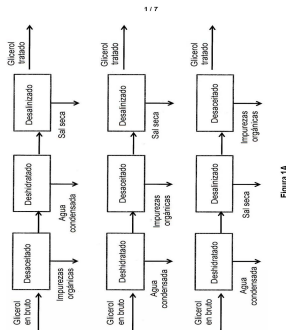


DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES

SOLICITUD FASE NACIONAL - PCT



1	Título de la Invención (200 caracteres o espacios máximos)		
PRODUCCIÓN DE GLICEROL PROVENIENTE DE RESIDUOS PARCIALMENTE REFINADOS			
2	Datos del Solicitante		
	Nombre:	REG LIFE SCIENCES, LLC	Dirección Electrónica: notificaciones@clarkemodet.com.co
	Dirección:	416 S Bell Ave., Ames,	Domicilio/País de constitución: ESTADOS UNIDOS DE AMERICA - IOWA - AMES
	Identificación: ☐ CEDULA DE CIUDADANIA ☒ EMPRESA EXTRANJERA ☐ PASAPORTE ☐ CEDULA DE EXTRANJERIA ☐ NIT		
	Número:	1071168168-	
3	Solicitantes		

Apellidos - Nombres o Razón Social		Tipo	Identificación	
1.	REG LIFE SCIENCES, LLC	NN	1071168168	
4	Datos del Inventor			
Nombre:		Myong, K KO,	Dirección Electrónica:	notificaciones@clarkemodet.com.co
Dirección:		600 Gateway Boulevard South,	Domicilio/País de constitución:	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA - CALIFORNIA - SAN FRANCISCO
Identificación:				
☐ CEDULA DE CIUDADANIA ☐ EMPRESA EXTRANJERA ☐ PASAPORTE ☐ CEDULA DE EXTRANJERIA ☐ NIT ☒ No Aplica				
Número:		-		
5	Inventor(es)			
Apellidos - Nombres		Domicilio		
1.	KO, Myong, K	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA		
2.	LIAO, Perry, Y.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA		
3.	LI, Simon	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA		
4.	SANCHEZ-RIERA, Fernando, A.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA		
6	Datos Inventor(es)			
País de Residencia		Departamento/Estado	Ciudad	Dirección
1.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	CALIFORNIA	SAN FRANCISCO	600 Gateway Boulevard South,

2.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	CALIFORNIA	SAN FRANCISCO	600 Gateway Boulevard South,
3.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	CALIFORNIA	SAN FRANCISCO	600 Gateway Boulevard South,
4.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	CALIFORNIA	SAN FRANCISCO	600 Gateway Boulevard South,

7	Datos del Representante Legal / Apoderado			
Nombre:		CAROLINA MERCEDES DAZA MONTALVO	Dirección Electrónica:	notificaciones@clarkemodet.com.co
Dirección:		CARRERA 11 NO. 86-53, PISO 6	Domicilio/País de constitución:	COLOMBIA - BOGOTA D.C. - BOGOTA D.C.
Identificación: ☒ CEDULA DE CIUDADANIA ☐ CEDULA DE EXTRANJERIA ☐ EMPRESA EXTRANJERA ☐ NIT ☐ PASAPORTE Número: 66783790-				

Presentación de Poder			
Año de Radicación			
Número de Radicación			

8	Datos Solicitud: PCT / WO			
Número Solicitud:		PCT/US2014/051757	Fecha Solicitud:	19/08/2014
Número Publicacion:		WO 2015/026870	Fecha Publicacion:	26/02/2015

9	Declaraciones de prioridad	☒ SI ☐ NO		
---	-----------------------------------	--	--	--

	(33) País de origen	Codigo del país	(31) No. Solicitud	(32) Fecha
1.	ESTADOS UNIDOS DE AMERICA	US	61/867,473	19/08/2013

10	Reivindicaciones		
Número reivindicaciones:		55	Pago Reivindicaciones: Si
11	Reducción de tasas.		
<i>Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.</i> ☐ SI ☒ NO Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
☐ Micro, pequeñas y medianas empresas ☐ Universidades públicas o privadas ☐ Entidades sin ánimo de lucro Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
12	Documentos Anexos		
☒ Reivindicaciones ☒ Descripción ☒ Dibujos y/o Figuras ☒ Resumen ☐ Certificado Depósito Material Biológico ☐ Uso de Conocimiento tradicional ☐ Listado de secuencias ☒ Artes finales 12 x 12 cm ☒ Poderes, si fuere el caso ☐ Copia de la primera solicitud si se reivindica prioridad ☐ Traducción simple de la primera solicitud, si se reivindica prioridad ☒ Otros Anexos			

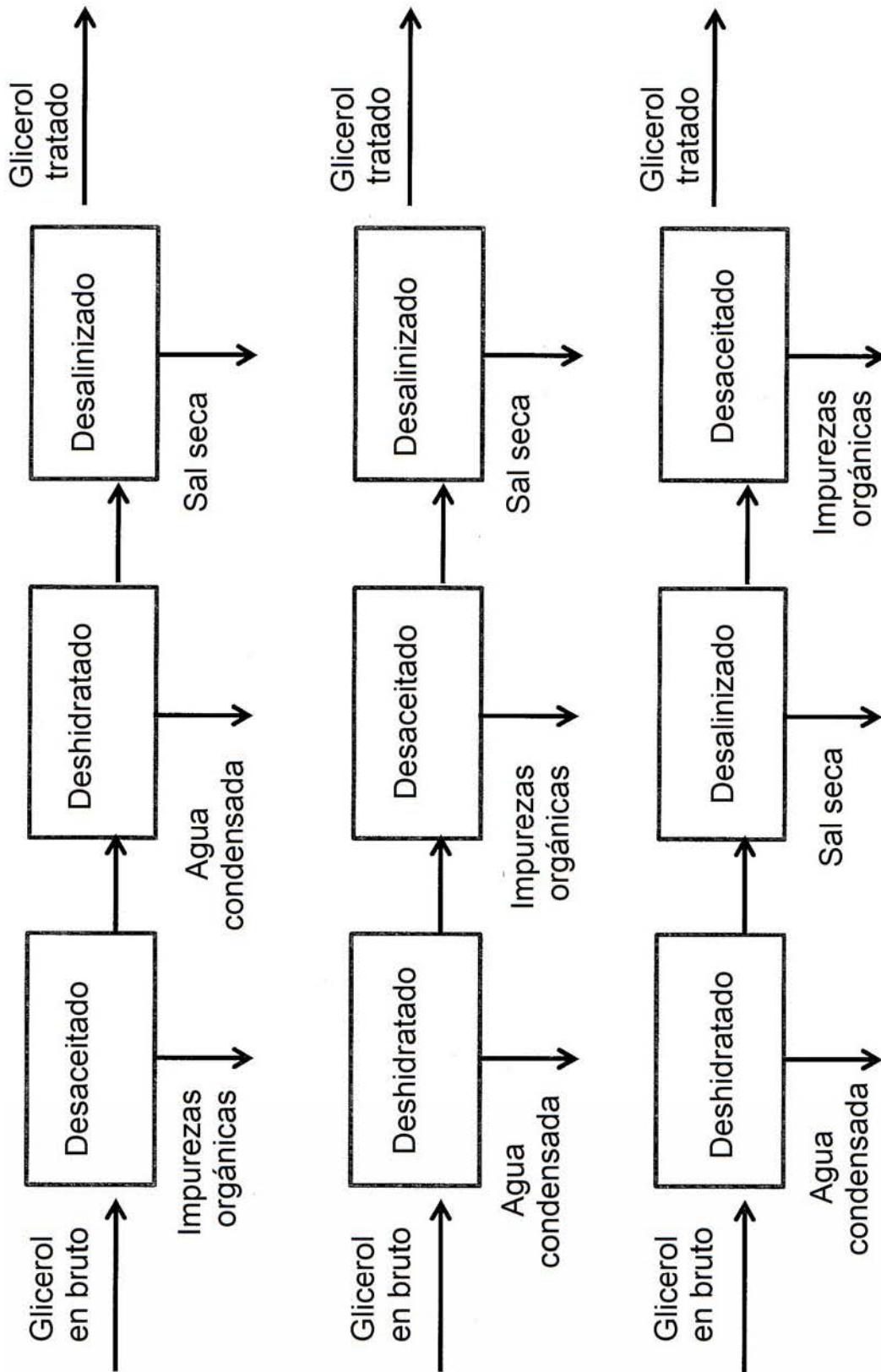


Figura 1A

PRODUCCIÓN DE GLICEROL PROVENIENTE DE RESIDUOS PARCIALMENTE REFINADOS

CAMPO DE LA INVENCION

5 La presente invención se refiere a un procedimiento novedoso de purificación de glicerol que produce glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados para una variedad de aplicaciones industriales. En la presente invención, la divulgación abarca una composición de glicerol parcialmente

10 refinado que contiene sal que es adecuada como glicerol grado de fermentación.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El biodiesel es una alternativa de combustible doméstico

15 natural y renovable para los motores diésel fabricados a partir de aceites vegetales y grasas. Debido a que no es tóxico y biodegradable se ha convertido en una alternativa prometedora para los combustibles derivados del petróleo. El biodiesel se quema limpio. Por lo tanto, resulta en una

20 reducción significativa de los tipos de contaminantes que contribuyen a la contaminación y al calentamiento global. El biodiesel emite hasta un 85 por ciento menos de agentes causantes de cáncer, y es el único combustible alternativo aprobado por la Agencia de Protección Ambiental (EPA por sus

siglas en inglés). Ha pasado todas las Pruebas de Efectos del Calor de la Ley de Aire Limpio y cumple con los requisitos de la Junta de Recursos del Aire de California (CARB por sus siglas en inglés). Aunque el biodiesel es todavía relativamente costoso de hacer, la utilización de su co-producto de glicerol es una de las opciones prometedoras para compensar el costo de producción del biodiesel.

El glicerol tiene más de 1500 aplicaciones conocidas en muchas industrias diferentes que van desde alimentos, productos farmacéuticos y cosméticos (es decir, el glicerol grado USP) a las pinturas, revestimientos y otros tipos de usos industriales (es decir, glicerol grado técnico). Es el más versátil y valioso subproducto creado durante la producción de biodiesel. Un galón de biodiesel genera aproximadamente 1.05 libras (0.476 gramos) de glicerol en bruto. Una planta de 30 millones de galones por año genera aproximadamente 11500 toneladas de glicerol puro al 99.9 por ciento. Se especula que el mercado mundial generará aprox. 37 mil millones de galones de biodiesel para el año 2016, lo que sugiere una producción de 4 mil millones de galones o 16.5 millones de toneladas métricas de glicerol en bruto. Esto se cree que creará demasiado glicerol en bruto superávit que puede influir negativamente en el mercado de glicerol refinado (Yang et al. (2012) Biotechnology for Biofuels

5:13). De acuerdo con la EPA, esta forma impura de glicerol se puede desechar dentro de un cierto período de tiempo, lo que conduce a altas tasas de eliminación para las empresas que producen glicerol como subproducto. Por lo tanto, el desarrollo de métodos sostenibles para la utilización de glicerol orgánico en bruto es deseable, mientras que es igualmente deseable no compensar el equilibrio de producto bruto a refinado.

La mayoría de las producciones de biodiesel utilizan catalizadores alcalinos homogéneos tales como metilato de sodio. La transesterificación de triacilglicéridos con metanol crea una fase metil-éster y una fase de glicerol. Las impurezas, incluyendo catalizador, jabón, metanol y agua por lo general se concentran en la fase de glicerol. La fase de glicerol es generalmente neutralizada con ácido y el componente catiónico del catalizador se incorpora como una sal. Por lo tanto, no es raro que el glicerol, como un subproducto de la producción de biodiesel, tenga un contenido de sal de 5-7 por ciento. Este alto contenido en sal hace que las técnicas de purificación convencionales sean costosas. Existen varios métodos para la purificación de glicerol en bruto, incluyendo la destilación fraccionada, la tecnología de membranas que emplea una serie de etapas de NF y RO de membrana (membrana NF/RO), la tecnología de membrana

delectro-diálisis (membrana delectro-diálisis), la tecnología de membrana bipolar (membrana bi-polar), y la tecnología de adsorción de la resina de intercambio iónico (adsorción de la resina de intercambio iónico). La destilación fraccionada es el método más comúnmente practicado. Esto resulta en glicerol de alta pureza en altos rendimientos, sin embargo, también es costosa, con mucha mano de obra, y de alto consumo energético. El glicerol tiene una alta capacidad calorífica y, por lo tanto, requiere de una alta entrada de energía para la vaporización. Otra técnica común para la purificación de glicerol es el método clásico de intercambio iónico. Sin embargo, el alto contenido de sal del glicerol como resultado de la producción de biodiesel hace al clásico intercambio iónico una opción poco económica. En particular, el costo de la regeneración química de las resinas se vuelve demasiado alta cuando el contenido de sal en el glicerol llega al 5 a 7 por ciento.

La mayoría de los métodos que se utilizan para purificar glicerol se basan en tecnologías acuosas que usan glicerol en bruto en agua, es decir, que utilizan glicerol que contiene aproximadamente 60 a 70 por ciento de agua como alimentación. La destilación fraccionada refina el glicerol mediante el uso de glicerol en bruto que contiene aproximadamente 6-8 por ciento de agua que ha pasado por la rectificación de metanol

y evaporación de agua. Entre todas las tecnologías disponibles, la membrana delectro-diálisis, la membrana bipolar y adsorción de la resina de intercambio iónico son principalmente procedimientos de desalinización. Todos ellos

5 requieren la etapa de procedimiento de separar el aceite (es decir, el desaceitado) y generar grandes cantidades de agua de residuo. El método de adsorción de la resina de cambio iónico se utiliza principalmente para aplicaciones de pulido con baja cantidad de sal. La membrana NF/RO utiliza una

10 unidad de membrana de múltiples etapas para el procedimiento de refinado de glicerol que es capaz tanto de la desalinización como el desaceitado del glicerol.

También hay sistemas híbridos para la purificación de glicerol en bruto. Por ejemplo, un sistema híbrido para la

15 purificación del glicerol puede emplear una tecnología de membrana como un procedimiento principal, y la destilación como un procedimiento de menor importancia, en donde ambos pueden recuperarse de glicerol en las llamadas corrientes de concentrado y permeado. En ese tipo de sistemas, la corriente

20 de concentrado contiene glicerol agua sucios, mientras que la corriente de permeado contiene glicerol agua más limpios. El glicerol contenido dentro de las corrientes de concentrado se puede recuperar o se descarga como una pérdida. Cada etapa que contiene una corriente de permeado en un procedimiento

que se aplica a cualquiera tecnología de membrana (es decir, un procedimiento de membrana) contiene intermediarios de glicerol-agua con una reducción de la sal y de los compuestos orgánicos. Cada etapa que contiene una corriente de concentrado en un procedimiento de membrana, contiene glicerol, agua, sal concentrada impurezas orgánicas concentradas. La destilación fraccionada también se puede utilizar en un sistema híbrido. La destilación fraccionada es similar a un sistema de membrana en que es capaz de la desalinización y desaceitado del glicerol, pero se basa en la eliminación continua de sal a alto vacío. Un sistema híbrido que emplea destilación fraccionada recupera glicerol en la corriente de concentrado del procedimiento de membrana.

Aunque, tanto la destilación fraccionada y la membrana NF/RO producen glicerol adecuado para la fermentación, el elevado costo de producción crea un aspecto negativo. Actualmente, la mayoría de los grandes procedimientos comerciales industriales emplean destilación fraccionada. El costo del equipo de destilación fraccionada del glicerol en bruto es alto debido a la necesidad de remoción de sal continua al alto vacío (véase, por ejemplo, Glycerine a Key Cosmetic Ingredient, Cosmetic Science and Technology Series (1991) de Marcel Dekker, Inc; y Bailey's Industrial Oil and

Fat Products, sexta edición, Conjunto de seis volúmenes (2005), de John Wiley and Sons, Inc.).

Glicerol purificado o refinado (es decir, glicerol Grado USP) tiene numerosas aplicaciones desde fragancias hasta productos farmacéuticos, y es un producto comercial valioso.

La producción de glicerol purificado es costosa porque la mayoría de los métodos existentes de purificación emplean destilación fraccionada (supra). Sin embargo, el glicerol grado USP no es adecuado para todas las aplicaciones, ya que

es simplemente demasiado costosos de fabricar e innecesariamente puro para su aplicación industrial (por ejemplo, pinturas, recubrimientos, adhesivos, etc.). El glicerol grado técnico es más adecuado para aplicaciones

industriales, pero su producción también se basa en la destilación fraccionada, y por lo tanto no es una alternativa

rentable. Por lo tanto, se necesita un método que produzca una forma de glicerol de calidad técnica a un costo suficientemente bajo que sea aceptable para aplicaciones industriales. Además, hay una necesidad de una nueva forma de

glicerol grado técnico con características que cumplan con las especificaciones requeridas por los métodos renovables y productos biodegradables que van más allá de aquellas que se basan principalmente en el glicerol refinado o bruto. La presente invención se dirige a esta necesidad.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

Un aspecto de la divulgación proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que

5 contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye desaceitar usando un disolvente hidrófobo para extraer las impurezas orgánicas; deshidratación mediante secado a una temperatura elevada; y desalinización utilizando un disolvente polar para precipitar la sal.

10 Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto, que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un

15 disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (DO) y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En un aspecto, el procedimiento

20 incluye además la etapa de secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW). En otro aspecto, el procedimiento incluye además las etapas de someter un disolvente polar al glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW y precipitar la sal

de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS), y el disolvente polar y una fase pesada

5 que contiene la sal. En otro aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de eliminar el disolvente polar de la fase ligera para producir un glicerol DOWS purificado. En otro aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de evaporar parcialmente el glicerol DOW antes de someterlo al

10 disolvente polar. En una modalidad, el glicerol es glicerol DOWS grado de fermentación. En otra modalidad, el glicerol es glicerol grado de fermentación que contiene sal. En otra modalidad, el disolvente hidrófobo se selecciona de triacilglicérido, alcano, alqueno, acetato, y/o éster de

15 alcohol de ácido graso. En aún otra modalidad, el triacilglicérido es aceite vegetal. En aún otra modalidad, el acetato es acetato butílico. En aún otra modalidad el alcano es hexano. En otra modalidad, el procedimiento incluye las impurezas orgánicas que son solubles en aceite. En una

20 modalidad, el glicerol DO incluye menos de aproximadamente 195 ppm de impurezas orgánicas solubles en aceite. En otra modalidad, el glicerol DOW incluye menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua. En otra modalidad, el disolvente polar es alcohol. En una modalidad, el alcohol es isopropanol

o butanol. En otra modalidad, la etapa de eliminar el disolvente polar se realiza por evaporación flash.

Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de
5 residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en
10 bruto y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol (DO) desaceitado, y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En un aspecto, el procedimiento incluye además las etapas de someter un
15 disolvente polar al glicerol DO para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DO, y la precipitación de la sal desde la mezcla de disolvente polar y glicerol DO; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DO en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado y desalinizado y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene sal. En
20 otro aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de secar dicho glicerol desaceitado y desalinizado para producir un glicerol desaceitado, desalinizado y deshidratado (DOWS). En una modalidad, el glicerol es glicerol DOWS grado de fermentación. En otra modalidad, el glicerol es glicerol

grado de fermentación que contiene sal. En otra modalidad, el disolvente hidrófobo se selecciona de triacilglicérido, alcano, alqueno, acetato, y/o éster de alcohol de ácido graso. En aún otra modalidad, el triacilglicérido es aceite

5 vegetal. En aún otra modalidad, el acetato es acetato butílico. En aún otra modalidad el alcano es hexano. En otra modalidad el procedimiento incluye las impurezas orgánicas que son solubles en aceite. En una modalidad, el glicerol DO incluye menos de aproximadamente 195 ppm de impurezas

10 orgánicas solubles en aceite. En otra modalidad, el glicerol DOW incluye menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua. En otra modalidad, el disolvente polar es alcohol. En una modalidad, el alcohol es isopropanol o butanol. En otra modalidad, la etapa de eliminar el disolvente polar se

15 realiza por evaporación flash.

