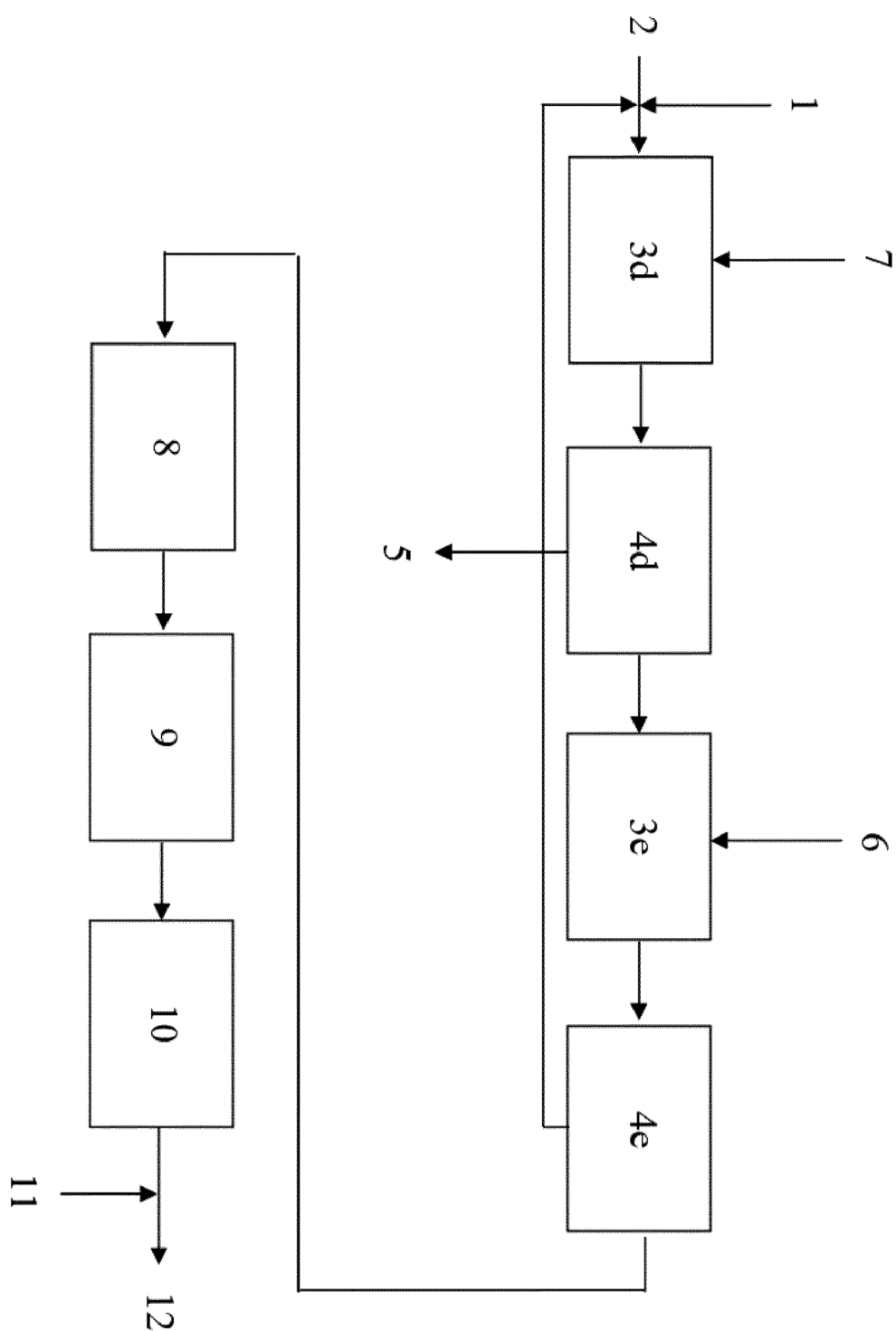


Fig. 2