La descripción contempla además un procedimiento como se describe anteriormente (supra), que incluye además la etapa de adaptar el contenido de sal de un glicerol grado de fermentación. En una modalidad, el procedimiento incluye la

20 adaptación del contenido de sal de un glicerol grado de fermentación a entre aproximadamente 0.05 a aproximadamente 8.2 por ciento de sal. En otra modalidad, el procedimiento incluye la adaptación del contenido de sal de un glicerol grado de fermentación de entre aproximadamente 0.05 a

aproximadamente 3.5 por ciento de sal. En otra modalidad, el procedimiento incluye adaptar el contenido de sal de un glicerol grado de fermentación de entre aproximadamente 0.05 a aproximadamente 1.0 por ciento de sal.

- 5** Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto, que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un
- 10** disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (DO) y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En una modalidad, la separación se
- 15** produce por al menos uno de decantación por gravedad, separación de hidrociclón, y/o separación centrífuga. En un aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de calentar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo. En una modalidad, el procedimiento incluye la etapa de calentar la
- 20** mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo de entre aproximadamente 20 °C a aproximadamente 95 °C. En otra modalidad, el procedimiento incluye la etapa de calentar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo de entre aproximadamente 55°C a aproximadamente 65°C. En otro aspecto,

el procedimiento incluye además la etapa de mezclar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo. En una modalidad, el procedimiento incluye la etapa de mezclar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo durante

5 entre aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos.

Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde

10 el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (DO), y una fase que contiene disolvente

15 hidrófobo y las impurezas orgánicas. En un aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW). En una modalidad, el secado se produce de entre aproximadamente 60 °C a aproximadamente 130°C.

20 La descripción contempla además un producto producido por los procedimientos descritos anteriormente (supra). En un aspecto, la descripción proporciona un producto producido por un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de

glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye desaceitar usando un disolvente hidrófobo para extraer las impurezas orgánicas; la deshidratación mediante secado a una temperatura elevada; y

5 desalinización utilizando un disolvente polar para precipitar la sal. En otro aspecto, la descripción proporciona un producto producido por un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene

10 impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado

15 (DO), y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En otro aspecto, la descripción proporciona un producto producido por un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que

20 contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado

(DO) y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas; y secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW). En otro aspecto, la descripción proporciona un producto producido por un

5 procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en

10 bruto y disolvente hidrófobo; separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (DO), y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas; secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW);

15 someter un disolvente polar al glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y la precipitación de la sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado,

20 deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal. En otro aspecto, la descripción proporciona un producto producido por un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de

glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (DO) y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas; secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); someter un disolvente polar al glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y precipitar la sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal; y eliminar el disolvente polar de la fase ligera para producir un glicerol DOWS purificado.

La divulgación además abarca glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados procedente de la transformación de las grasas y aceites naturales, en donde el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados tiene poca sal y/o impurezas orgánicas en comparación con un glicerol en bruto. En una modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a

aproximadamente 8.2 por ciento. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 3.5 por

5 ciento. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2.0 por ciento. En todavía otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados

10 incluye un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 1.0 por ciento. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es un glicerol grado de fermentación.

15 Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye el secado del glicerol en bruto para

20 producir un glicerol deshidratado; someter el glicerol deshidratado a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol deshidratado y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol deshidratado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado y

deshidratado (DOW), y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En un aspecto, el procedimiento incluye además las etapas de someter un disolvente polar al glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y precipitar la sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye el secado del glicerol en bruto para producir un glicerol deshidratado; someter un disolvente polar al glicerol deshidratado para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol deshidratado, y precipitar la sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol deshidratado; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol deshidratado en una fase ligera que contiene un glicerol deshidratado y desalinizado y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal. En un aspecto, el método incluye además las etapas de someter el glicerol deshidratado y desalinizado a

un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol deshidratado y desalinizado y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol deshidratado y desalinizado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado, 5 deshidratado y desalinizado (DOWS) y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas.

Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de 10 glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter un disolvente polar al glicerol en bruto para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol en bruto, y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol en bruto; y separar la mezcla 15 de disolvente polar y glicerol en bruto en una fase ligera que contiene glicerol desalinizado y disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal. En un aspecto, el procedimiento incluye además las etapas de someter el glicerol desalinizado a un disolvente hidrófobo para producir 20 una mezcla de glicerol desalinizado y disolvente hidrófobo; y separar la mezcla de glicerol desalinizado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desalinizado y desaceitado, y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas. En otro aspecto, el procedimiento

incluye además la etapa de secar el glicerol desalinizado y desaceitado para producir un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS).

5 La descripción además contempla un procedimiento de refinado de glicerol en bruto, incluyendo combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y producir un glicerol desaceitado (DO); secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); y someter un disolvente polar al glicerol
10 DOW para precipitar la sal y producir un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS).

Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados mediante el refinado de
15 glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, en donde el procedimiento incluye someter un glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol
20 desaceitado (DO) y una fase que contiene disolvente hidrófobo e impurezas orgánicas; secar el glicerol DO para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); someter un disolvente polar al glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y precipitar una sal de la

mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada

5 que contiene la sal. En otro aspecto, el procedimiento además incluye la evaporación parcial del glicerol DOW antes de someterlo al disolvente polar. En otro aspecto, el procedimiento incluye además la etapa de evaporar el disolvente polar del glicerol DOWS a para producir un

10 glicerol DOWS purificado. En una modalidad, la evaporación es evaporación flash. En una modalidad, el glicerol DOW tiene menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua. En otra modalidad, el glicerol DOWS es un glicerol grado de fermentación. En otra modalidad, el glicerol grado de

15 fermentación es glicerol que contiene sal.

La divulgación abarca además un procedimiento de refinado de glicerol en bruto, incluyendo combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y crear un glicerol desaceitado (DO);

20 secar el glicerol DO para crear un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); evaporar parcialmente aproximadamente el 75 por ciento del glicerol DOW como un destilado de glicerol sin sal; recuperar una porción restante de dicho glicerol DOW en un fondo de descarga de evaporación; y añadir un

disolvente polar al fondo de descarga de evaporación para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS). En una modalidad, el disolvente polar es IPA.

5 Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y crear un glicerol desaceitado (DO), en

10 donde el glicerol DO abarca glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados. En una modalidad, el procedimiento incluye además el secado del glicerol DO para crear un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW). En otra modalidad, el procedimiento incluye además añadir un disolvente polar al

15 glicerol DOW para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS). En una modalidad, el glicerol DOWS incluye glicerol grado de fermentación. En modalidades adicionales, el orden de las etapas del procedimiento de desaceitado, las etapas del

20 procedimiento de deshidratación, y las etapas del procedimiento de desalinizado difieren del procedimiento anteriormente descrito de DO → DOW → DOWS. En aún otra modalidad, el disolvente hidrófobo incluye, pero no se limita a, triacilglicérido, alcano, alqueno, acetato, éster de

alcohol de ácido graso. En una modalidad, el triacilglicérido es aceite vegetal o grasa. En otra modalidad, el disolvente hidrófobo es etilo. En otra modalidad, el acetato es acetato butílico o acetato de etilo. En otra modalidad más, el alcano

5 es hexano. En aún otra modalidad, las impurezas orgánicas son solubles en aceite. En otra modalidad, las impurezas orgánicas solubles en aceite se eliminan a través de extracción líquido-líquido con el disolvente hidrófobo. En otra modalidad, el glicerol DO incluye menos de

10 aproximadamente 195 ppm de impurezas orgánicas solubles en aceite. En otra modalidad, el glicerol DOW incluye menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua. En aún otra modalidad, el disolvente polar es un alcohol. En una modalidad, el disolvente polar es isopropanol o butanol. En

15 otra modalidad, la sal se precipita a través de la extracción con el disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye además la evaporación parcial de glicerol antes de la extracción con el disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye además evaporar el disolvente polar de

20 la mezcla de glicerol y disolvente, y desolventizar la sal húmeda precipitada. En una modalidad, la evaporación es evaporación flash. En otra modalidad, el glicerol es glicerol grado de fermentación que contiene sal. En otra modalidad, el glicerol grado de fermentación incluye un ajuste del

contenido de sal de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 8.2 por ciento de sal. En otra modalidad, el glicerol grado de fermentación incluye un ajuste del contenido de sal de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 3.5 por ciento de sal.

- 5** En aún otra modalidad, el glicerol grado de fermentación incluye un ajuste del contenido de sal de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 2.0 por ciento de sal. En una modalidad, el glicerol grado de fermentación incluye un ajuste del contenido de sal de aproximadamente 0.05 a
- 10** aproximadamente 1.0 por ciento de sal.

Otro aspecto de la descripción contempla un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados procedente de transformar grasas naturales y aceites, en donde el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye poca

15 sal y/o impurezas orgánicas en comparación con glicerol en bruto. En una modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados tiene un contenido de cloruro de sodio. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de

20 sodio de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 8.2 por ciento. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 3.5 por ciento. En otra modalidad, el

glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2.0 por ciento. En aún otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluye un contenido de cloruro de sodio de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 1.0 por ciento. En todavía otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es un glicerol grado de fermentación.

10 Otro aspecto de la descripción proporciona un procedimiento de refinamiento de glicerol en bruto, incluyendo: combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y crear un glicerol desaceitado (DO); secar el glicerol DO para crear un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); y añadir un disolvente polar al glicerol DOW para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS). En una modalidad, el glicerol DO comprende glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados. En otra modalidad, el glicerol DOWS incluye además glicerol grado de fermentación. El disolvente hidrófobo incluye, pero no se limita a, triacilglicérido, alcano, alqueno, acetato, éster de alcohol de ácido graso, y similares. En una modalidad, el triacilglicérido es aceite vegetal. En otra modalidad, el

acetato es acetato butílico. En otra modalidad, el alcano es hexano. En otra modalidad más, las impurezas orgánicas son solubles en aceite. En otra modalidad más, las impurezas orgánicas solubles en aceite se eliminan a través de

5 extracción líquido-líquido con el disolvente hidrófobo. En una modalidad, el glicerol DO incluye menos de aproximadamente 195 ppm de impurezas orgánicas solubles en aceite. En otra modalidad, el glicerol DOW incluye menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua. En otra modalidad, el

10 disolvente polar es un alcohol tal como isopropanol o butanol. En otra modalidad, la sal es precipitada a través de extracción con un disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye además la evaporación parcial de glicerol antes de dicha extracción con dicho disolvente

15 polar. En todavía otra modalidad, el procedimiento incluye evaporar y desolventizar con dicho disolvente polar. En una modalidad adicional, el procedimiento incluye la evaporación que es evaporación flash. En aún otra modalidad, el glicerol grado de fermentación es glicerol que contiene sal.

20 La presente divulgación abarca además un procedimiento de refinado de glicerol en bruto, incluyendo: combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y crear un glicerol desaceitado (DO); secar el glicerol DO para crear un glicerol desaceitado y

deshidratado (DOW); evaporar parcialmente aproximadamente 75 por ciento del glicerol DOW como un destilado de glicerol sin sal; recuperar una porción restante del glicerol DOW en un fondo de descarga de evaporación, en donde la porción

5 restante del glicerol DOW es de aproximadamente 25 por ciento; y añadir un disolvente polar a dicho fondo de descarga de evaporación para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS). En una modalidad, el disolvente polar es alcohol isopropílico

10 (IPA).

Otro aspecto de la descripción contempla un procedimiento de producción o la precipitación de la sal, incluyendo combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar las impurezas orgánicas y crear un

15 glicerol desaceitado (DO); secar el glicerol DO para crear un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); y añadir un disolvente polar al glicerol DOW para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado y deshidratado y desalinizado (DOWS), en donde la sal precipitada se produce como un

20 subproducto. La sal precipitada incluye, pero no se limita a, cloruro de sodio (NaCl), sulfato de sodio (Na_2SO_4), fosfato de sodio (Na_3PO_4), nitrato de sodio (NaNO_3), acetato de sodio ($\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$), carbonato de sodio (Na_2CO_3), formiato sódico (HCOONa), lactato de sodio ($\text{C}_3\text{H}_5\text{NaO}_3$), gluconato de sodio

(C₆H₁₁NaO₇), citrato de sodio (C₆H₅Na₃O₇), metanosulfonato de sodio (CH₃NaO₃S), cloruro de potasio (KCl), sulfato de potasio (K₂SO₄), fosfato de potasio (K₃PO₄), nitrato de potasio (KNO₃), acetato de potasio (CH₃CO₂K), carbonato de potasio (K₂CO₃),
5 formiato de potasio (CHKO₂), lactato de potasio (C₃H₅KO₃), gluconato de potasio (C₆H₁₁KO₇), citrato de potasio (C₆H₅K₃O₇), y metanosulfonato de potasio (CH₃KO₃S).

BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS

10 La presente invención se entiende mejor cuando se lee conjuntamente con las figuras adjuntas, que sirven para ilustrar las modalidades. Se entiende, sin embargo, que la descripción no se limita a las modalidades específicas descritas en las figuras.

15 Las **Figuras 1A y 1B** representan un diagrama de flujo de bloques que muestra cinco diferentes modalidades del procedimiento para la producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados a partir de glicerol en bruto.

20 La **Figura 2** es un diagrama de flujo de bloques que muestra una modalidad de la presente divulgación. En la presente invención, la Figura 2 representa un diagrama de bloques de un ciclo de producción para la fabricación de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados,

incluyendo glicerol grado de fermentación que contiene sal, en donde las etapas abarcan desaceitado, deshidratación y desalinizado del glicerol. El procedimiento incluye extracción líquido-líquido con un disolvente hidrófobo a través de la utilización de triacilglicéridos (TAG); secado de humedad; extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventizar el disolvente polar. El isopropanol (IPA) se muestra como el disolvente polar, que se reutiliza en este procedimiento.

La **Figura 3** es un diagrama de flujo de bloques que muestra otra modalidad de la presente invención. En la presente invención, la Figura 3 representa un diagrama de bloques de un ciclo de producción para la fabricación de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado fermentación que contiene sal, en donde las etapas abarcan desaceitado, deshidratación y desalinización del glicerol. El procedimiento incluye extracción líquido-líquido con un disolvente hidrófobo a través de la utilización de alcanos, alquenos, ésteres de alcohol o acetatos (hexano se muestra aquí), en donde el disolvente hidrófobo se evapora (por ejemplo, a través de evaporación flash) y se reutiliza; secado de humedad, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar. IPA se

muestra como el disolvente polar, que se reutiliza en este procedimiento.

La **Figura 4** es un diagrama de flujo de bloques que muestra otra modalidad de la presente invención. En la presente invención, la Figura 4 representa un diagrama de bloques de un ciclo de producción para la fabricación de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación que contiene sal, en donde las etapas abarcan desaceitado, deshidratación y desalinización del glicerol. El procedimiento es un procedimiento híbrido que incluye una extracción líquido-líquido con un solvente hidrófobo mediante el uso de triacilglicéridos (TAG), secar la humedad, opcionalmente evaporar el glicerol, extraer con disolvente polar, evaporar el disolvente polar, y desolventizar el disolvente polar. Aquí, el glicerol se evapora opcionalmente para reducir el volumen de procesamiento en la etapa de extracción con disolvente polar antes de añadir el disolvente polar. IPA se muestra como el disolvente polar, que se reutiliza en este procedimiento.

La **Figura 5** es un diagrama de flujo de bloques que muestra otra modalidad de la presente invención. En la presente invención, la Figura 5 representa un diagrama de bloques de un ciclo de producción para la fabricación de

glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación que contiene sal, en donde las etapas abarcan desaceitado, deshidratación y desalinización del glicerol. El procedimiento es un

5 procedimiento híbrido que incluye extracción líquido-líquido con un disolvente hidrófobo a través de la utilización de alcanos, alquenos, o acetato (hexano se muestra aquí), en donde el disolvente hidrófobo se evapora (por ejemplo, a través de evaporación flash) y se reutiliza; secar la

10 humedad, opcionalmente evaporar el glicerol, extraer con un disolvente polar, evaporar el disolvente polar, y desolventizar el disolvente polar. Aquí, el glicerol se evapora opcionalmente antes de añadir el disolvente polar. IPA se muestra como el disolvente polar, que se reutiliza en

15 este procedimiento.

La **Figura 6** es un gráfico que muestra otra modalidad de la presente divulgación. En la presente invención, la Figura 6 representa un gráfico que muestra una relación por peso IPA a glicerol (IPA:glicerol) vs. concentración de sal de NaCl

20 que permanece en el glicerol DOWS resultante.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

La divulgación proporciona un procedimiento eficiente y rentable para producir glicerol proveniente de residuos

parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación que contiene sal. En un entorno industrial, el glicerol es un subproducto de la producción del biodiesel y otros procedimientos del desdoblamiento de la grasa que

5 incluyen métodos para la fabricación de bio-combustibles y bio-hidrocarburos. El glicerol en bruto derivado de los procedimientos de biodiesel y el desdoblamiento de la grasa tienen impurezas orgánicas (es decir, impurezas solubles en aceite y solubles en agua), así como impurezas inorgánicas

10 tales como sales, incluyendo cloruro de sodio (NaCl), cloruro de potasio (KCl), sulfato de sodio (Na_2SO_4), sulfato de potasio (K_2SO_4) y otros; metales pesados; y productos químicos inorgánicos de calderas en función de la fuente del glicerol y el procedimiento empleado. Las impurezas en glicerol en

15 bruto como materia de partida o materia prima de alimentación pueden afectar al rendimiento de cualquier producto final particular en aplicaciones industriales. Para aplicaciones de fermentación, el desempeño incluye rendimiento, productividad y titulación. Por lo tanto, la presente invención proporciona

20 un procedimiento de purificación de glicerol en bruto, donde las impurezas orgánicas e inorgánicas en el glicerol se reducen sustancialmente sin aún cumplir la norma de pureza de glicerol USP, lo que resulta en glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de

fermentación que contiene sal, que se puede utilizar en muchas aplicaciones industriales.

Definiciones

5 Los términos "glicerol" y "glicerina" se usan indistintamente en la presente invención y se refieren a una molécula que está cubierta por la fórmula química $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$. También se refiere al glicerol como un alcohol trihídrico; propano-1,2,3-triol; 1,2,3-propanotriol;
10 1,2,3-trihidroxipropano; gliceritol; glicerina; y/o alcohol glicol, todas los cuales están abarcados en la presente invención.

El término "glicerol en bruto" se refiere a una sustancia que se compone principalmente de glicerol e
15 impurezas, incluyendo, pero no limitado a, metanol, agua, orgánicas tanto polares y no polares y/o sales. En una modalidad, el glicerol en bruto contiene metanol, agua, jabones y sales y tiene un contenido de glicerol de aproximadamente 40 a aproximadamente 89 por ciento. En otra
20 modalidad, el glicerol en bruto como material de partida contiene aproximadamente 0 a aproximadamente 90% de agua, sales y/o materiales orgánicos. En otra modalidad, el glicerol en bruto es un subproducto de un procedimiento de transesterificación. En aún otra modalidad, el glicerol en

bruto es un subproducto de la fabricación de biodiesel. El glicerol en bruto derivado de la fabricación de biodiesel contiene entre aproximadamente 70% a aproximadamente 80% de triglicéridos y entre aproximadamente 20% a aproximadamente 30% de impurezas totales, incluyendo impurezas orgánicas e inorgánicas (véase, por ejemplo, la Tabla 1A). En otra modalidad, el glicerol en bruto es un subproducto de un procedimiento de desdoblamiento de la grasa. En otra modalidad, el glicerol en bruto es un subproducto de un procedimiento de fabricación de jabón.

Un "glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados" se refiere a un glicerol que se produce por el procedimiento de purificación descrito en la presente invención. En algunas modalidades, se deriva de la transformación de grasas y aceites naturales. En otras modalidades, abarca poca sal e impurezas orgánicas en comparación con glicerol en bruto. Como tal, puede contener típicamente niveles de trazas de impurezas orgánicas y sales solubles en aceite (por ejemplo, NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄, etc.) y puede tener un nivel de pureza que varía de aproximadamente 90 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, más comúnmente de aproximadamente 95 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, y más comúnmente de aproximadamente 97 por ciento a aproximadamente 99 por

ciento, dependiendo de la concentración de sal. La concentración de sal en glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados puede variar desde 0 por ciento a aproximadamente 8.2 por ciento. En una modalidad, glicerol

5 proveniente de residuos parcialmente refinados que contiene sal, contiene NaCl o KCl o Na₂SO₄ o K₂SO₄ o una combinación de los mismos. En otra modalidad, glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que contiene sal, contiene NaCl o KCl o Na₂SO₄ o K₂SO₄ o, a veces más de una de estas

10 sales o cualquier otra sal(es) que resultan de la neutralización de un catalizador básico homogéneo utilizado en una reacción de biodiesel con ácido(s). Los catalizadores básicos pueden ser óxidos catiónicos monovalentes (por ejemplo, Na₂O, K₂O), hidróxidos catiónicos (por ejemplo, NaOH,

15 KOH), y/o metilatos y etilatos catiónicos (por ejemplo, NaOCH₃, NaOC₂H₅, KOCH₃, KOC₂H₅) que son solubles en una mezcla de reacción de biodiesel. El ácido(s) puede ser cualquiera de ácido(s) inorgánico u orgánico. Los ejemplos de ácido(s) inorgánico son HCl, SO₃, H₂SO₄, H₃PO₄, HNO₃, y otros. Ejemplos

20 de ácidos orgánicos son H₂CO₃, ácido acético, ácido fórmico, ácido láctico, ácido glucónico, ácido cítrico, ácido succínico, y otros. Ejemplos de las sales resultantes se enumeran en la Tabla 1B (infra). Glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es adecuado como una ayuda o

componente en muchas aplicaciones industriales y/o comerciales, incluyendo, pero no limitado a, pinturas, recubrimientos, adhesivos, textiles, maderas, metales, detergentes, jabones, líquidos refrigerantes, productos de limpieza, papel, y otros.

Un "glicerol grado de fermentación" es un ejemplo de un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que contiene sal que tiene un contenido específico de sal que varía desde aproximadamente 0.05 por ciento de sal a menos de aproximadamente 8.2 por ciento de sal (por ejemplo, NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄) y, más particularmente, desde aproximadamente 0.05 por ciento de sal a aproximadamente 2.0 por ciento de sal. Típicamente, el glicerol grado de fermentación contiene principalmente NaCl o KCl o Na₂SO₄ o K₂SO₄ o, a veces más de una de estas sales o de otras sales (véase la Tabla 1B, infra) o combinaciones de otras sales (véase la Tabla 1B, infra). El glicerol grado de fermentación es particularmente adecuado como un material de alimentación para los procedimientos de fermentación. En la presente invención, el glicerol grado de fermentación es adecuado para una amplia variedad de microbios que se emplean en cultivos de fermentación como huéspedes de producción. Ejemplos de tales huéspedes microbianos, incluyen, pero no se limitan a microorganismos del género *Escherichia*, *Bacillus*,

Lactobacillus, Rhodococcus, Synechococcus, Synechoystis, Pseudomonas, Aspergillus, Trichoderma, Neurospora, Fusarium, Humicola, Rhizomucor, Kluyveromyces, Pichia, Mucor, Myceliophthora, Penicillium, Phanerochaete, Pleurotus,

5 Trametes, Chrysosporium, Saccharomyces, Stenotrophomonas, Schizosaccharomyces, Yarrowia, o Streptomyces. En una modalidad, el huésped microbiano es Escherichia coli. En otras modalidades, el huésped microbiano es Bacillus lentus, Bacillus brevis, Bacillus stearothermophilus, Bacillus

10 licheniformis, Bacillus alkalophilus, Bacillus coagulans, Bacillus circulans, Bacillus pumilis, Bacillus thuringiensis, Bacillus clausii, Bacillus megaterium, Bacillus subtilis, y/o Bacillus amyloliquefaciens. En otras modalidades, el huésped microbiana es Synechococcus sp. PCC7002, Synechococcus

15 elongatus PCC 7942, Synechoystis sp. PCC 6803, Synechococcus elongatus PCC6301, Prochlorococcus marinus CCMP1986 (MED4), Anabaena variabilis ATCC29413, Nostoc punctiforme ATCC29133 (PCC73102), Gloeobacter violaceus ATCC29082 (PCC7421), Nostoc sp. ATCC27893 (PCC7120), Cyanothece sp. PCC7425 (29141),

20 Cyanothece sp. ATCC51442, y/o Synechococcus sp. ATCC27264 (PCC7002). En otras modalidades, el huésped microbiano es Trichoderma koningii, Trichoderma viride, Trichoderma reesei, Trichoderma longibrachiatum, Aspergillus awamori, Aspergillus fumiga, Aspergillus foetidus, Aspergillus nidulans,

Aspergillus niger, Aspergillus oryzae, Humicola insolens, Humicola lanuginosa, Rhodococcus opacus, Rhizomucor miehei, y/o Mucor michei. En otras modalidades, el huésped microbiano es Actinomicetos. En aún otras modalidades, el huésped microbiano es Streptomyces lividans y/o Streptomyces murinus. En otras modalidades, el huésped microbiano es Saccharomyces cerevisiae.

El término "disolvente hidrófobo" se refiere a un compuesto que no se mezcla con agua y fácilmente se particiona y/o es miscible con una sustancia que tiene características hidrófobas. Los ejemplos de un disolvente hidrófobo incluyen, pero no se limitan a, acetatos (por ejemplo, acetato butílico, acetato de etilo), ésteres de alcohol de ácido graso (por ejemplo, éster metílico de ácidos grasos (FAME), éster etílico de ácido graso (FAEE), y éster isopropílico de ácido graso), triacilglicéridos (por ejemplo, aceite vegetal), alcanos (por ejemplo, hexano, isohexano, y octano), y alquenos (por ejemplo, hexeno, y octeno).

El término "disolvente polar" significa, para el propósito de la descripción y reivindicaciones, un compuesto que es fácilmente miscible con glicerol, puede solubilizar la sal sólo a niveles bajos en todo caso, y tiene un punto de ebullición menor que el glicerol. Ejemplos de tales disolventes polares son alcoholes, incluyendo pero no

limitado a, isopropanol o alcohol isopropílico (IPA), 1-propanol, 1-butanol, 2-butanol, ter-butanol, etanol y metanol. Otro ejemplo de un disolvente polar es fenol.

5 El término "glicerol DO" significa, para el propósito de la descripción y reivindicaciones, una forma de glicerol que ha sido parcialmente refinado con el fin de desaceitarlo. En una modalidad, el glicerol DO contiene menos impurezas orgánicas solubles en aceite que el glicerol en bruto, es decir, la mayoría de las impurezas orgánicas solubles en
10 aceite han sido eliminadas y están presentes por debajo de aproximadamente 195 ppm.

El término "glicerol DOW" significa, para el propósito de la descripción y reivindicaciones, una forma de glicerol que se ha desaceitado y deshidratado en cualquier orden. El
15 glicerol DOW es el resultado de secar el glicerol DO de forma que la mayor parte del agua se ha eliminado. En una modalidad, el glicerol DOW contiene menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua.

El término "Glicerol DOWS" significa, para el propósito
20 de la descripción y reivindicaciones, una forma de glicerol que se ha desaceitado, deshidratado, y desalinizado en cualquier orden. El glicerol DOWS es el resultado de la desalinización de Glicerol DOW de forma que la mayor parte de la sal se ha eliminado. En una modalidad, glicerol DOWS para

la aplicación de fermentación contiene aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2.0 por ciento de sal.

Glicerol

5 El glicerol es un alcohol trihídrico, es decir, que se compone de tres grupos de alcohol. La estructura química de glicerol es $\text{CH}_2(\text{OH})\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2\text{OH}$. Es un líquido claro, inodoro, viscoso con un sabor dulce natural. Los términos glicerol y glicerina se utilizan a menudo intercambiables, aunque el

10 glicerol es el componente principal de la glicerina, por ejemplo, el 96 por ciento de glicerol puede ser glicerina. El glicerol tiene un alto punto de ebullición y puede ser disuelto por el agua y el alcohol, pero por lo general no por los aceites. El glicerol en bruto es un subproducto natural

15 de la transformación de las grasas y aceites. Por ejemplo, se produce durante la transesterificación de los procedimientos de producción de biodiesel (supra). En comparación, glicerol grado USP (Glicerol USP) se considera un glicerol de calidad farmacéutica que es altamente puro. La abreviatura USP

20 significa Farmacopea de Estados Unidos (es decir, un documento que fue publicado por primera vez en 1820 y se utiliza como una referencia estándar por los médicos). Hoy en día, la USP incluye descripciones de productos químicos, pruebas de identificación y pruebas de pureza de los

ingredientes activos en su mayoría. Todos los materiales que figuran en la USP se consideran sujetos a los requisitos de la Food and Drug Administration (FDA por sus siglas en inglés). Por lo tanto, el etiquetado de un producto o una

5 sustancia como la USP, como en glicerol USP, implica que se ajusta a los requisitos de la FDA. El glicerol USP tiene que cumplir con las pautas específicas de pureza, ya que se utiliza para los productos farmacéuticos, alimentos, cuidado

10 especialidad. La composición para glicerol USP en una base seca debe cumplir un estándar de pureza de 99.7 a 100 por ciento, y las trazas de impurezas deben cumplir las especificaciones USP. Este es un alto nivel de un producto y se refleja en el costo de producción. El glicerol grado USP

15 se produce principalmente por destilación fraccionada (supra). Otra categoría de glicerol es glicerol de calidad técnica, que no debe cumplir con los mismos niveles de pureza como el glicerol grado USP, pero tiene que ser más limpio que el glicerol en bruto, con el fin de que sea adecuado para su

20 uso en productos industriales (por ejemplo, pinturas, recubrimientos, geles, adhesivos, etc.). El glicerol de calidad técnica es típicamente purificado (por ejemplo, aproximadamente 80 a aproximadamente 97 por ciento puro) eliminando la mayor parte de sus contaminantes (es decir, sin

metanol, sin jabones, sin sales, etc.). Como resultado, el glicerol de calidad técnica es caro de hacer porque es similar al glicerol grado USP, que se produce principalmente por destilación fraccionada (supra).

5

Glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados

La presente invención proporciona una nueva forma de glicerol, tal como el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados. El glicerol proveniente de residuos

10 parcialmente refinados tiene una nueva composición que es más limpia que el glicerol en bruto, pero no es tan altamente purificado como el glicerol USP o el glicerol grado técnico, en particular, puede contener niveles de trazas de impurezas orgánicas y/o sales solubles en aceite. En una modalidad, un

15 glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados contiene algo de sal. En otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es libre de sal. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados puede abarcar una concentración de sal

20 ajustada que se ajusta a la utilización del producto de glicerol. En una modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es más limpio que el glicerol en bruto, pero contiene niveles de trazas de impurezas orgánicas solubles en aceite. En otra modalidad, el glicerol

proveniente de residuos parcialmente refinados es más limpio que el glicerol en bruto, pero contiene niveles de trazas de impurezas orgánicas y sales solubles en aceite. En aún otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente

5 refinados es más limpio que el glicerol en bruto, pero contiene sal. En una modalidad, glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados tiene una concentración de sal de 0 por ciento a aproximadamente 8.2 por ciento. El glicerol grado de fermentación es un ejemplo de glicerol

10 proveniente de residuos parcialmente refinados. En una modalidad, el glicerol de fermentación tiene una concentración de sal de aproximadamente 0.05 por ciento a menos de aproximadamente 8.2 por ciento, incluyendo desde aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2.0 por

15 ciento. En otra modalidad, el glicerol grado de fermentación es particularmente adecuado para el uso en cultivos de fermentación, donde se utilizan organismos vivos como anfitriones de producción (véase, por ejemplo, las Patentes

US Nos. 8,372,610; 8,323,924; 8,313,934; 8,283,143;

20 8,268,599; 8,183,028; 8,110,670; 8,110,093; y 8,097,439,

todas las cuales se incorporan en la presente invención por referencia).

Glicerol grado de fermentación

El glicerol grado de fermentación es un ejemplo de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, donde el contenido de sal de la composición de glicerol se puede adaptar a la necesidad del organismo que es usado en un método de fermentación. Los microorganismos se pueden utilizar como huéspedes de producción en cultivos de fermentación con el fin de producir productos químicos deseados (por ejemplo, ácidos grasos, alcoholes grasos, ésteres grasos, alcanos grasos, alquenos grasos, ácidos orgánicos, diácidos, terpenoides, monómeros, polímeros, y otros). Estos microorganismos o células huésped utilizan una fuente de carbono o material de alimentación como una forma de alimento y energía (por ejemplo, células huésped que producen derivados de ácidos grasos durante un procedimiento de fermentación cuando una fuente de carbono incluyendo glicerol se usa como un material de alimentación, véase, por ejemplo, las Patentes US No. 8,372,610; 8,323,924; 8,313,934; 8,283,143; 8,268,599; 8,183,028; 8,110,670; 8,110,093; y 8,097,439, todas las cuales se incorporan en la presente invención por referencia).

En un entorno natural, cada microorganismo tiene una cierta tolerancia establecida para la sal, es decir, cada microorganismo requiere un determinado nivel de sal con el

fin de satisfacer sus necesidades de nutrientes minerales (por ejemplo, cloruro de sodio, fosfatos, etc.). La naturaleza suministra generalmente suficiente sal a los microbios. Por el contrario, si los niveles de sal son

5 demasiado altos, se vuelven tóxicos y el microorganismo con el tiempo se vuelve inactivo o muere. El glicerol en bruto de biodiesel tiene un contenido de sal de aproximadamente 6 a 8 por ciento, lo que supera el nivel de tolerancia de muchos microorganismos. Por lo tanto, cuando el contenido de sal de

10 glicerol como materia prima en un caldo de fermentación es demasiado alto, los microbios se vuelven inactivos. Esto explica por qué los microbios que se utilizan en las fermentaciones son generalmente alimentados con materia prima de alimentación que cumpla una norma de pureza superior o que

15 normalmente no contiene alta concentración de sal u otras impurezas (por ejemplo, jarabe de maíz, jugo de caña, glicerol USP, etc.). Por el contrario, cuando el contenido de sal del glicerol como materia prima en un caldo de fermentación es demasiado baja (es decir, que cae por debajo

20 de un cierto nivel) los microbios ya no pueden funcionar de la manera más eficiente. Por ejemplo, los organismos marinos crecen bien en aproximadamente 3.5 por ciento de sal en un caldo de fermentación, mientras que E. coli prefiere de aproximadamente 0.5 a aproximadamente 1.0 por ciento, y

generalmente tolera no más de aproximadamente 2 por ciento en un caldo de fermentación. El aumento de la concentración de sal en un caldo de fermentación puede aumentar la productividad de los microbios a los niveles que se esperan.

5 Esto se realiza típicamente mediante añadir sal adicional durante la operación de fermentación según sea necesario, ya que cuando el glicerol se usa como materia prima es generalmente una alta pureza de glicerol que no puede contribuir al propio contenido de sal. Sin embargo, cuando

10 glicerol de fermentación se utilizó no fue necesario añadir sal adicional al caldo de fermentación (ver Ejemplos, Tablas 3 y 4 (infra) y Figura 6). Sin querer ligarlo por medio de la teoría, se sugiere que el glicerol grado de fermentación puede ser bien tolerado, ya que proporciona a los

15 microorganismos la cantidad justa de sal que necesitan para funcionar de manera óptima. Es bien sabido que los microorganismos pueden crecer en una amplia gama de concentraciones de sal, pero la mayoría de los microorganismos que tienen un significado industrial

20 requieren una cierta osmolaridad en el medio de crecimiento, que es principalmente proporcionada por medio de añadir sales. El rango de osmolaridad beneficioso es en general entre aproximadamente 25 a aproximadamente 500 mOsmol por litro (mOsmol/L). Cualquier fermentación que utiliza

microorganismos que requieren sal para un rendimiento óptimo se beneficiarían del glicerol grado de fermentación porque no es ni demasiado tóxico ni completamente desprovisto de sal. Por lo tanto, un glicerol grado de fermentación es deseable, particularmente una composición en donde el contenido de sal se puede adaptar a la necesidad específica del microorganismo en cultivo.

En una modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol que es una composición de glicerol grado de fermentación con un contenido de sal ajustado. En otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.06 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.07 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En aún otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye

un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.08 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En aún otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación

5 que incluye un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.09 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye un contenido de sal ajustado que

10 varía de aproximadamente 0.1 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal. En modalidades adicionales, la presente divulgación proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye, pero no se limita a, un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente

15 0.2 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.3 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.4 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.5 por ciento a aproximadamente 2 por

20 ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.6 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.7 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 0.8 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal;

desde aproximadamente 0.9 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; y desde aproximadamente 1.1 por ciento a aproximadamente 2 por

5 ciento de contenido de sal. En modalidades adicionales, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye, pero no se limita a, un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 1.2 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de

10 sal; desde aproximadamente 1.3 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1.4 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1.5 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1.6 por

15 ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1.7 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; desde aproximadamente 1.8 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de contenido de sal; y desde aproximadamente 1.9 por ciento a aproximadamente 2 por

20 ciento de contenido de sal. En una modalidad separada, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.05 por ciento de menos de aproximadamente 8.2 por ciento de a contenido de

sal. En otra modalidad, la presente invención proporciona una composición de glicerol grado de fermentación que incluye, pero no se limita a, un contenido de sal ajustado que varía de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 3.5 por ciento de contenido de sal; de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 3 por ciento de contenido de sal; de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 2.8 por ciento de contenido de sal; y de aproximadamente 0.05 a aproximadamente 2.5 por ciento de contenido de sal.

En muchas aplicaciones industriales (es decir, donde actualmente se utiliza glicerol USP porque el glicerol en bruto no está lo suficientemente limpio), una versión alternativa de un glicerol más limpio sería deseable debido a que el estándar de pureza no necesariamente tiene que ser cerca de 99 por ciento. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación, puede cumplir con el 90 a 99 porcentaje de pureza estándar que es deseable para muchas aplicaciones industriales, mientras que se produce a un costo mucho más bajo. Típicamente, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados tiene una pureza de aproximadamente 90 por ciento a aproximadamente 99 por ciento (por ejemplo, aproximadamente 91 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, aproximadamente 92 por ciento a aproximadamente 99

por ciento, aproximadamente 93 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, aproximadamente 94 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, aproximadamente 95 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, aproximadamente 96 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, o aproximadamente 97 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, o aproximadamente 98 por ciento a aproximadamente 99 por ciento), en función de la concentración de sal y el contenido de agua. Permitir que cantidades más altas de glicerol en bruto que se convierte en glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados incluyendo glicerol grado de fermentación puede impedir un excedente de glicerol en bruto en el mercado mundial ya que una mayor cantidad de glicerol en bruto se espera que sea producido con el aumento de los productos de biodiesel. Se puede reducir aún más el alto costo de la eliminación de residuos tóxicos para el glicerol en bruto y puede crear un nuevo margen de beneficio para los propietarios de plantas de biodiesel.

20 Glicerol en la fermentación

Procedimientos de fermentación emplean organismos vivos que no pueden sobrevivir en condiciones tóxicas. El entorno de la fermentación tiene que ser ajustado para apoyar el crecimiento de los microbios en el cultivo. Ya que el

glicerol se usa como materia prima en procedimientos de fermentación, debe ser adecuado para el consumo microbiano y debe ser en su mayoría libre de subproductos tóxicos. La presente invención proporciona un procedimiento para la

5 purificación de glicerol o refinamiento que incluye la extracción orgánica y precipitación de la sal, donde impurezas tóxicas en glicerol se reducen para apoyar el crecimiento microbiano al mismo tiempo que dejan suficiente sal para los microbios que prosperan. En una modalidad, el

10 procedimiento permite la eliminación de impurezas orgánicas solubles en aceite a partir de glicerol. En otra modalidad, el procedimiento permite la eliminación de algunas impurezas inorgánicas del glicerol. En una modalidad, se eliminan las impurezas a través de una técnica de extracción o desaceitado

15 mediante el uso de un disolvente hidrófobo, tal como, por ejemplo, un acetato (por ejemplo, acetato butílico, acetato de etilo), un éster de alcohol de ácido graso (por ejemplo, éster metílico de ácidos grasos (FAME), éster etílico de ácidos grasos (FAEE), y éster isopropílico de ácidos grasos),

20 un triacilglicérido (TAG) (por ejemplo, aceite vegetal), un alcano (por ejemplo, hexano, isohexano, y octano), un alqueno (por ejemplo, hexeno y octeno) o similares. Como resultado, la toxicidad del glicerol se reduce sustancialmente, y cualquier contaminación potencial durante la fermentación se

minimiza. La extracción de impurezas como se describe aquí puede ser un procedimiento de alto rendimiento que funciona en un entorno de funcionamiento de bajo costo.