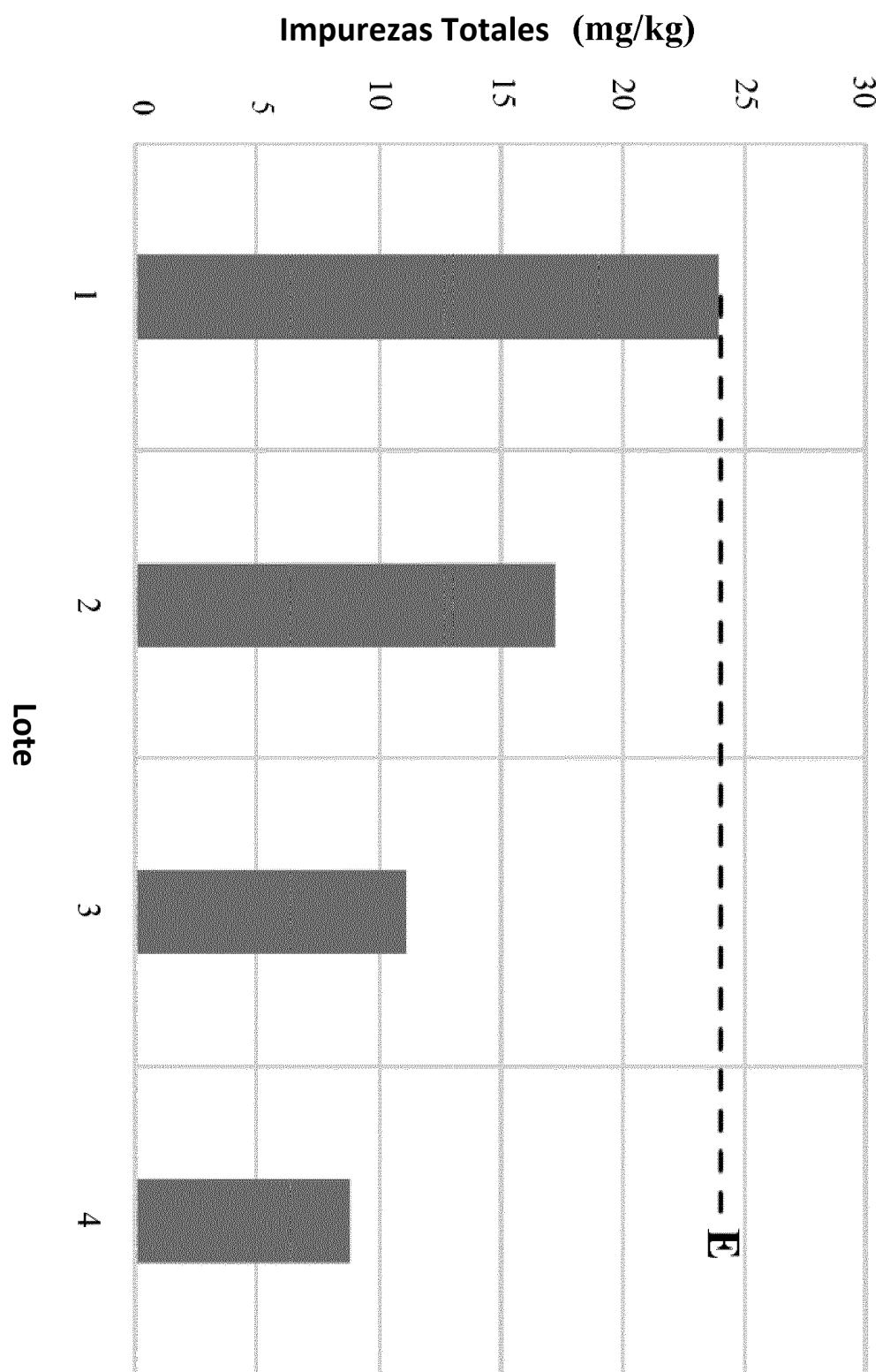


Fig. 3