En otra modalidad, el procedimiento permite el ajuste
5 fino del contenido de sal en glicerol con el fin de producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación. Como tal, el procedimiento permite adaptar el contenido de sal final en la composición de glicerol como un producto final. La capacidad
10 de adaptar el contenido de sal del glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es deseable porque cada microorganismo en un caldo de fermentación tiene una cierta tolerancia establecida para la sal, es decir, si la concentración de sal en el caldo se vuelve demasiado alta, el
15 microorganismo con el tiempo puede llegar a ser inactivo y morir (supra). Por el contrario, cada microorganismo puede requerir un cierto nivel de sal con el fin de satisfacer sus necesidades de nutrientes minerales y crecer de manera óptima en un caldo de fermentación. Por lo tanto, si el contenido de
20 sal en glicerol como un material de alimentación es demasiado alto o demasiado bajo, entonces el microorganismo ya no puede funcionar correctamente (por ejemplo, huéspedes microbianos que producen derivados de ácidos grasos durante un procedimiento de fermentación cuando el glicerol se usa como

un material de alimentación, véase, por ejemplo, las Patentes US Nos. 8,372,610; 8,323,924; 8,313,934; 8,283,143; 8,268,599; 8,183,028; 8,110,670; 8,110,093; y 8,097,439, todas las cuales se incorporan en la presente invención por

5 referencia). En una modalidad, el contenido de sal en glicerol grado de fermentación se ajusta para estar entre aproximadamente 0.05 y menos de aproximadamente 8.2 por ciento en un caldo de fermentación, lo que puede beneficiar a los organismos microbianos que se utilizan como huéspedes en

10 cultivos de fermentación. En una modalidad, el contenido de sal en glicerol grado de fermentación se ajusta para estar entre aproximadamente 0.05 y aproximadamente 2.0 por ciento en un caldo de fermentación, lo que puede beneficiar a los organismos microbianos que se utilizan como huéspedes para la

15 producción en cultivos de fermentación. En otra modalidad, el contenido de sal en glicerol grado de fermentación se ajusta para estar entre aproximadamente 0.05 y aproximadamente 1.0 por ciento en un caldo de fermentación, lo que puede beneficiar a los organismos microbianos que se utilizan como

20 huéspedes para la producción en cultivos de fermentación. En aún otra modalidad, el contenido de sal en glicerol de fermentación se ajusta para estar entre aproximadamente 0.05 y aproximadamente 3.5 por ciento en un caldo de fermentación.

En una modalidad, el presente método puede reducir el nivel de sal (por ejemplo, NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄) en el glicerol en bruto, por precipitación de la sal existente utilizando un alcohol (por ejemplo, alcohol isopropílico (IPA), 1 -pentanol, 1-butanol, etc.), seguido de la evaporación del alcohol; y luego ajustar el nivel de sal en el glicerol grado de fermentación por una mayor extracción y evaporación. En la presente invención, la eliminación de sal puede ser controlada y específicamente adaptada para el microorganismo específico y con base en el producto final deseado (es decir, varias composiciones de glicerol grado de fermentación que tienen un cierto contenido de sal). Las etapas de desalinización y evaporación pueden ser parte de la alta capacidad de elaboración, añadiendo al bajo costo de operación general de este método. Por lo tanto, el glicerol grado de fermentación con su contenido de sal ajustado y la reducción de impurezas orgánicas solubles en aceite, se puede hacer a partir de glicerol en bruto después de las etapas de procesamiento específicas (es decir, las etapas de desaceitado, deshidratación y desalinización) como se discute en la presente invención (infra).

En otra modalidad, el glicerol en bruto contiene aproximadamente 0.1 por ciento a aproximadamente 3 por ciento de impurezas orgánicas en general; aproximadamente 7 por

ciento a aproximadamente 9 por ciento de sal (por ejemplo, sobre una base seca, de un procedimiento de biodiesel) o aproximadamente 3 por ciento de sal (por ejemplo, en base seca, de un procedimiento de desdoblamiento de la grasa); y

5 nivel de trazas de metales pesados. La Tabla 1A a continuación muestra un ejemplo de una composición de glicerol en bruto (como un subproducto de una producción de biodiesel), con sus contaminantes y las impurezas orgánicas e inorgánicas. La mayor parte de las impurezas listadas en la

10 Tabla 1A tienen un punto de ebullición más alto que el glicerol. Algunos de ellos, tales como 3-monocloropropano-1,2-diol (3-MPCD), el cual es un producto químico orgánico de caldera, que tiene un punto de ebullición similar al del glicerol. Ácidos orgánicos e inorgánicos, así como metanol y

15 diacetil cetona de bajo peso molecular (DAK por sus siglas en inglés) tienen puntos de ebullición inferiores al glicerol y agua.

Tabla 1A: Ejemplo de una composición de glicerol en bruto

20

Tipo	Posibles contaminantes e impurezas en glicerol en bruto derivados de biodiesel
Orgánicos	
	Metanol

5		Monoacilglicéridos (MAG), Diacilglicéridos (DAG), Triacilglicéridos (TAG) y ácidos grasos libres (AGL)
		Ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME)
		Hidrocarburos poliaromáticos (PAH)
		Dioxinas y Dioxina del tipo policloruro de bifenilo (PCB)
		Micotoxinas,
10		Diacetil cetona (DAK)
		Pesticidas
		3-monocloropropano-1,2-diol (3-MPCD)
		Aceites minerales
		Productos químicos orgánicos de calderas
15	Inorgánicos	
		Sal (por ejemplo, NaCl, Na ₂ SO ₄ , KCl, K ₂ SO ₄ , acetato de sodio, acetato de potasio, etc.)
		Metales pesados
		Productos químicos inorgánicos de calderas

20

El contenido de sal en el glicerol en bruto (por ejemplo, aproximadamente 3 a aproximadamente 9 por ciento) supera la tolerancia de sal de muchos microorganismos vivos. Además, el glicerol en bruto contiene los contaminantes y las impurezas, incluidos los metales pesados (véase la Tabla 1A,

supra). Por lo tanto, el glicerol en bruto no es adecuado como materia prima para la mayoría de los huéspedes microbianos industriales. Por ejemplo, si el glicerol en bruto se alimenta a *E. coli* en un caldo de fermentación que produce ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) la actividad de *E. coli* cesa dentro de las 48 horas (véase la Tabla 4, infra). Por el contrario, cuando las impurezas orgánicas y sales solubles en aceite se reducen y el glicerol grado de fermentación más limpio se usa como materia prima, el rendimiento de fermentación mejora (véase la Tabla 4, infra). Esto muestra que los niveles de impurezas orgánicas y sales solubles en aceite en el glicerol pueden afectar al rendimiento de la fermentación de los organismos vivos cuando el glicerol se usa como materia prima. En una modalidad, el glicerol contiene aproximadamente 1 a aproximadamente 2 por ciento de sal, de modo que una buena recuperación de producto se puede lograr a través de un cultivo de fermentación. Por ejemplo, cuando el glicerol contenía aproximadamente 1 por ciento de sal, la producción de éster a través de *E. coli* en el cultivo se mejoró notablemente (véase la Tabla 3 y en el Ejemplo 10, infra).

En muchos organismos microbianos, el crecimiento empieza a ser inhibido a concentraciones de sal por encima de 2 por ciento, y el crecimiento de la inhibición es más o menos

afectado dependiendo del microbio, los componentes adicionales del medio y las condiciones ambientales. Los organismos marinos (halófilas) son excepciones, y son capaces de crecer en concentraciones de sal por encima de la del agua de mar (aproximadamente 3.5 por ciento). En una modalidad, cuando el glicerol contiene aproximadamente 2 a 3 por ciento de sal, la producción de derivados de ácidos grasos a través de los halófilos en cultivo se podría mejorar. Algunos microbios pueden crecer en concentraciones de sal de hasta 20 a 25 por ciento, aunque un alto contenido de dicha sal no sería adecuado para la mayoría de aplicaciones industriales y/o cultivos de fermentación.

Procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados

La descripción proporciona un procedimiento nuevo y limpio para la producción de altos rendimientos de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados a un costo mínimo para el medio ambiente. El procedimiento implica la extracción orgánica y la precipitación de sal. El objetivo de este nuevo procedimiento es producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que puede ser utilizado en diversas aplicaciones industriales, incluyendo, por ejemplo, la producción química a través de la fermentación, alimentos

para animales, refrigerantes verdes para automóviles, y similares. Una ventaja de este procedimiento es que el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se produce en una capacidad de alto rendimiento, que es menos costosa que los métodos de destilación fraccionada convencionales (supra). Otra ventaja de este procedimiento es que crea un menor número de productos de desecho porque procede con una pérdida relativamente menor de glicerol y reutiliza disolventes hidrófobos y polares, reduciendo así el impacto en el medio ambiente. Las Figuras 1A-1B y 2-5 ilustran el diagrama de flujo del procedimiento de producción de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados. En una modalidad, el procedimiento se puede llevar a cabo a través de tanques de mezcla, separadores líquido-líquido, y desolventizantes como se conoce en la técnica. En otra modalidad, el procedimiento incluye extracción líquido-líquido con un disolvente hidrófobo a través de la utilización de un disolvente hidrófobo, tal como, por ejemplo, triacilglicéridos (TAG), secado de la humedad, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar (ver Figura 2). En otra modalidad, el procedimiento incluye una extracción líquido-líquido del disolvente hidrofóbico a través del uso de un disolvente hidrófobo, tal como, por

ejemplo, acetato butílico, secado de humedad, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye extracción líquido-líquido con

5 disolventes hidrofóbicos a través del uso de un disolvente hidrófobo, tal como, por ejemplo, FAME, el secado de humedad, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye extracción líquido-

10 líquido con un disolvente hidrófobo a través de la utilización de alcanos (por ejemplo, hexano) o alquenos (por ejemplo, hexeno) o acetatos (por ejemplo, acetato butílico, acetato de etilo), en donde el disolvente hidrófobo es evaporado (por ejemplo, a través de evaporación flash) y se

15 reutiliza; secado de humedad, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar (ver Figura 3). En otra modalidad, el procedimiento incluye extracción líquido-líquido con un disolvente hidrofóbico a través de la utilización de un

20 disolvente hidrófobo (por ejemplo, triacilglicéridos (TAG)), secado de la humedad, evaporación de glicerol opcional, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar (ver Figura 4). En la presente invención, el glicerol se evapora

opcionalmente antes de añadir el disolvente polar. En otra modalidad, el procedimiento incluye extracción líquido-líquido con disolventes hidrofóbicos a través de la utilización de alcanos (por ejemplo, hexano) o alquenos (por ejemplo, hexeno) o acetatos (por ejemplo, acetato de etilo) o ésteres de alcoholes de ácidos grasos (por ejemplo FAME, FAEE y ésteres isopropílicos de ácidos grasos), en donde el disolvente hidrofóbico es evaporado (por ejemplo, a través de evaporación flash) y reutilizado; secado de humedad, evaporación de glicerol opcional, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar (ver Figura 5). Del mismo modo, el glicerol se evapora opcionalmente antes de añadir el disolvente polar. Como puede verse en las Figuras 3 y 5, la evaporación del disolvente hidrófobo permite la reutilización del disolvente de nuevo en el sistema y, además separa las impurezas orgánicas solubles en aceite. En una modalidad, el disolvente hidrófobo es TAG. En otra modalidad, el disolvente hidrófobo es hexano. En otra modalidad, el disolvente polar es isopropanol (IPA), que se puede volver a utilizar en este procedimiento.

Con el fin de utilizar el glicerol en bruto (por ejemplo, a partir de procedimientos de biodiesel y desdoblamiento de la grasa) y producir glicerol proveniente

de residuos parcialmente refinados, el glicerol en bruto puede ser desaceitado, deshidratado y desalinización en cualquier orden. En los diagramas de flujo de las Figuras 2-5, el desaceitado de glicerol abarca extracción líquido-líquido con un disolvente hidrófobo; la deshidratación de glicerol abarca secado de la humedad; y el desalinizado del glicerol abarca evaporación opcional de glicerol, extracción con disolvente polar, evaporación del disolvente polar, y desolventización del disolvente polar. Dado que los dos disolventes hidrófobos y polares pueden ser reutilizados en este sistema, no se genera mucho deshecho producto. Hay pérdida menor de glicerol y el procedimiento puede llevarse a cabo en una instalación de biodiesel mediante el uso de triacilglicéridos (TAG), acetato butílico, acetato de etilo, FAME, FAEE, éster isopropílico de ácidos grasos, hexano, o similares como un disolvente hidrófobo. Además, cualquier soluble en aceite o impureza orgánica puede ser reutilizada como combustible de la caldera. Por lo tanto, el procedimiento es reciclable, rentable, y verde.

Más específicamente, dos rutas de procedimientos intercambiables fueron desarrolladas para tratar el glicerol en bruto con el fin de producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol grado de fermentación que contiene sal. La primer ruta de

procedimiento incluye desaceitar glicerol en bruto a través de una etapa de extracción líquido-líquido con disolventes hidrofóbicos (por ejemplo, a través de TAG, acetato butílico, acetato de etilo, FAME, FAEE, éster isopropílico de ácidos grasos o hexano) y deshidratar el glicerol desaceitado a través de secado de la humedad. El glicerol desaceitado y deshidratado se somete a la desalinización a través de una etapa de precipitación de sal a base de disolvente polar (por ejemplo, a través de IPA) (ver Figuras 2 y 4). El orden de las etapas básicas del procedimiento de desaceitado, deshidratación y desalinizado es intercambiable (ver Figuras 1A y 1B). La segunda ruta de procedimiento incluye desaceitar el glicerol en bruto a través de una etapa de extracción líquido-líquido con un hidrófobo o disolvente hidrofóbico (por ejemplo, a través de TAG, acetato butílico, acetato de etilo, FAME, FAEE, éster isopropílico de ácidos grasos o hexano), deshidratación del glicerol desaceitado a través de secado de humedad; y evaporar el glicerol desaceitado y deshidratado, seguido de una etapa de precipitación de la sal a base de un disolvente polar (por ejemplo, a través de IPA) del fondo de la evaporación (ver Figuras 3 y 5). Del mismo modo, el orden de las etapas básicas del procedimiento de desaceitado, deshidratación y desalinizado es intercambiable (ver Figuras 1A y 1B). Ambas rutas de procedimiento resultan

en glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que tiene menos impurezas orgánicas solubles en aceite y un menor contenido de sal que el glicerol en bruto. La concentración de sal del producto final de glicerol se puede

5 adaptar para producir un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que contiene una concentración deseable de sal, lo que es una materia prima adecuada para muchas aplicaciones industriales, incluyendo fermentación.

Además, el contenido de sal de glicerol proveniente de

10 residuos parcialmente refinados puede ser ajustado, lo que resulta en una materia prima particularmente adecuada para la fermentación (es decir, glicerol grado de fermentación) que requiere una sal de contenido específico debido a sus huéspedes de producción. En una modalidad, la reducción de

15 sal, ajuste de sal y/o sal ajustada puede ser logrado mediante el empleo de ambas rutas de procedimientos. Por lo tanto, ambas rutas de procedimiento se pueden emplear indistintamente.

Por ejemplo, añadir un disolvente polar al glicerol

20 llevaría a aproximadamente el 8.2 por ciento de sal en el producto final de glicerol. Por otro lado, añadir un disolvente al glicerol en una relación en peso de aproximadamente 2.1 daría lugar a aproximadamente 2 por ciento de sal en el producto final de glicerol. Del mismo

modo, añadir un disolvente polar al glicerol en una relación en peso de aproximadamente 3.3 conduciría a aproximadamente 1 por ciento de sal en el producto final de glicerol. Por lo tanto, el procedimiento puede efectivamente medir y ajustar la concentración final de sal en el producto final de glicerol (véase el Ejemplo 8, infra). El rendimiento final del glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados producido por este procedimiento generalmente varía de aproximadamente 97 por ciento a aproximadamente 99 por ciento, dependiendo de la concentración de sal.

La presente invención proporciona un procedimiento para la purificación de glicerol, que además comprende una etapa de procedimiento híbrido para el glicerol desalinizado (ver Figuras 4 y 5). Por ejemplo, se muestra en las Figuras 4 y 5 que la evaporación del glicerol es opcional (es decir, evaporación del glicerol parcial) puede conducir a la recuperación de glicerol tratado sin precipitación de la sal. Esto se logra sometiendo aproximadamente el 75 por ciento de glicerol (como un destilado de glicerol) a la evaporación parcial, y luego recuperar el restante aproximadamente 25 por ciento de glicerol en la parte inferior de descarga de la evaporación, el cual es entonces más adelante desalinizado por precipitación a través de un disolvente polar tal como IPA. Por lo tanto, el sistema permite un a glicerol más

limpio ser recuperado directamente a través de la evaporación parcial lo que conduce a un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que es libre de sal y entre aproximadamente 97 por ciento y aproximadamente 99 por ciento puro. En la presente invención, la evaporación parcial de glicerol produce aproximadamente 75 por ciento de glicerol limpio y libre de sal, mientras que el resto de la mezcla de glicerol restante está saturado de sal y se somete a una extracción con disolvente polar (por ejemplo, IPA). El glicerol limpio derivado de la evaporación se puede alimentar de nuevo en el sistema (o utilizar opcionalmente como un producto final). El glicerol saturado con sal antes de la extracción con IPA permite que el contenido de sal de la composición final de glicerol se adapte y ajuste.

I. Glicerol en bruto desaceitado

En varias modalidades de la divulgación, como se muestra en la Figuras 1A-1B y 2-5, el glicerol en bruto se somete primero a una etapa de desaceitado para la eliminación de las impurezas orgánicas. En otras modalidades, sin embargo, la etapa de desaceitado se puede realizar después de la etapa de deshidratación, o después de la etapa de desalinización, o después de la finalización de la etapa de deshidratación y desalinización. El desaceitado puede ocurrir ya sea como la

primera etapa, segunda etapa o etapa final en el procedimiento como se muestra en las Figuras 1A y 1B.

El glicerol en bruto contiene aproximadamente 80 por ciento a aproximadamente 88 por ciento de glicerol, aproximadamente 6 por ciento a aproximadamente 10 por ciento de agua, aproximadamente 6 por ciento a aproximadamente 8 por ciento de sal (por ejemplo, NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄), aproximadamente 0.1 por ciento a aproximadamente 3 por ciento de orgánicos y menos de aproximadamente 0.3 por ciento de metanol. Las impurezas orgánicas solubles en aceite y los contaminantes que están contenidos dentro de glicerol en bruto pueden incluir toxinas que pueden inactivar o contaminar los procedimientos industriales que emplean glicerol. La mayoría de estos contaminantes son hidrófobos. El presente método utiliza disolventes hidrófobos tales como, por ejemplo, hexano, TAG, acetato butílico, acetato de etilo, FAME, FAEE, éster isopropílico de ácidos grasos, o similares para eliminar la mayoría de estos contaminantes orgánicos de glicerol en bruto a través de extracción con disolventes. Algunos contaminantes pueden tener un carácter más polar. Por ejemplo, los cuerpos de color oxidados tienen características polares en las que ellos no son solubles en hexano puro, pero al menos parcialmente solubles en TAG, FAME, FAEE y ésteres isopropílicos de ácidos grasos, y son muy solubles en acetato

butílico y acetato de etilo. En una modalidad, un hexano menos costoso es un disolvente hidrófobo para desaceitar glicerol en bruto que contiene niveles medios a bajos de impurezas orgánicas polares. En otra modalidad, el acetato

5 butílico o acetato de etilo es un disolvente hidrófobo para desaceitar glicerol en bruto que contiene un mayor nivel de impurezas orgánicas polares.

En una modalidad, el disolvente hidrófobo es volátil y/o tiene un punto de ebullición más bajo (bp por sus siglas en

10 inglés) que las impurezas orgánicas solubles en aceite, tiene un bajo calor de vaporización (ΔH_v) y tiene una baja capacidad calorífica (C_p). Los ejemplos de un disolvente hidrófobo incluyen, pero no se limitan a, TAG que tiene características no volátiles (ver Figuras 2 y 4); alcanos con

15 hidrocarburos de C_6 a C_{10} de longitud de cadena o mezclas de los mismos (por ejemplo, hexano; ver Figuras 3 y 5); alquenos con hidrocarburos de C_6 a C_{10} de longitud de cadena o mezclas de los mismos (por ejemplo, hexeno); y acetatos, tales como, por ejemplo, acetato de etilo o acetato butílico, y ésteres

20 de alcoholes de ácidos grasos tales como, por ejemplo, FAME, FAEE o ésteres isopropílicos de ácidos grasos. En una modalidad, el disolvente es de naturaleza hidrófoba. En otra modalidad, el disolvente es no polar o polar en la naturaleza y no es miscible con agua y glicerol. En otra modalidad, el

disolvente tiene un punto de ebullición más bajo y un menor calor de vaporización que el agua. En aún otra modalidad, el disolvente tiene un punto de ebullición más alto que las impurezas orgánicas oleosas que se encuentran en el glicerol en bruto. En otra modalidad, el disolvente tiene una densidad que es menor que el glicerol. La eficacia de la extracción de cualquiera de los disolventes hidrófobos se puede mejorar por la presencia de aproximadamente 6 por ciento a aproximadamente 10 por ciento de agua en el glicerol en bruto. La mayoría de las impurezas y contaminantes solubles en aceite que se presentan en el glicerol en bruto se eliminan del glicerol a través de la extracción con disolvente, independientemente de los puntos de ebullición de los diversos contaminantes.

Una modalidad de la presente invención se muestra en la Figura 2, que proporciona un procedimiento para la purificación de glicerol en bruto, en donde la eliminación de impurezas y contaminantes solubles en aceite se lleva a cabo a través de una extracción líquido-líquido con disolvente hidrófobo, con el fin de producir glicerol desaceitado (DO). En una modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados abarca glicerol DO. La cantidad de disolvente usada depende de la cantidad de impurezas solubles en aceite que están presentes en el glicerol en bruto. Si el

desaceitado se lleva a cabo en una instalación de biodiesel, TAG puede ser uno de los disolventes, porque el TAG usado se puede volver a utilizar como alimento para biodiesel después de que la extracción de desaceitado se ha completado (véase

5 Figuras 2 y 4). El TAG usado contiene TAG e impurezas orgánicas solubles en TAG. Esto genera menos residuos durante el procedimiento de purificación del glicerol. En una modalidad, aproximadamente el 5 por ciento a aproximadamente

20 por ciento de TAG (por ejemplo, aceite vegetal refinado

10 tales como aceite de maíz) puede ser utilizado para preparar glicerol D0. En otra modalidad, la extracción de disolvente se puede llevar a cabo a aproximadamente 20 a 95 °C. En otra

modalidad, la extracción de disolvente se puede llevar a cabo a aproximadamente 20 a 95 °C y más preferiblemente a

15 aproximadamente 40 a 80 °C desde aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos bajo mezcla vigorosa. En otra modalidad, la extracción de disolvente se puede llevar a cabo

a aproximadamente 55 a 65 °C. En otra modalidad, la extracción de disolvente se puede llevar a cabo a

20 aproximadamente 55 a 65 °C desde aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos bajo mezcla vigorosa. En otra modalidad, la extracción de disolvente se puede llevar a cabo

a aproximadamente 60 °C. En otra modalidad, la extracción de

disolvente se puede llevar a cabo a aproximadamente 60 °C desde aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos bajo mezcla vigorosa. En otra modalidad, la extracción con disolvente es seguida por decantación por gravedad, la separación de hidrociclón, y/o separación por centrifuga líquido-líquido de baja velocidad.

Si el desaceitado se lleva a cabo en instalaciones de mando a distancia o una instalación no relacionada con el biodiesel, o si se desea el uso de un disolvente distinto para los propósitos de aumentar la pureza del glicerol en bruto que contiene bajos niveles de impurezas orgánicas polares, otro disolvente hidrófobo disponible para su uso es un alcano. En una modalidad, el disolvente hidrófobo es un acetato tal como acetato butílico. En otra modalidad, como se muestra en la Figura 3, un disolvente hidrófobo útil es hexano. El hexano tiene un punto de ebullición de 69 °C, 145 BTU/lb de calor de vaporización (ΔH_v), y 0.53 btu/lb °C de capacidad calorífica (C_p). En una modalidad, aproximadamente el 5 por ciento a aproximadamente 20 por ciento de hexano se puede utilizar para preparar glicerol D0. La cantidad de hexano necesaria para la extracción depende de la cantidad de impurezas solubles en aceite (por ejemplo, impurezas polares y/o no polares solubles en aceite) que están presentes en el glicerol en bruto. Impurezas solubles en aceite que han sido

extraídas se pueden eliminar por evaporación flash del disolvente hidrofóbico como un fondo del evaporador. Por ejemplo, cuando se utiliza un 5 por ciento de hexano al desaceitar el glicerol en bruto, a continuación, la

- 5 recuperación de hexano a través de evaporación flash requiere aproximadamente 22000 btu/mt de glicerol en bruto. En ese mismo sentido, cuando se utiliza un 10 por ciento de hexano para desaceitar el glicerol en bruto, entonces la recuperación de hexano a través de evaporación flash requiere
- 10 aproximadamente 44000 btu/mt de glicerol en bruto.

La densidad del hexano, aceite vegetal y glicerol son 0.659 g/mL, 0.88 g/mL y 1.26 g/mL, respectivamente. Cuando el disolvente hidrófobo se combina con glicerol con el fin de eliminar las impurezas y contaminantes solubles en aceite, la

15 mezcla resultante se separa en una fase de glicerol D₀ y una fase de hexano/contaminantes por la baja fuerza g de separación por gravedad. El disolvente hexano se recupera entonces de una corriente de hexano/contaminante por evaporación flash. En una modalidad, se utiliza una

20 separación por gravedad con baja fuerza g para separar la parte de disolvente hidrófobo que contiene impurezas orgánicas solubles en aceite y los contaminantes de la parte de glicerol en bruto. Debido a la gran diferencia de densidad entre la parte de disolvente (que contiene las impurezas y

contaminantes) y la parte de glicerol, una fuerza G baja es suficiente para separar eficazmente las dos partes. En una modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo de aproximadamente 10 a aproximadamente 1000 fuerzas g. En otra

5 modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo a aproximadamente 25 fuerzas g. En aún otra modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo a aproximadamente 20 fuerzas g (por ejemplo, a través de un hidrociclón). En algunas modalidades, una decantación por gravedad, un

10 hidrociclón, y/o un separador de centrífuga líquido-líquido de baja velocidad (por ejemplo, CINC L-L separador) pueden ser utilizados para este tipo de separación. Después de la separación por densidad, el disolvente hidrófobo se recupera por evaporación flash. El disolvente recuperado se recicla a

15 continuación para su reutilización. Las impurezas y los contaminantes orgánicos solubles en aceite se pueden utilizar como combustible de la caldera. Este paso genera pocos o ningún producto de desecho.

20

II. Glicerol desaceitado y deshidratado

En varias modalidades de la divulgación, como se muestra en la Figuras 1A-1B y 2-5, la etapa de deshidratación sigue inmediatamente de la etapa de desaceitado. En otras modalidades, sin embargo, la etapa de deshidratación puede

ser realizada como la etapa inicial. La deshidratación puede ocurrir ya sea como la primer etapa, segunda etapa o etapa final en el procedimiento como se muestra en las Figuras 1A y 1B.

5 El glicerol DO producido anteriormente (supra) todavía puede contener un poco de agua. En una modalidad, contiene aproximadamente 6 por ciento a aproximadamente 10 por ciento de agua. Glicerol DO puede ser deshidratado a través de secado de humedad (por ejemplo, evaporación) con el fin de

10 producir glicerol desaceitado y deshidratado (DOW). En una modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados abarca glicerol DOW. En otra modalidad, el glicerol DO se deshidrata en aproximadamente 60 °C a aproximadamente 130 °C. En otra modalidad, el glicerol DO se deshidrata en

15 aproximadamente 90 °C y aproximadamente 20 °C a aproximadamente 60 torr (0.078 atm) resultando en menos de aproximadamente 0.5 por ciento de contenido de humedad. En una modalidad, el glicerol DO se deshidrata en

20 aproximadamente 90 °C y aproximadamente 60 torr (0.078 atm) resultando en menos de aproximadamente 0.5 por ciento de contenido humedad. En otra modalidad, glicerol DO se deshidrata a aproximadamente 110 °C y aproximadamente 60 torr (0.078 atm) resultando en menos de aproximadamente 0.5 por

ciento de contenido de humedad. En todavía otra modalidad, glicerol DO se deshidrata a aproximadamente 130 °C y aproximadamente 60 torr (0.078 atm) resultando en menos de aproximadamente 0.5 por ciento de contenido de humedad.

5 Durante la deshidratación del glicerol DO, mostrada como la etapa de secado de la humedad en las Figuras 2-5, impurezas que tienen un punto de ebullición bajo, así como trazas de metanol se eliminan. Cualquier evaporador de agua se puede utilizar en la presente invención como equipo para secar la

10 humedad, en donde las condiciones de secado de humedad óptimas se determinan siguiendo las sugerencias del fabricante (por ejemplo, ASPEN modeling). El agua evaporada se enfría y captura como agua de condensación. El agua condensada contiene metanol y una pequeña cantidad de

15 disolvente hidrófobo. El disolvente hidrófobo, el cual no es miscible en agua, se recupera por decantación por gravedad. El agua residual que contiene metanol en la capa del fondo del decantador es de aproximadamente 6% a aproximadamente 10% de glicerol en bruto.

20

III. Glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado

En diversas modalidades de la divulgación, como se muestra en las Figuras 1A-1B y 2-5, la etapa de desalinización es la operación final del procedimiento

realizado en la producción de los productos - el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados o el glicerol grado de fermentación. En otras modalidades, sin embargo, la etapa de deshidratación se puede realizar como la etapa inicial o después de la etapa inicial en el procedimiento. La desalinización puede ocurrir ya sea como la primer etapa, segunda etapa o etapa final en el procedimiento como se muestra en las Figuras 1A y 1B.

El glicerol DOW producido anteriormente (supra) contiene aproximadamente 88 por ciento a aproximadamente 91 por ciento de glicerol, aproximadamente 0.5 por ciento de agua, y aproximadamente 7 por ciento a aproximadamente 9 por ciento de sal (por ejemplo, NaCl) y cantidades traza de oligoelementos orgánicos. Después de desaceitar y deshidratar el glicerol en bruto, la desalinización del glicerol DOW puede llevarse a cabo de dos maneras diferentes que son intercambiables, incluyendo la desalinización del glicerol DOW a través de un disolvente polar (por ejemplo, a través de alcoholes tales como IPA o butanol; o a través de fenoles) (también se muestra en las Figuras 2 y 3); o evaporación parcial opcional del glicerol DOW seguido de desalinización del fondo de la evaporación a través de un disolvente polar (por ejemplo, a través de alcoholes tales como IPA o butanol; o a través de fenoles) con el fin de producir glicerol

desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) (que se muestra en Las Figuras 4 y 5). Por lo tanto, la segunda forma contempla una etapa de procedimiento híbrido para el glicerol desalinizado. En una modalidad, el glicerol proveniente de

5 residuos parcialmente refinados abarca glicerol DOWS.

Más específicamente, la primera forma de desalinización incluye (1) precipitar con disolvente polar la sal del glicerol DOW, (2) separar por densidad la sal a una fuerza g baja y (3) evaporación flash del disolvente polar desde la

10 mezcla de disolvente polar-glicerol y desde la mezcla de sal disolvente. El segundo modo de desalinización incluye (1) evaporar parcialmente el glicerol DOW, (2) precipitar el disolvente polar del fondo de la evaporación, (3) separar por densidad la sal a una fuerza g baja y (4) evaporación flash

15 del disolvente polar de la mezcla de disolvente polar-glicerol y de la mezcla de sal disolvente. Los disolventes polares que se pueden utilizar son, por ejemplo, alcoholes tales como IPA o butanol, y fenoles. Las Figuras 4 y 5 proporcionan un diagrama de flujo de bloques que muestran

20 modalidades diferentes, en donde se utiliza la etapa de procedimiento híbrido para desalinización del glicerol DOW.

En el primer método, como se muestra en las Figuras 2 y 3, se añade el glicerol DOW al disolvente polar que actúa como un disolvente para precipitar la sal sobresaturada de la

mezcla de disolvente polar-glicerol resultante. Esto se lleva a cabo a una temperatura que varía de aproximadamente 20 a aproximadamente 100 °C, y más particularmente a una temperatura que varía de aproximadamente 40 a aproximadamente 80 °C. En otra modalidad, la temperatura varía de aproximadamente 50 a aproximadamente 70 °C. En una modalidad, se añade el glicerol DOW al disolvente polar que actúa como un disolvente, para precipitar la sal sobresaturada de la mezcla de disolvente polar-glicerol resultante a 60 °C. En otra, el disolvente polar es IPA. En otra modalidad, el disolvente polar es butanol. En aún otra modalidad, el disolvente polar es un fenol. En una modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo a aproximadamente 10 a aproximadamente 50 fuerzas g. En otra modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo a aproximadamente 25 fuerzas g. En aún otra modalidad, la separación por densidad se lleva a cabo a aproximadamente 20 fuerzas g. En algunas modalidades, una decantación por gravedad, o un hidrociclón pueden ser utilizados para este tipo de separación, con la fase ligera que contiene el glicerol y la fase pesada que contiene sal precipitada. En una modalidad, la solución de disolvente polar-glicerol saturada con sal (fase ligera) es entonces flash evaporada a aproximadamente 80 °C y

aproximadamente 60 torr (0.078 atm) para recuperar el disolvente polar. En otra modalidad, la solución de disolvente polar-glicerol saturada con sal es flash evaporada a aproximadamente 90 a aproximadamente 100 °C y a presión ambiente para recuperar el disolvente polar.

Una modalidad implica las etapas iniciales del procedimiento de desaceitado seguido de desalinización. Otra modalidad implica las etapas iniciales del procedimiento de desalinización y desaceitado. En cualquiera de estas modalidades, no es necesario llevar a cabo una etapa de deshidratación separada. Esto ocurre como resultado de la necesidad de separar el disolvente polar tal como IPA que opera para precipitar la sal de la mezcla. El procedimiento de separación del disolvente polar de la mezcla después de la precipitación de sal utiliza calor en o por encima del punto de ebullición del disolvente polar, por ejemplo 80 °C, y presión alterada, por ejemplo, 60 torr (0.078 atm), para hervir de manera efectiva el disolvente. En suma, la temperatura efectiva se puede alterar por medio de la alteración de la presión a la que se produce la vaporización. En aquellas modalidades, como se muestra en la Figura 1B, donde la etapa de deshidratación no se lleva a cabo antes de la etapa de desalinización, el procedimiento de eliminación del disolvente por destilación en donde se aplica calor para

vaporizar el disolvente el cual también opera para vaporizar el agua en el glicerol, de esta forma elimina eficazmente el agua de la corriente del producto. Con el fin de reutilizar el disolvente, sin embargo, una etapa adicional es necesaria para separar el agua de la corriente de disolvente recuperado por medio de condensación de la mezcla vaporizada desde el glicerol.

La fase inferior del evaporador resultante es glicerol DOW reducido en sal. Como se señaló anteriormente, el glicerol con sal reducida que también se desaceitó y deshidrató se le conoce como Glicerol DOWS (es decir, glicerol desaceitado, deshidratado/secado, y desalinizado). El contenido de sal en el glicerol DOWS depende de la relación de disolvente polar a glicerol (supra). Por lo tanto, el contenido de sal del glicerol DOWS puede ser adaptado y afinado según sea necesario.

En el segundo método, como se muestra en las Figuras 4 y 5, el glicerol DOWS es producido sometiendo aproximadamente el 75 por ciento del glicerol DOW (como un destilado de glicerol) a la evaporación, y luego recuperar el restante aproximadamente 25 por ciento de glicerol en el fondo de descarga de la evaporación (que luego se desalinizó más precipitándolo a través de un disolvente polar como se muestra en el primer método, supra). Este es un procedimiento

híbrido y el glicerol evaporado es generalmente libre de la sal. El contenido de sal en la composición de polar-disolvente-glicerol desalinizado entonces se puede adaptar mediante la aplicación de la relación apropiada de glicerol a

5 IPA con el fin de producir un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados o glicerol grado de fermentación como un producto final. El destilado de glicerol es un material evaporado que contiene en mayormente glicerol, aproximadamente 0.5 por ciento de agua, y algunos niveles de

10 trazas de materiales orgánicos.

Los dos pasos de desalinización intercambiables (es decir, con o sin evaporación parcial de glicerol) proporcionan la base para los dos procedimientos diferentes.

Ambos procedimientos incluyen (1) desaceitado, (2)

15 deshidratación y (3) etapas de desalinización en cualquier orden. Ya que impurezas orgánicas solubles terminan en el aceite residual en el fondo de la evaporación después del desaceitado, cualquier impureza orgánica soluble en aceite que permanece en el extremo de los dos procedimientos son las

20 mismas. La pérdida de rendimiento de glicerol empleando cualquiera de las dos etapas de desalinización intercambiables es de menos de 1%. La pérdida de rendimiento es baja debido a que cualquier glicerol residual que se deja con el disolvente polar, el cual está contenido en la matriz

de la sal después de la precipitación con disolvente polar, se puede recuperar después por medio de un lavado con disolvente polar. Cualquier disolvente polar residual en la fase de sal puede ser recuperado a través desolventización y reutilizarse. Esta etapa genera pocos o ningún producto de desecho.

La etapa de desalinización o de remoción de sal se puede utilizar para recolectar la sal eliminada como un producto subproducto útil que es casi libre de impurezas orgánicas y glicerol. La sal eliminada puede ser reutilizada en otros procedimientos. Por ejemplo, la sal se puede recoger para su uso en procedimientos industriales o para el uso de los productos industriales. Como tal, diversas sales están contempladas en este documento, incluyendo NaCl, KCl, Na₂SO₄, K₂SO₄, y otras (véase, por ejemplo, la Tabla 1B a continuación). En una modalidad, NaCl se recoge para su uso en la alimentación animal, ablandamiento de agua, deshielo, y otros. En otra modalidad, KCl o K₂SO₄ son recolectados para su uso como fertilizantes en la agricultura.