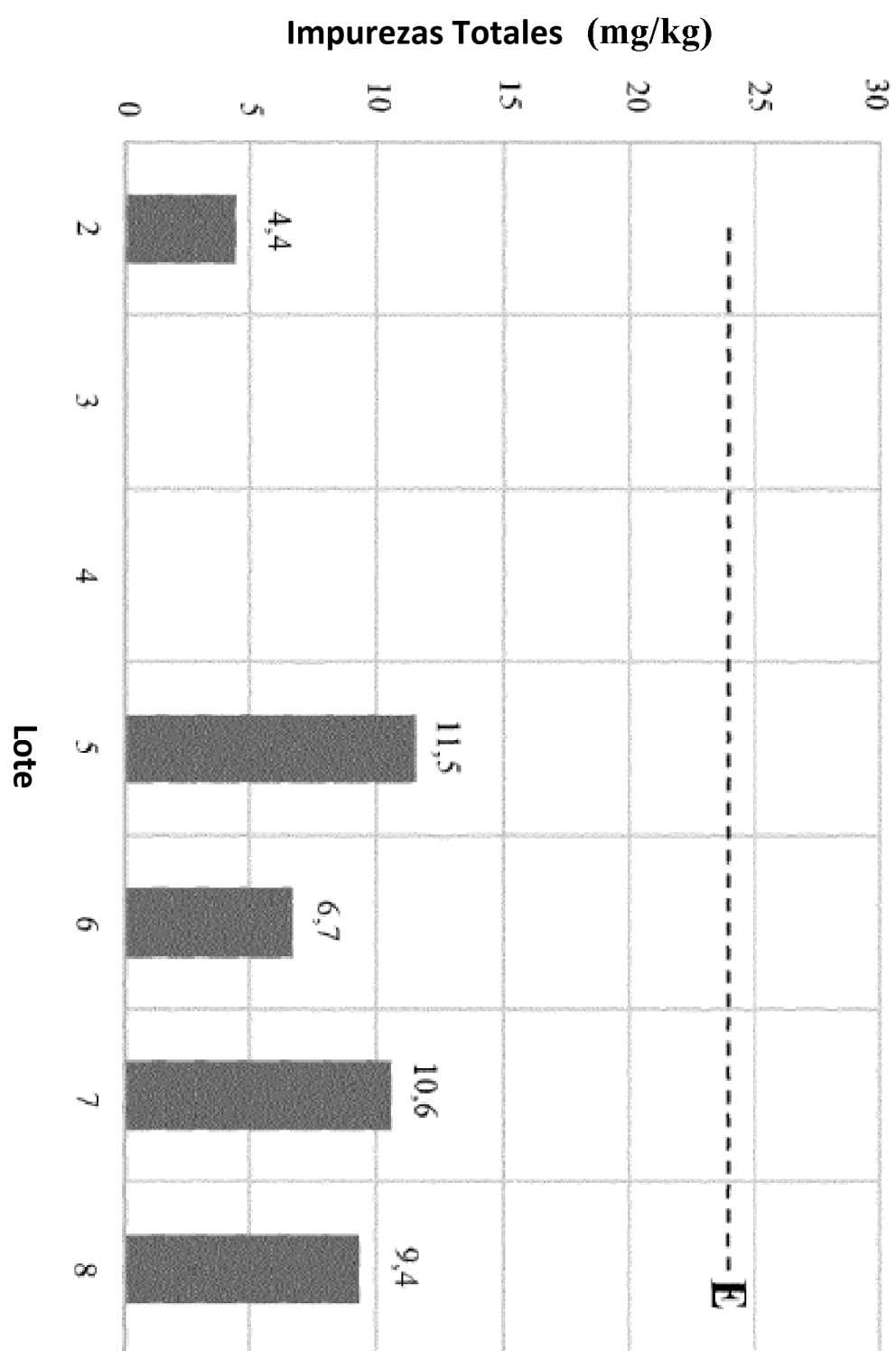


Fig. 4