**Tabla 1B: Ejemplos de sal que se produce como subproducto
después de que De la salazón**

	Catalizador básico homogéneo	Ácidos neutralizados	Sales
5		ácido clorhídrico (HCl) , ácido sulfúrico (H ₂ SO ₄) , ácido fosfórico (H ₃ PO ₄) , ácido nítrico (HNO ₃)	cloruro de sodio (NaCl) , sulfato de sodio (Na ₂ SO ₄) , fosfato de sodio (Na ₃ PO ₄) , nitrato de sodio (NaNO ₃)
10	óxido de sodio (Na ₂ O) , hidróxido de sodio (NaOH) , metóxido de sodio (NaOCH ₃) , etóxido de sodio (NaOC ₂ H ₅)	ácido acético (C ₂ H ₄ O ₂) , ácido carbónico (H ₂ CO ₃) , ácido fórmico (CH ₂ O ₂) , ácido láctico (C ₃ H ₆ O ₃) , ácido glucónico (C ₆ H ₁₂ O ₇) , ácido cítrico (C ₆ H ₈ O ₇) , ácido metanosulfónico (CH ₄ O ₃ S)	acetato de sodio (C ₂ H ₃ NaO ₂) , carbonato de sodio (Na ₂ CO ₃) , formiato sódico (HCOONa) , lactato de sodio (C ₃ H ₅ NaO ₃) , gluconato de sodio (C ₆ H ₁₁ NaO ₇) , citrato de sodio (C ₆ H ₅ Na ₃ O ₇) , metanosulfonato de sodio (CH ₃ NaO ₃ S)
15		ácido bórico (H ₃ BO ₃)	borato de sodio (Na ₂ B ₄ O ₇)
20			

5 óxido de potasio (K₂O) , hidróxido de potasio (KOH) , metóxido de potasio (KOCH₃) , etóxido de potasio (KOC₂CH₅)	ácido clorhídrico (HCl) , ácido sulfúrico (H₂SO₄) , ácido fosfórico (H₃PO₄) , ácido nítrico (HNO₃) ácido acético (C₂H₄O₂) , ácido carbónico (H₂CO₃) , ácido fórmico (CH₂O₂) , ácido láctico (C₃H₆O₃) , ácido glucónico (C₆H₁₂O₇) , ácido cítrico (C₆H₈O₇) , ácido metanosulfónico (CH₄O₃S) ácido bórico (H₃BO₃)	cloruro de potasio (KCl) , sulfato de potasio (K₂SO₄) , fosfato de potasio (K₃PO₄) , nitrato de potasio (KNO₃) acetato de potasio (CH₃CO₂K) , carbonato de potasio (K₂CO₃) , formiato de potasio (CHKO₂) , lactato de potasio (C₃H₅KO₃) , gluconato de potasio (C₆H₁₁KO₇) , citrato de potasio (C₆H₅K₃O₇) , metanosulfonato de potasio (CH₃KO₃S) borato de potasio (K₂B₄O₇)
20 guanidina (CH₅N₃)	ácido clorhídrico (HCl) , ácido sulfúrico (H₂SO₄) , ácido fosfórico (H₃PO₄) , ácido acético (C₂H₄O₂) , ácido carbónico (H₂CO₃) ,	hidrocloruro de guanidina (CH₅N₃ · HCl) , sulfato de guanidina (2 (CH₅N₃) · H₂SO₄) , fosfato de guanidina (2 (CH₅N₃) · H₃PO₄) , acetato de guanidina (CH₅N₃ · C₂H₄O₂) , carbonato de guanidina (CH₅N₃ · H₂CO₃) ,

	ácido cítrico $(C_6H_8O_7)$, ácido metanosulfónico (CH_4O_3S)	citrato de guanidina $(CH_5N_3 \cdot C_6H_8O_7)$, metanosulfonato de guanidina $(CH_5N_3 \cdot CH_4O_3S)$
--	---	---

5 **Usos de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados**

La presente invención proporciona glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, incluyendo glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que contiene sal, que puede ser empleado en aplicaciones industriales. El contenido de sal del glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede adaptar a varios usos. En una modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados sin contenido de sal se puede utilizar en diversas aplicaciones industriales. En otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados con un contenido de sal específico en el intervalo de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 8.2 por ciento se puede utilizar en diversas aplicaciones industriales. En otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados con un contenido de sal específico en el intervalo de aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 3.5 por ciento se puede utilizar como glicerol grado de fermentación en fermentaciones que emplean

- huéspedes microbianos con una tolerancia a la sal más alto (por ejemplo, organismos marinos). En otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados con un contenido de sal específico en el intervalo de
- 5** aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2 por ciento se puede utilizar como glicerol grado de fermentación en fermentaciones que emplean huéspedes microbianos con una tolerancia a la sal más baja (por ejemplo, E. coli). En aún otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos
- 10** parcialmente refinados con un contenido de sal específico en el intervalo de aproximadamente 0.05 por ciento a menos de aproximadamente 8.2 por ciento se puede utilizar como glicerol grado de fermentación en fermentaciones que emplean huéspedes microbianos con una tolerancia a la sal más alta.
- 15** En aún otra modalidad, un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados con un contenido de sal específico en el intervalo de aproximadamente 0.05 por ciento a menos de aproximadamente 8.2 por ciento se puede utilizar como glicerol grado de fermentación en fermentaciones que emplean
- 20** huéspedes microbianos (por ejemplo, E. coli) que han sido alterados de tal manera que pueden tolerar una concentración de sal mayor que sus contrapartes nativas.

En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados puede ser utilizado como un

humectante, emulsionante y plastificante, y es compatible con una amplia variedad de materiales y mezclas. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar como un adhesivo tal como con propiedades plastificante y de penetración. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar para la agricultura tal como para atomizadores, desinfectantes y lavadores. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar como anticongelante verde o refrigerante de automóviles. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados puede ser utilizado como un limpiador o pulidor tal como en el mercado del hogar, oficina y automóvil. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar para tratar o alterar materiales como el cuero (por ejemplo, curtido y acabado) y textiles (por ejemplo, facilitar la impresión y el teñido; lubricante y gran capacidad; tratamientos antistáticos, anticontracción, y antiarrugas; a prueba de agua, a prueba de llama). En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se utiliza para procesar metales, tales como decapado, enfriamiento rápido, extracción, galvanoplastia, galvanizado, y la soldadura. En aún otra modalidad, el glicerol proveniente de

residuos parcialmente refinados se puede utilizar para el tratamiento de papel, tales como actuando como un humectante, un plastificante, agente de ablandamiento, y agente de barrera (por ejemplo, contra la grasa y los disolventes). En

5 otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar en la fotografía como agente humectante y plastificante. En otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar como resina, incluyendo gomas de éster,
10 poliuretanos, y epoxis. En aún otra modalidad, el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados se puede utilizar en los detergentes.

EJEMPLOS

15 Los siguientes ejemplos ilustran adicionalmente la divulgación, pero no se deben interpretar de ninguna manera como limitantes de su alcance.

A fin de utilizar el glicerol en bruto que se deriva de la producción de biodiesel y otros procedimientos de
20 desdoblamiento de la grasa, debe ser un desaceitado, deshidratado y desalinizado rentable con el fin de producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados que sea adecuado para muchas aplicaciones industriales. Los ejemplos siguientes describen el procedimiento que se ha

desarrollado con el fin de producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados. Los ejemplos también muestran cómo se hizo glicerol que contiene sal.

5 Ejemplo 1: Procedimiento de producción de glicerol desaceitado (D0) utilizando aceite vegetal como disolvente hidrófobo

Glicerol en bruto (véase la Tabla 2, infra) fue desaceitado a través de una extracción líquido-líquido de impurezas solubles en aceite utilizando triacilgliceridos (TAG) como disolvente. Aceite vegetal (aceite de maíz) se probó como disolvente hidrófobo ya que es abundante en muchas instalaciones de biodiesel. Esta separación se basa en la gran diferencia de densidad entre el disolvente hidrófobo (0.88 g/mL de aceite de maíz) y glicerol (1.26 g/mL) a una viscosidad de glicerol reducida (81.3 cp a 60 °C). El aceite de maíz se combinó con el glicero en bruto (5:95 v/v) en un tanque mezclador, y se mezcló completamente a 60 °C durante 5 minutos. La mezcla de glicerol en bruto-aceite de maíz resultante se separa en una fase de aceite y una fase de glicerol desaceitado por centrifugación a 20 fuerzas g con una centrífuga de bandeja durante 5 minutos a 40 °C. Esta fuerza-g fue elegida porque es similar a lo que puede lograrse mediante un hidrociclón. Un separador de centrífuga

líquido-líquido de baja velocidad (CINC L-L) que tiene aproximadamente 1000 fuerzas g puede proporcionar una separación similar o eficaz. Como se muestra en la Tabla 2 a continuación, las impurezas orgánicas se redujeron significativamente en el glicerol DO resultante (de 394 ppm a 192 ppm).

Tabla 2: Características de las etapas de glicerol mientras se compara glicerol en bruto con glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados (Glicerol DO, DOW, DOWS)

	Unidad	Glicerol en bruto	Glicerol DO	Glicerol DOW	Glicerol 2-DOWS
Procedimiento de Refinación del glicerol		Ninguno	Desaceitado	Desaceitado y Deshidratado	Desaceitado, Deshidratado y Desalinizado
Contenido de glicerol	%	81.99	82.0	92.66	97.94
NaCl	%	6.42	6.42	7.25	2.0
Agua	%	11.56	11.56	0.07	0.12
Impurezas orgánicas	ppm	342	192	222	222

Ejemplo 2: Procedimiento de producción de glicerol desaceitado (DO) utilizando Hexano como disolvente hidrofóbico

Hexano se puede utilizar como un disolvente hidrófobo alternativo para el desaceitado de glicerol en bruto como se muestra en el Ejemplo 1. El hexano tiene un punto de ebullición de 69 °C, 145 BTU/lb de calor de vaporización

(ΔH_v), y 0.53 btu/lb °C de capacidad calorífica (C_p). El desaceitado se logra a través de una extracción líquido-líquido con disolvente hidrófobo, usando un bajo volumen de hexano y una unidad de evaporación flash. El hexano se mezcla completamente con el glicerol en bruto a 5:95 - 20:80 (v/v) a temperatura ambiente durante 5-30 minutos. La mezcla resultante se separa en una fase ligera orgánica y una fase pesada de glicerol utilizando un hidrociclón o un separador de centrífuga líquido-líquido de baja velocidad. El hexano es recuperado de las impurezas orgánicas extraídas por evaporación flash y reciclado. El fondo del evaporador que contiene las impurezas orgánicas puede ser utilizado como combustible para la recuperar valor y reducir residuos. El glicerol DO se espera que tenga una disminución de impurezas orgánicas similares o mejores que la que se consigue utilizando aceite vegetal.

Ejemplo 3: Procedimiento de producción de glicerol desaceitado y deshidratado (DOW) por medio de deshidratar el glicerol DO

El glicerol DO (del Ejemplo 1) contenía aproximadamente 12% de agua. Con el fin de eliminar esta agua, un procedimiento de secado de humedad se llevó a cabo a 100 °C y 60 torr (0.078 atm), utilizando un evaporador de vidrio a

escala de laboratorio. Como se muestra en la Tabla 2 (supra), el glicerol desaceitado y deshidratado (DOW) resultante contenía menos de 0.5% de contenido de humedad (agua). Si bien no se ha determinado, se espera que niveles de trazas de metanol y especies de bajo punto de ebullición se reduzca junto con el agua del glicerol durante el procedimiento de deshidratación. El glicerol DOW todavía contenía aproximadamente 7.25% de sal.

10 Ejemplo 4: Procedimiento de producción de glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) por medio de desalinización del glicerol DOW a través de precipitación con IPA

15 Como se muestra en la Tabla 2 (supra), el glicerol DOW contenía 7.25% de NaCl. Con el fin de disminuir la concentración de NaCl, la desalinización se llevó a cabo por precipitación de isopropanol (IPA) y separación por densidad. El IPA se mezcló completamente con Glicerol DOW en un tanque de mezcla a 3.2:1 IPA:glicerol DOW (peso/peso) a 60 °C

20 durante 30 minutos, y la mezcla sobre saturada de sal resultante se aglomeró durante 30 minutos a 60 °C. Esta temperatura (60 °C) se selecciona porque permite la precipitación casi completa de sal a una temperatura 22.3 °C por debajo de la temperatura de ebullición del IPA, mientras

que apoya una viscosidad favorable de la mezcla resultante para una rápida sedimentación de NaCl cristalizado, incluyendo cristales finos. Los sólidos se retiraron luego por separación por densidad, utilizando una centrífuga de

5 bandeja a 20 fuerza g durante 5 minutos a 40 °C. La mezcla líquida de glicerol-IPA se decantó y el IPA se eliminó por evaporación a 80 °C y 60 torr (0.078 atm). Como se muestra en la Tabla 2 (supra), el glicerol desaceitado, deshidratado, y se desalinizó (DOWS) resultante contenía significativamente

10 menos NaCl (1.94%) que el Glicerol DOW (7.25%). La muestra en la Tabla 2 se refiere a glicerol 2-DOWS (es decir, glicerol que contiene aproximadamente 2% de sal), en donde el 1.94 se refiere a la concentración (peso/peso) de NaCl en el glicerol DOWS.

15

Ejemplo 5: Procedimiento de producción de glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) por medio de desalinización del glicerol DOW por medio de la precipitación con IPA y evaporación parcial de glicerol

20

Una forma alternativa para disminuir la concentración de sal del glicerol DOW por medio de la precipitación con IPA es evaporar la mayor parte del glicerol en glicerol DOW, y a continuación, eliminar la sal que queda en el fondo de la evaporación por medio de precipitación con IPA, como se

muestra en el Ejemplo 4. De este modo un volumen más pequeño de IPA se necesita ser utilizado en la precipitación, una sal libre de glicerol se puede recuperar por evaporación, y el contenido de sal del glicerol proveniente de residuos

5 parcialmente refinados final se puede ajustar mediante mezcla adecuada de glicerol evaporado con Glicerol DOW precipitado con IPA. El glicerol DOW se trató primero a una temperatura de vapor de 152.3 °C a 5 torr (0.0065 atm) hasta que se evaporó el 75% del glicerol. Como se muestra en la Tabla 3

10 debajo, el glicerol evaporado (glicerol 0-DOWS) (es decir, Glicerol DOWS que contiene aproximadamente 0% de sal) fue significativamente purificado y contenía sólo 0.023% de NaCl. El fondo de la evaporación de glicerol sobresaturado con sal se mezcla completamente con IPA a 5.7:1 IPA:fondo de la

15 evaporación del glicerol DOW (peso/peso) en un tanque de mezcla a 60 °C durante 5 minutos, y la mezcla resultante se aglomeró durante 30 minutos a 60 °C. Los sólidos se eliminaron por separación por densidad en una centrífuga de bandeja mediante la aplicación de 20 fuerzas g durante 5

20 minutos a 40 °C. El líquido sobrenadante de glicerol IPA se decantó y el IPA se recuperó por evaporación flash (supra). Como se muestra en la Tabla 3 a continuación (infra), el glicerol resultante en el fondo de la evaporación contenía 0.97% (peso/peso) de NaCl, y a esta muestra se refiere como

glicerol 1-DOWS (es decir, glicerol DOWS que contiene 1% de sal).

Tabla 3: Producción de éster metílico de ácidos grasos (FAME)

5 con composiciones de glicerol DOWS como materia prima

	Unidades	Grado USP	0-DOWS	0.1-DOWS	0.5-DOWS	1-DOWS
10	Alimentación de glicerol					
	Contenido de glicerol	%	99.5	99.5	99.7	99.2
	NaCl	%	N/A	0.023	0.1	0.5
	Orgánicos	ppm	N/A	60	110	240
	Agua	%	0.5	0.46	0.21	0.29
	metanol	%	N/A	N/A	N/A	N/A
15	Fermentación					
	Rendimiento de la fermentación	%	24.2	20.4	22.5	22.2
	Productividad de la fermentación	g//hr	1.33	1.08	1.20	1.16
	Titulación de la fermentación	g/kg	95.4	77.2	86.2	83.4
20	Recolección					
	Rendimiento de la centrifugación	%	54.2	43.2	69.2	60.3
	FAME en bruto					
	No. ácido	mg KOH/g	3.49	4.63	4.46	4.18
	Carbonilo	ppm	3026	2794	2079	2377
	Humedad	%	2.23	2.01	2.23	2.43

Ejemplo 6: Procedimiento de desalinización del glicerol en bruto

Con el fin de evaluar la calidad de glicerol en bruto desalinizado que no fue desaceitado, el glicerol en bruto se desalinizó directamente por precipitación con IPA como se muestra en el Ejemplo 3. Como se muestra en la Tabla 4 debajo, el glicerol desalinizado (DS) resultante contenía 2% (peso/peso) de NaCl (ver 2-DS).

Tabla 4: Comparación de fermentación para la producción de FAME

	Unidad	Glicerol USP	Glicerol en bruto	Glicerol DO	2-DS	2-DOWS
Alimentación de glicerol						
Glicerol	%	99.5	82.0	92.66	96.97	97.92
Orgánicos solubles en aceite	ppm	0	533	191	570	222
Sal (NaCl)	%	0	6.4	7.25	2.0	2.0
Agua	%	0.5	11.56	0.07	1.03	0.12
Fermentación						
Tiempo de fermentación	hora	72	48	72	72	72
Rendimiento	%	21.9	16.4	19.8	19.2	19.5
Productividad	g/l/hr	1.158	0.478	0.519	0.873	0.938
Titulación	g/kg	83.7	35.9	44.0	62.9	67.5

Ejemplo 7: Procedimiento para la preparación de una composición DOWS en la que fue ajustada la sal con NaCl por medio de mezclar diferentes muestras de glicerol refinado

Debido a que existen diferentes aplicaciones para el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados, puede ser benéfico el tener diferentes concentraciones de sal. Se hicieron varias composiciones de glicerol DOWS con un contenido de NaCl de 0 a 7.25%. Estas composiciones se prepararon mediante el control de la relación de IPA a glicerol en la etapa de precipitación con IPA. El IPA se mezcló completamente con el glicerol DOW a relaciones variables, y las muestras se procesaron tal como se describe en el Ejemplo 3 (supra). Como se muestra en la Figura 6, relaciones más bajas, dan como resultado concentraciones de sal más altas, mientras que relaciones más altas, resultan en concentraciones de sal inferiores.

Ejemplo 8: Procedimiento para la preparación de una composición DOWS en la que fue ajustada la sal con NaCl por medio del control de la proporción de IPA a glicerol en el procedimiento de precipitación con IPA

Ya que diferentes aplicaciones de glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados pueden beneficiarse de diferentes concentraciones de sal en el glicerol,

composiciones de glicerol DOWS que contienen NaCl que varían de 0 a 1%, se prepararon mezclando el glicerol evaporado (0-DOWS) con 1-DOWS. Varias muestras se prepararon mediante el uso de este método, como se muestra en la Tabla 5 (infra).

5

Tabla 5: Ejemplos de composiciones de glicerol con sal ajustada

10

	0-DOWS sin sal	0.1- DOWS 0.1% de sal	0.5- DOWS 0.5% de sal	1-DOWS 1.0% de sal
% de NaCl en glicerol DOWS	0.023%	0.1%	0.5%	0.97
Relación de mezcla (DOWS sin sal:DOWS 1.0% de sal)	1:0	9:1	1:1	0:1

15

Ejemplo 9: Prueba de diversas formas de glicerol en una fermentación de FAMA

20

Este ejemplo compara el uso de glicerol en bruto, glicerol DO, glicerol 2-DS (desalinizado a 2% de sal), glicerol 2-DOWS (que contiene 2% de sal), y glicerol USP, como única fuente de carbono en la fermentación, utilizando un organismo que no tolera bien el glicerol en bruto. Como ejemplo representativo, la fermentación escogida fue una para producir ésteres metílicos de ácidos grasos (FAME) utilizando un biocatalizador E. coli modificado. Cada muestra se preparó como se ha descrito anteriormente, y las especificaciones de

cada muestra de glicerol y cómo se desempeñaron como una fuente de carbono en las fermentaciones se muestra en la Tabla 4 (supra). Estos datos demuestran que la refinación parcial del glicerol en bruto usando los métodos descritos en la presente invención mejorar significativamente su capacidad para apoyar la fermentación eficiente. En particular, tanto la disminución de impurezas orgánicas y sal aumentan el rendimiento de fermentación en comparación con glicerol en bruto.

10

Ejemplo 10: Pruebas de composiciones de glicerol DOWS con sal ajustada en una fermentación de FAME

Este ejemplo investiga la viabilidad del glicerol DOWS con sal ajustada en las fermentaciones, en donde las composiciones de glicerol DOWS contienen un contenido de sal ajustado específico e impurezas orgánicas solubles en aceite reducidas. Los gliceroles DOWS 0, 0.1, 0.5, y 1 se hicieron a partir de glicerol en bruto como se describe anteriormente, y en el Ejemplo 8, y se muestra en la Tabla 5.

15

20

En la evaluación de la fermentación, las muestras de glicerol DOWS soportaron rendimientos comparables de FAME, la productividad y titulación (YPT) y produjeron un producto de FAME similar en calidad en comparación con glicerol grado USP. Sin embargo, como se muestra en la Tabla 3 (supra), 1-

DOWS sorprendentemente supero al glicerol USP en estas fermentaciones. Estos datos sugieren que el glicerol parcialmente refinado es superior al glicerol USP como materia prima de fermentación y que DOWS con sal ajustada es una herramienta útil para la producción de materias primas de fermentación de alto rendimiento a partir de glicerol proveniente de residuos. De hecho, estos datos demuestran que las impurezas de sal en glicerol proveniente de residuos que tradicionalmente se consideran un inhibidor de la fermentación, se pueden aprovechar para mejorar la fermentación.

Ejemplo 11: Evaluación del impacto de DOWS con sal ajustada en la recuperación de FAME de los caldos de fermentación

Las impurezas en las materias primas pueden influir en la eficiencia de la recuperación del producto a partir de caldos de fermentación. Con el fin de evaluar el impacto de diferentes concentraciones de sal ajustada en DOWS en la recuperación de FAME de caldos de fermentación, el aceite se recuperó de cada fermentación descrita en el Ejemplo 10. El caldo de cada una de las fermentaciones descritas en la Tabla 3 (supra) se ha separado con una centrifugar de bandeja a 5000 fuerzas g durante 15 minutos a 40 °C, y la fase ligera

de cada muestra de aceite que contiene al FAME se recuperó por decantación. La eficiencia de recuperación de FAME del caldo se indica como el porcentaje de FAME recuperado en comparación con el FAME total en el caldo antes de la centrifugación. Como se muestra en la Tabla 3 (supra), la recuperación fue más eficiente desde el caldo de fermentación de -1DOWS seguido por los que tenían sal. La recuperación fue menos eficiente para USP y 0-DOWS. Estos datos sugieren que adaptar el nivel de impurezas que quedan en el glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados puede proporcionar un beneficio en procedimientos de fermentación y recuperación de productos, y que 1-DOWS es una buena materia prima de fermentación.

Como es evidente para un experto en la técnica, diversas modificaciones y variaciones de los aspectos y modalidades anteriores se pueden realizar sin apartarse del espíritu y alcance de esta descripción. Tales modificaciones y variaciones están dentro del alcance de esta descripción.

NOVEDAD DE LA INVENCION

Habiendo descrito la presente invención como antecede, se considera como novedad y por lo tanto, se reclama como propiedad lo contenido en las siguientes.

5

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

desaceitar usando un disolvente hidrófobo para extraer las impurezas orgánicas;

deshidratar mediante el secado a una temperatura elevada; y

desalinizar utilizando un disolvente polar para precipitar la sal.

2. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo; y

separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (D0) y una fase que contiene disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas.

5 3. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 2, caracterizado porque además comprende la etapa de secar dicho glicerol D0 para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW).

10 4. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 3, caracterizado porque además comprende las etapas de:

 someter un disolvente polar a dicho Glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y
15 glicerol DOW; y

 separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

20 5. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 4, caracterizado porque además comprende la etapa de eliminar el disolvente polar de la fase ligera para producir un glicerol DOWS purificado.

6. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 4, caracterizado porque además comprende la etapa de evaporar parcialmente el glicerol DOW antes de someterlo al disolvente polar.

5 7. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 2, caracterizado porque además comprende las etapas de:

 someter un disolvente polar a dicho glicerol D0 para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol D0, y
10 precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol D0; y

 separar la mezcla de disolvente polar y glicerol D0 en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado y desalinizado y el disolvente polar, y una fase pesada que
15 contiene la sal.

 8. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado porque además comprende la etapa de secar dicho glicerol desaceitado y desalinizado para producir un glicerol desaceitado, desalinizado y deshidratado
20 (DOWS).

 9. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 5, en donde dicho glicerol DOWS es un glicerol grado de fermentación.

10. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, en donde dicho disolvente hidrófobo se selecciona del grupo que consiste de triacilglicérido, alcano, alqueno, acetato, y éster de alcoholes de ácidos grasos.

11. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **10**, en donde dicho triacilglicérido es aceite vegetal.

12. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **10**, en donde dicho acetato es acetato butílico.

13. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **10**, en donde dicho alcano es hexano.

14. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, en donde dichas impurezas orgánicas son solubles en aceite.

15. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, en donde dicho glicerol D0 comprende menos de aproximadamente 195 ppm de impurezas orgánicas solubles en aceite.

16. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **3**, en donde dicho glicerol DOW comprende menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua.

17. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 4, en donde dicho disolvente polar es un alcohol.

5 18. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 17, en donde dicho alcohol es isopropanol o butanol.

19. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 5, en donde la eliminación del disolvente polar se realiza por evaporación flash.

10 20. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 9, en donde dicho glicerol grado de fermentación es glicerol que contiene sal.

15 21. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 20, caracterizado porque además comprende la etapa de ajustar dicho contenido de sal de dicho glicerol grado de fermentación de entre aproximadamente 0.05 a aproximadamente 8.2 por ciento de sal.

20 22. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 20, caracterizado porque además comprende la etapa de ajustar dicho contenido de sal de dicho glicerol grado de fermentación de entre aproximadamente 0.05 a aproximadamente 3.5 por ciento de sal.

23. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 20, caracterizado porque además comprende la

etapa de ajustar dicho contenido de sal de dicho glicerol grado de fermentación de entre aproximadamente 0.05 a la sal de aproximadamente 1.0 por ciento.

5 **24.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, en donde la separación se produce por al menos uno de decantación por gravedad, separación de hidrociclón, y separación centrífuga.

10 **25.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, caracterizado porque además comprende la etapa de calentar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo de entre aproximadamente 20 °C a aproximadamente 95 °C.

15 **26.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, caracterizado porque además comprende la etapa de calentar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo de entre aproximadamente 55 °C a aproximadamente 65 °C.

20 **27.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**, caracterizado porque además comprende la etapa de mezclar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo por entre aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos.

28. El procedimiento de conformidad con la reivindicación **3**, en donde el secado se produce de entre

aproximadamente 60 °C a aproximadamente 130 °C.

29. Un producto producido por el procedimiento de conformidad con la reivindicación **2**.

30. Un producto producido por el procedimiento de conformidad con la reivindicación **3**.

31. Un producto producido por el procedimiento de conformidad con la reivindicación **5**.

32. Un glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados procedente de la transformación de grasas y aceites naturales, en donde dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados comprende sal e impurezas orgánicas en reducidas comparación con un glicerol en bruto.

33. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados de conformidad con la reivindicación **32**, en donde dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados comprende un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 8.2 por ciento.

34. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados de conformidad con la reivindicación **32**, en donde dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados comprende un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 3.5 por ciento.

35. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados de conformidad con la reivindicación **32**, en donde dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados comprende un contenido de cloruro de sodio de entre
5 aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 2.0 por ciento.

36. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados de conformidad con la reivindicación **32**, en donde dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados
10 comprende un contenido de cloruro de sodio de entre aproximadamente 0.05 por ciento a aproximadamente 1.0 por ciento.

37. El glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados de conformidad con la reivindicación **32**, en donde
15 dicho glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados es un glicerol grado de fermentación.

38. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas,
20 caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

secar el glicerol en bruto para producir un glicerol deshidratado;

someter el glicerol deshidratado a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol deshidratado y

disolvente hidrófobo; y

separar la mezcla de glicerol deshidratado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW), y una fase que contiene disolvente
5 hidrófobo e impurezas orgánicas.

39. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 38, caracterizado porque además comprende las etapas de:

someter un disolvente polar a dicho glicerol DOW para
10 producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y

separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado,
15 deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

40. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas,
20 caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

secar el glicerol en bruto para producir un glicerol deshidratado;

someter un disolvente polar a dicho glicerol deshidratado para producir una mezcla de disolvente polar y

glicerol deshidratado, y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol deshidratado; y

5 separar la mezcla de disolvente polar y glicerol deshidratado en una fase ligera que contiene un glicerol deshidratado y desalinizado y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

41. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 40, caracterizado porque además comprende las etapas de:

10 someter el glicerol deshidratado y desalinizado a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol deshidratado y desalinizado y disolvente hidrófobo; y

15 separar la mezcla de glicerol deshidratado y desalinizado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS) y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas.

20 42. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

 someter un disolvente polar a glicerol en bruto para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol en bruto, y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y

glicerol en bruto; y

separar la mezcla de disolvente polar y glicerol en bruto en una fase ligera que contiene glicerol desalinizado y disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

5 **43.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **42**, caracterizado porque además comprende las etapas de:

someter el glicerol desalinizado a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol desalinizado y
10 disolvente hidrófobo; y

separar la mezcla de glicerol desalinizado y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desalinizado y desaceitado, y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas.

15 **44.** El procedimiento de conformidad con la reivindicación **43**, caracterizado porque además comprende la etapa de secar dicho glicerol desaceitado y desalinizado para producir un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS).

20 **45.** Un procedimiento refinamiento de glicerol en bruto, caracterizado porque comprende:

combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar impurezas orgánicas y producir un glicerol desaceitado (D0);

secar dicho glicerol D0 para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW); y

someter un disolvente polar a dicho glicerol DOW para precipitar sal y producir un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS).

46. Un procedimiento para producir glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados por medio del refinado de glicerol en bruto que contiene impurezas orgánicas, caracterizado porque dicho procedimiento comprende:

someter el glicerol en bruto a un disolvente hidrófobo para producir una mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo;

separar la mezcla de glicerol en bruto y disolvente hidrófobo para producir un glicerol desaceitado (D0) y una fase que contiene el disolvente hidrófobo y las impurezas orgánicas;

secar dicho glicerol D0 para producir un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW);

someter un disolvente polar a dicho glicerol DOW para producir una mezcla de disolvente polar y glicerol DOW, y precipitar una sal de la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW; y

separar la mezcla de disolvente polar y glicerol DOW en una fase ligera que contiene un glicerol desaceitado,

deshidratado y desalinizado (DOWS) y el disolvente polar, y una fase pesada que contiene la sal.

47. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 46, en donde dicho glicerol DOWS es un glicerol grado de fermentación.

48. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 46, en donde dicho glicerol DOW comprende menos de aproximadamente 0.5 por ciento de agua.

49. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 46, caracterizado porque además comprende evaporar parcialmente el glicerol DOW antes de someterlo al disolvente polar.

50. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 46, caracterizado porque además comprende la etapa de evaporar el disolvente polar del glicerol DOWS para producir un glicerol DOWS purificado.

51. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 51, en donde dicha evaporación comprende evaporación flash.

52. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 47, en donde dicho glicerol grado de fermentación es glicerol que contiene sal.

53. Un procedimiento para refinar glicerol en bruto, caracterizado porque comprende:

combinar glicerol en bruto con un disolvente hidrófobo para eliminar impurezas orgánicas y crear un glicerol desaceitado (D0);

5 secar dicho glicerol D0 para crear un glicerol desaceitado y deshidratado (DOW);

evaporar parcialmente aproximadamente 75 por ciento de dicho glicerol DOW como un destilado de glicerol sin sal;

recuperar una porción restante de dicho glicerol DOW en un fondo de descarga de evaporación; y

10 añadir un disolvente polar a dicho fondo de descarga de evaporación para precipitar la sal y crear un glicerol desaceitado, deshidratado y desalinizado (DOWS).

54. El procedimiento de conformidad con la reivindicación 53, en donde dicho disolvente polar es IPA.

15 55. Un producto producido por el procedimiento de conformidad con la reivindicación 1.

Sheet No. . . . 5 . . .

Box No. VIII (ii) DECLARATION: ENTITLEMENT TO APPLY FOR AND BE GRANTED A PATENT

The declaration must conform to the standardized wording provided for in Section 212: see Notes to Boxes Nos. VIII, VIII (i) to (v) (in general) and the specific Notes to Box No. VIII (ii). If this Box is not used, this sheet should not be included in the request.

Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date, to apply for and be granted a patent (Rules 4.17(ii) and 51 bis.1(a)(ii)), in a case where the declaration under Rule 4.17(iv) is not appropriate:

in relation to this international application PCT/US2014/051757, REG Life Sciences, KO, Myong, LIAO, Perry Y., LI, Simon and SANCHEZ-RIERA, Fernando A., are entitled to apply for and be granted a patent by virtue of an Assignment dated 28 AUG 2013 filed with the USPTO at Reel 031099, Frame 0116.

☐ This declaration is continued on the following sheet, "Continuation of Box No. VIII (ii)".

Sheet No. . . . 6 . . .

Box No. VIII (iii) DECLARATION: ENTITLEMENT TO CLAIM PRIORITY

The declaration must conform to the standardized wording provided for in Section 213; see Notes to Boxes Nos. VIII, VIII (i) to (v) (in general) and the specific Notes to Box No. VIII (iii). If this Box is not used, this sheet should not be included in the request.

Declaration as to the applicant's entitlement, as at the international filing date, to claim the priority of the earlier application specified below, where the applicant is not the applicant who filed the earlier application or where the applicant's name has changed since the filing of the earlier application (Rules 4.17(iii) and 51bis.1(a)(iii)):

in relation to this international application PCT/US2014/051757, REG Life Sciences, KO, Myong, LIAO, Perry Y., LI, Simon and SANCHEZ-RIERA, Fernando A., are entitled to claim priority of the earlier application, by virtue of an Assignment dated 28 AUG 2013 filed with the USPTO at Reel 031099, Frame 0116.

☐ This declaration is continued on the following sheet, "Continuation of Box No. VIII (iii)".

ADVANCE E-MAIL

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCTNOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

HAJOS, Brigitte, A.
600 Gateway Boulevard
South San Francisco, CA 94080
ETATS-UNIS D'AMERIQUE

Date of mailing (day/month/year) 26 November 2014 (26.11.2014)	
Applicant's or agent's file reference LS00049PCT	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/US2014/051757	International filing date (day/month/year) 19 August 2014 (19.08.2014)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant	☒ the inventor	☐ the agent
☐ the common representative		
Name and Address LIAO, Perry, Y. LI, Simon SANCHEZ-RIERA, Fernando, A.	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person		
☐ the name		
☐ the address		
☐ the nationality		
☐ the residence		
Name and Address see Box 3.	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary: The persons identified in Box 1 are now inventors only.		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority	
☒ the International Searching Authority	☐ the designated Offices concerned	
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned	
	☐ other:	

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Brosse Monique e-mail pt08.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 08
---	---

Facsimile No. +41 22 338 70 10

Form PCT/IB/306 (January 2009)

1/RNTV34QTQC4NN0

PCT

(PCT Rule 92*bis*.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

HAJOS, Brigitte, A.
600 Gateway Boulevard
South San Francisco, CA 94080
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

Date of mailing (<i>day/month/year</i>) 04 November 2015 (04.11.2015)	
Applicant's or agent's file reference LS00049PCT	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/US2014/051757	International filing date (<i>day/month/year</i>) 19 August 2014 (19.08.2014)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant	☒ the inventor	☐ the agent ☐ the common representative
Name and Address KO, Myong, K.	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person	☐ the name	☐ the address
☐ the nationality	☐ the residence	
Name and Address See Box 3.	State of Nationality	State of Residence
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	

3. Further observations, if necessary:
The person identified in Box 1 is now inventor only.

4. A copy of this notification has been sent to:		☐	the International Preliminary Examining Authority
☒	the receiving Office	☒	the designated Offices concerned
☐	the International Searching Authority	☐	the elected Offices concerned
☐	the Authority(ies) specified for supplementary search	☐	other:

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No. +41 22 338 70 10	Authorized officer Singh-Gautam Virendra e-mail pt08.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 08
--	---



- (51) **International Patent Classification:**
C07C 29/78 (2006.01) C07C 29/88 (2006.01)
C07C 29/80 (2006.01)
- (21) **International Application Number:**
PCT/US2014/051757
- (22) **International Filing Date:**
19 August 2014 (19.08.2014)
- (25) **Filing Language:** English
- (26) **Publication Language:** English
- (30) **Priority Data:**
61/867,473 19 August 2013 (19.08.2013) US
- (71) **Applicant:** REG LIFE SCIENCES, LLC [US/US]; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US).
- (72) **Inventor; and**
- (71) **Applicant (for US only):** KO, Myong, K. [US/US]; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US).
- (72) **Inventors:** LIAO, Perry, Y.; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US). LI, Simon; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US). SANCHEZ-RIERA, Fernando, A.; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US).
- (74) **Agent:** HAJOS, Brigitte, A.; 600 Gateway Boulevard, South San Francisco, CA 94080 (US).
- (81) **Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available):** AE, AG, AL, AM,

AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) **Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available):** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

- as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4.17(ii))
- as to the applicant's entitlement to claim the priority of the earlier application (Rule 4.17(iii))

Published:

- with international search report (Art. 21(3))



WO 2015/026870 A1

(54) **Title:** PRODUCTION OF PARTIALLY REFINED WASTE GLYCEROL

(57) **Abstract:** The disclosure relates to a novel glycerol purification process that produces partially refined waste glycerol for a variety of industrial applications. The disclosure encompasses a salt-containing partially refined glycerol composition that is suitable as a fermentation grade glycerol.

Clarke, Modet & Cº

COLOMBIA

Carrera 11 N° 86-53 Piso 6 Bogotá Colombia Tel: (57 1) 6181088 · Fax: (57 1) 6350824 · Email: info@clarkemodet.com.co

PODER

POWER OF ATTORNEY

Yo (nosotros), abajo firmante(s)

I (we), the undersigned

en mi (nuestro) carácter de representante(s) legales de

Stephen B. del Cardayre

REG Life Sciences, LLC

legal representative(s) of

una sociedad organizada y existente de acuerdo con las leyes de Estado de
, Estados Unidos de América

REG Life Sciences, LLC

an organization existing under the laws of State of Iowa,
United States of America

y en actual cumplimiento de su objeto social, con domicilio en 416 S Bell Ave., Ames, IA 50010, Estados Unidos de América

and in present execution of its business activity, domiciled at 416 S. Bell Ave., Ames, IA 50010, United States of America

por el presente instrumento confiero (conferimos) poder especial a favor de **CAROLINA MERCEDES DAZA MONTALVO**, con Cédula de Ciudadanía No. 66.783.790 de Palmira Valle, y tp. 141563 con domicilio en Bogotá, Colombia, para que actuando en nombre del (de la) otorgante le (la) represente ante cualquier entidad, autoridad y/o persona, especialmente ante las del orden Administrativo, Contencioso Administrativo, Judicial, Tribunales de Arbitramento y/o cualquier otro en lo referente a los siguientes asuntos:

do hereby grant POWER OF ATTORNEY to **CAROLINA MERCEDES DAZA MONTALVO**, identification card No. 66.783.790 of Palmira Valle, and tp. 141563 residing in Bogotá Colombia, to act in behalf of grantor before any entity, authority and/or natural or juridical person, specially before those Administrative, Administrative-Contentious, Judicial, arbitration courts, and/or any other, in all matters concerning the following:

- 1) Solicitar, tramitar, obtener y/o registrar cualquiera de las modalidades de Propiedad Industrial, tales como: patentes de invención, modelos de utilidad; diseños industriales, variedades vegetales; marcas, lemas, nombres y enseñanzas comerciales y denominaciones de origen; así como sus renovaciones, prórrogas, transferencias, cambios de nombre y/o domicilio, contratos y licencias.
- 2) Solicitar, tramitar, obtener y/o registrar derechos de autor, en cualquiera de sus presentaciones así como la protección de secretos industriales y know-how.
- 3) Solicitar, tramitar, obtener y/o registrar registros sanitarios, permisos y/o licencias de funcionamiento; así como sus renovaciones o prórrogas, transferencias, cambios de nombre y/o domicilio, contratos y licencias.
- 4) Ejercer acciones de oposición, observación, reclamos, reconsideración, reposición, apelación, cancelación administrativa o judicial, nulidad, protección al consumidor, concesión de licencias, protección de secretos industriales y demás acciones y recursos relacionados con derechos derivados de los asuntos arriba indicados y en contra de la competencia desleal, acciones derivadas de la obtención o explotación de licencias, acciones de indemnización de perjuicios. También podrá(n) intervenir en juicios civiles, comerciales, penales, contencioso-administrativos, tutelas y de policía; en acciones o juicios promovidos por el (la) mandante o en contra el (ella)
- 5) Registrar nombres de dominio ante la entidad competente.
- 6) En el ejercicio de este mandato los mandatarios arriba mencionados quedan facultados para: conciliar, cancelar, transigir, comprometer en árbitros, desistir, recibir y tomar posesión de la cosa objeto de litigio y renunciar o desistir a derechos concedidos o en curso de concesión, admitir los hechos del proceso.
- 7) Ratificar o no la agencia oficiosa.
- 8) Así mismo faculto (facultamos) a los mencionados apoderados para recibir notificaciones y designar apoderados judiciales o extrajudiciales, sustituir el presente poder y revocar las sustituciones que hicieren.

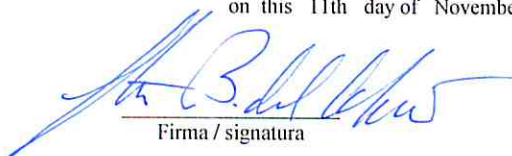
- 1) To apply, process, obtain and/or register any of the modalities of Industrial Property, such as: Patents of Invention, Utility Models; Designs, plant varieties; Marks, Slogans, Trade Names and emblems and appellations of Origin; as well as their renewals, assignments, changes of name and/or domicile, agreements and licenses.
- 2) To apply, process, obtain and/or register copyrights of any kind as well as protection of industrial secrets or know-how.
- 3) To apply, process, obtain and/or register sanitary registrations, operating authorizations and/or licenses; as well as their renewals or assignments, changes of name and/or domicile, agreements and licenses.
- 4) To bring actions of opposition, observations, claims, reconsideration, appeal or legal remedies, cancellations, nullity, protection to the consumer, granting of licenses, protection of trade secrets and other actions related with rights derived from the above- mentioned matters and against the unfair competition, actions resulting from the obtaining or exploitation of licenses, recovering damages actions. They can also intervene or participate in Civil, Commercial, Criminal or Contentious-Administrative Trials; the actions for writ mandamus, police actions; in actions, lawsuits or litigations instituted by the grantor or against him.
- 5) To register domain names before the competent entity.
- 6) To the effect of this mandate the above-named proxy are empowered to: conciliate, cancel, settle, submit to arbitration, withdraw and to receive and take possession of the litigation related objet and waive or renounce the rights granted or in process of granting, admit the facts of the case.
- 7) To ratify or not the officious agency.
- 8) I (we) hereby appoint the afore mentioned attorneys with powers to receive notifications and to designate judicial and extrajudicial attorneys, substitute this Power of Attorney and to revoke such substitutions.

Dado y firmado en

Granted and signed at South San Francisco, CA, United States of America

a los días de

on this 11th day of November of 2015



Firma / signature

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento novedoso de purificación de glicerol, por medio del cual se produce glicerol proveniente de residuos parcialmente refinados para una variedad de aplicaciones industriales. La presente invención abarca una composición de glicerol parcialmente refinado que contiene sal, que es adecuada como glicerol grado de fermentación.

10

15

20

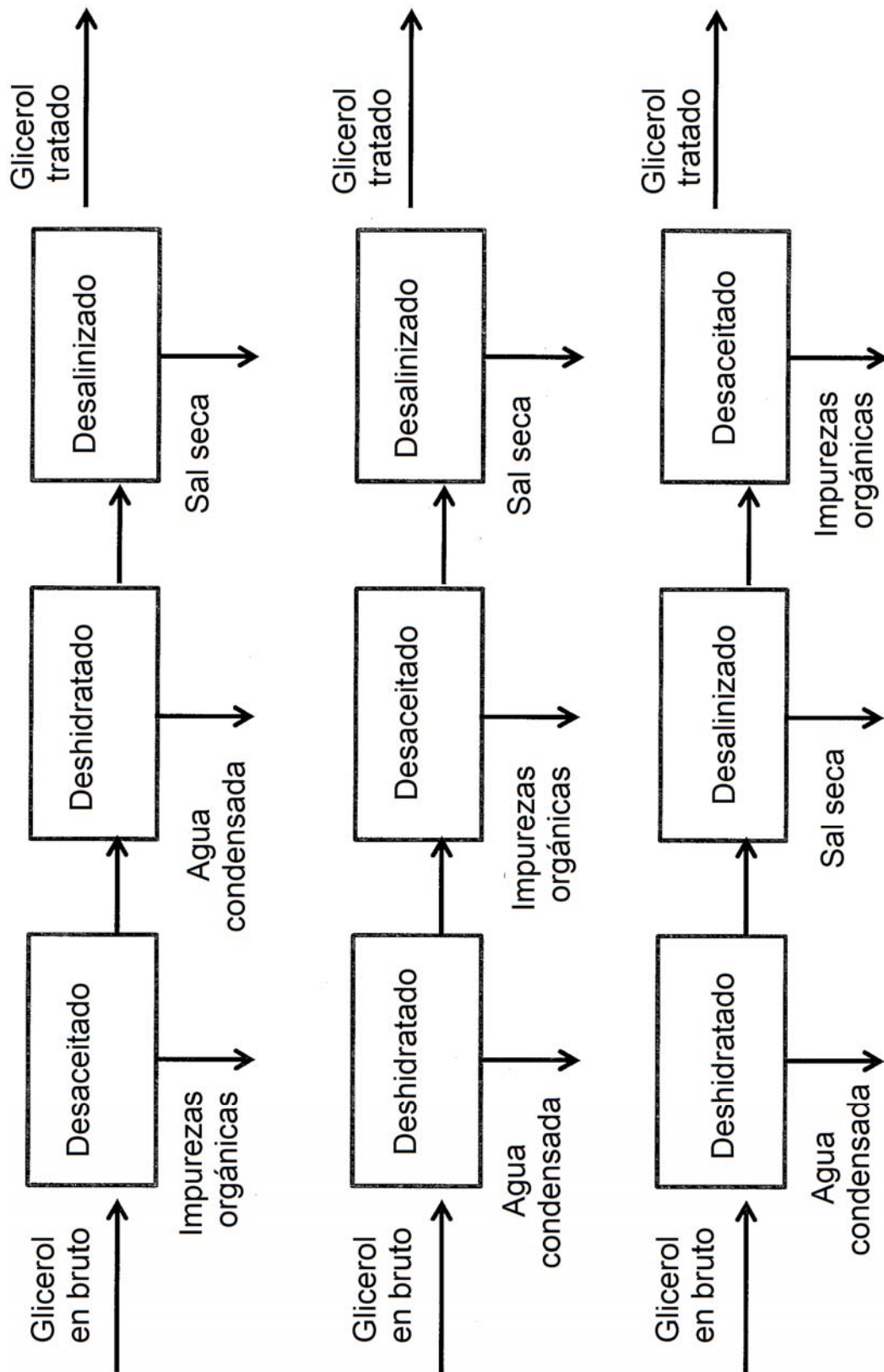


Figura 1A

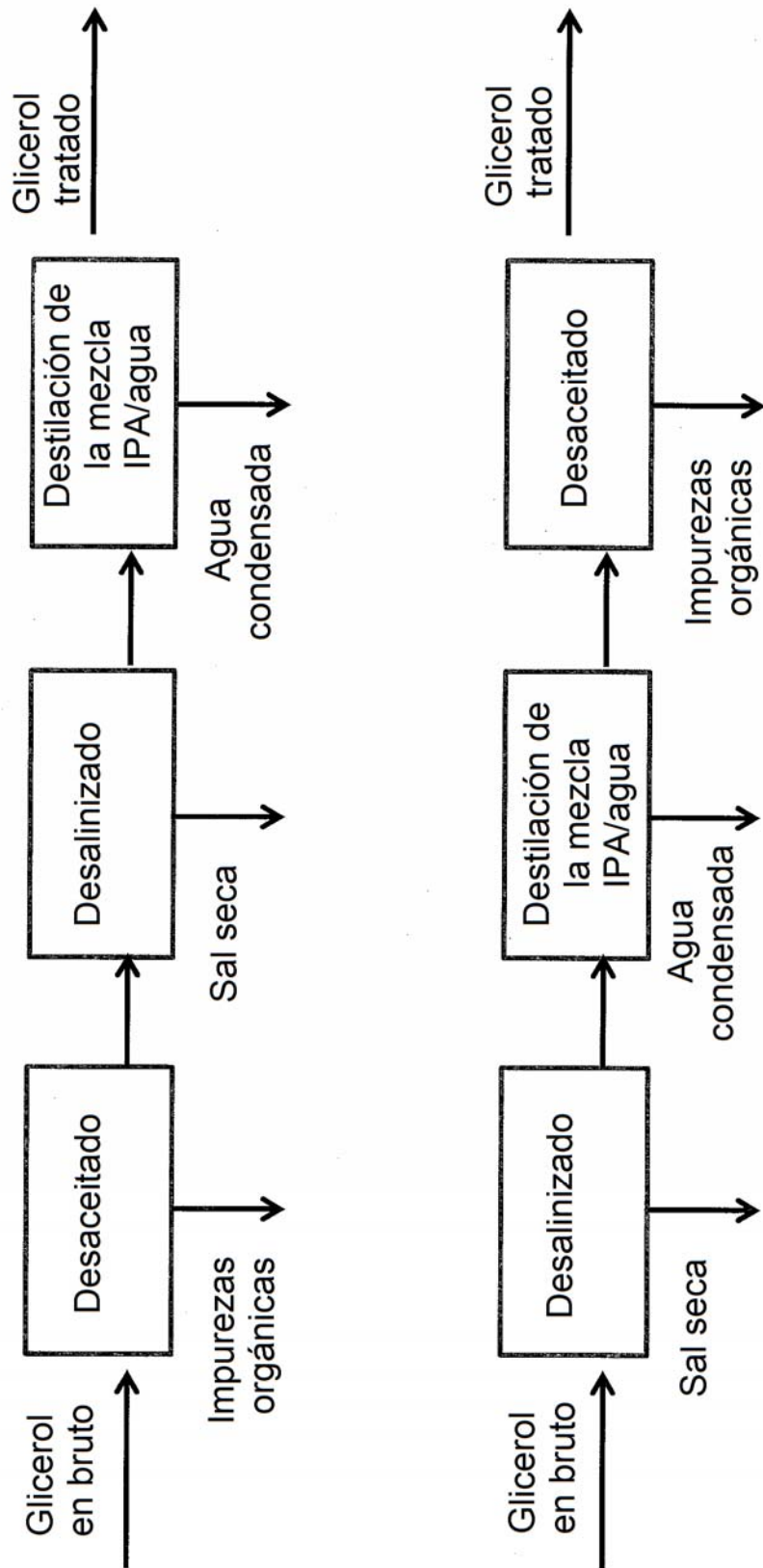


Figura 1B

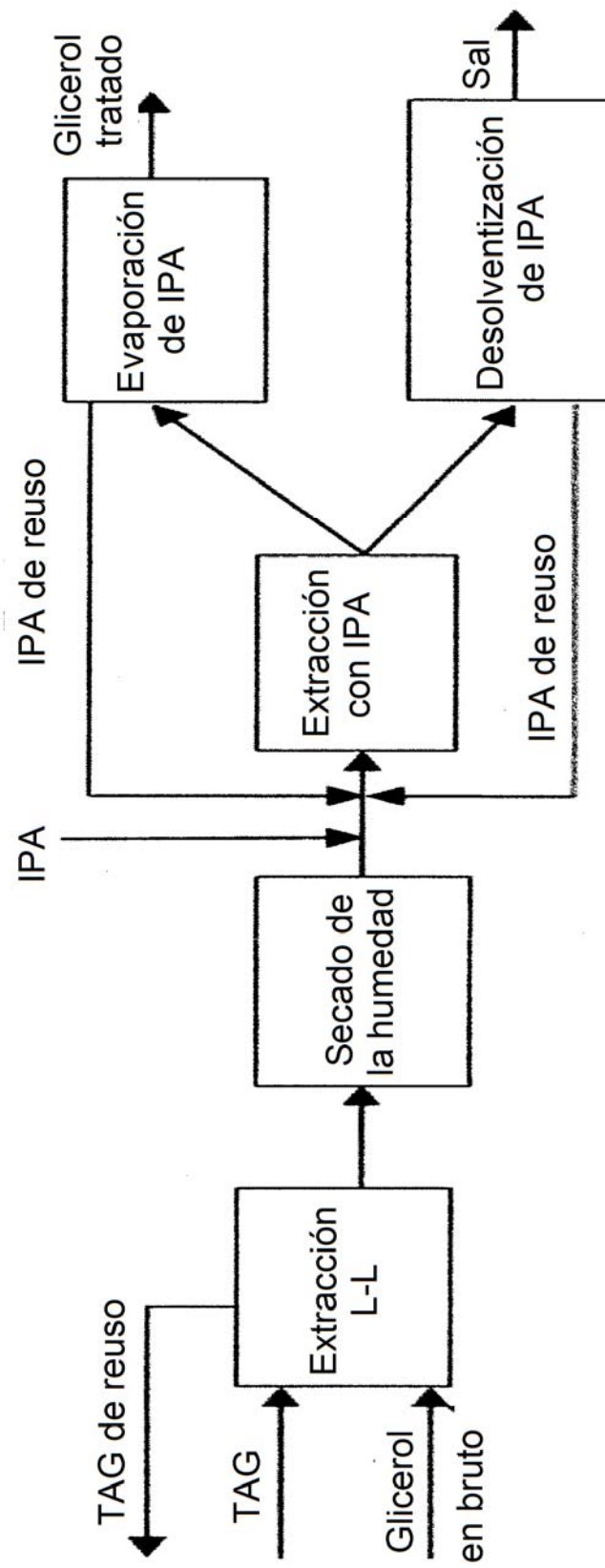


Figura 2

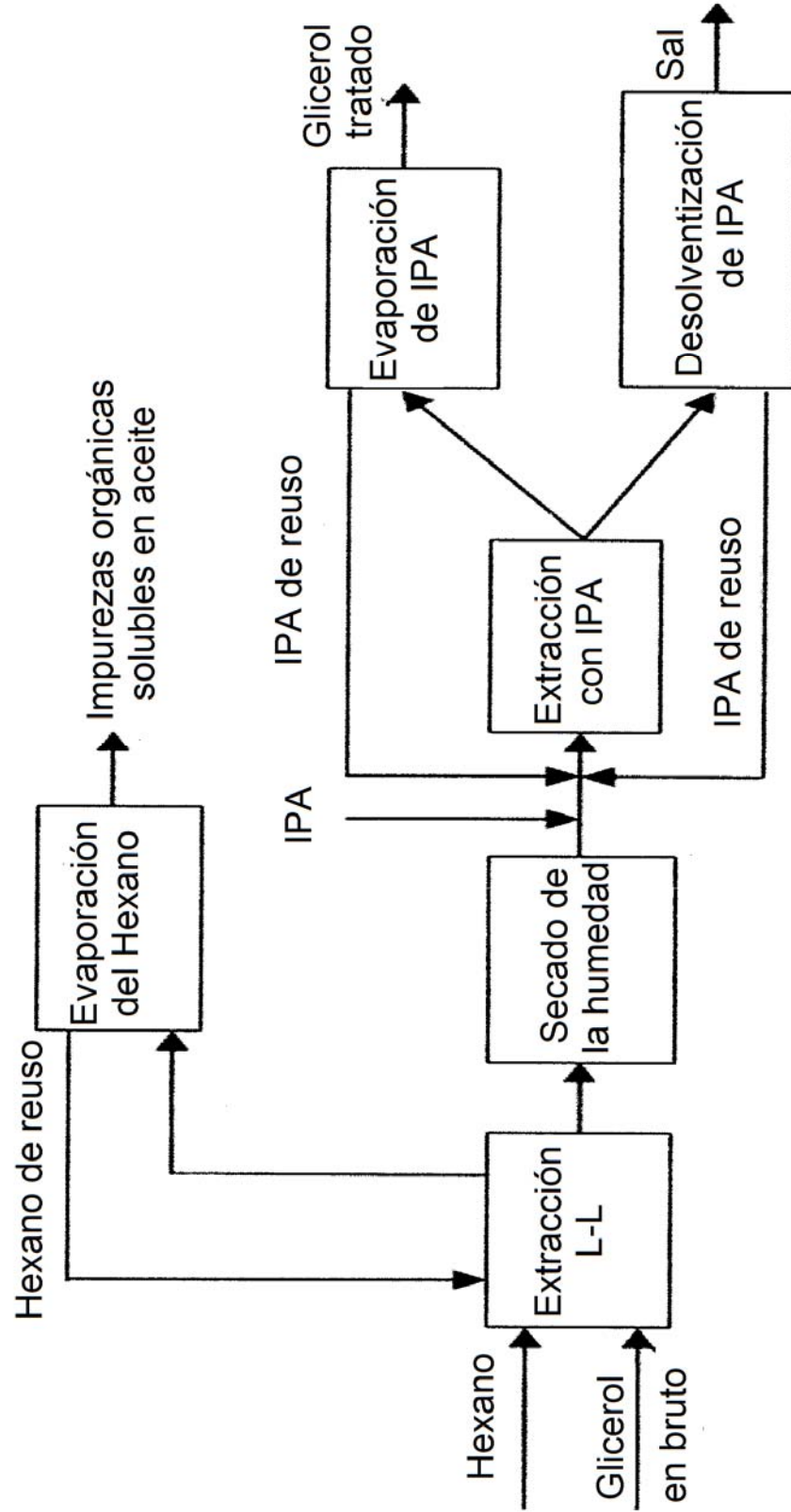


Figura 3

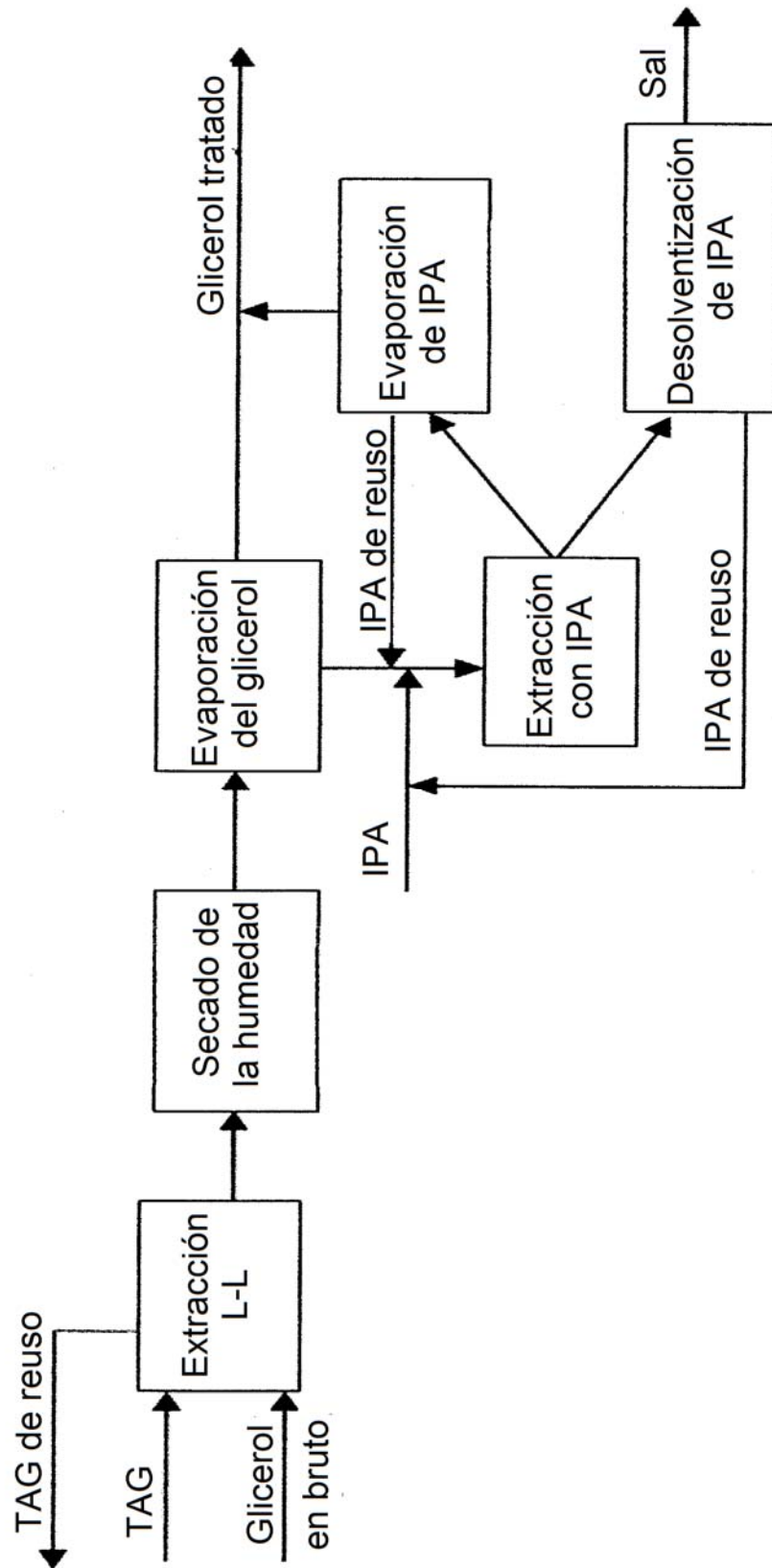


Figura 4

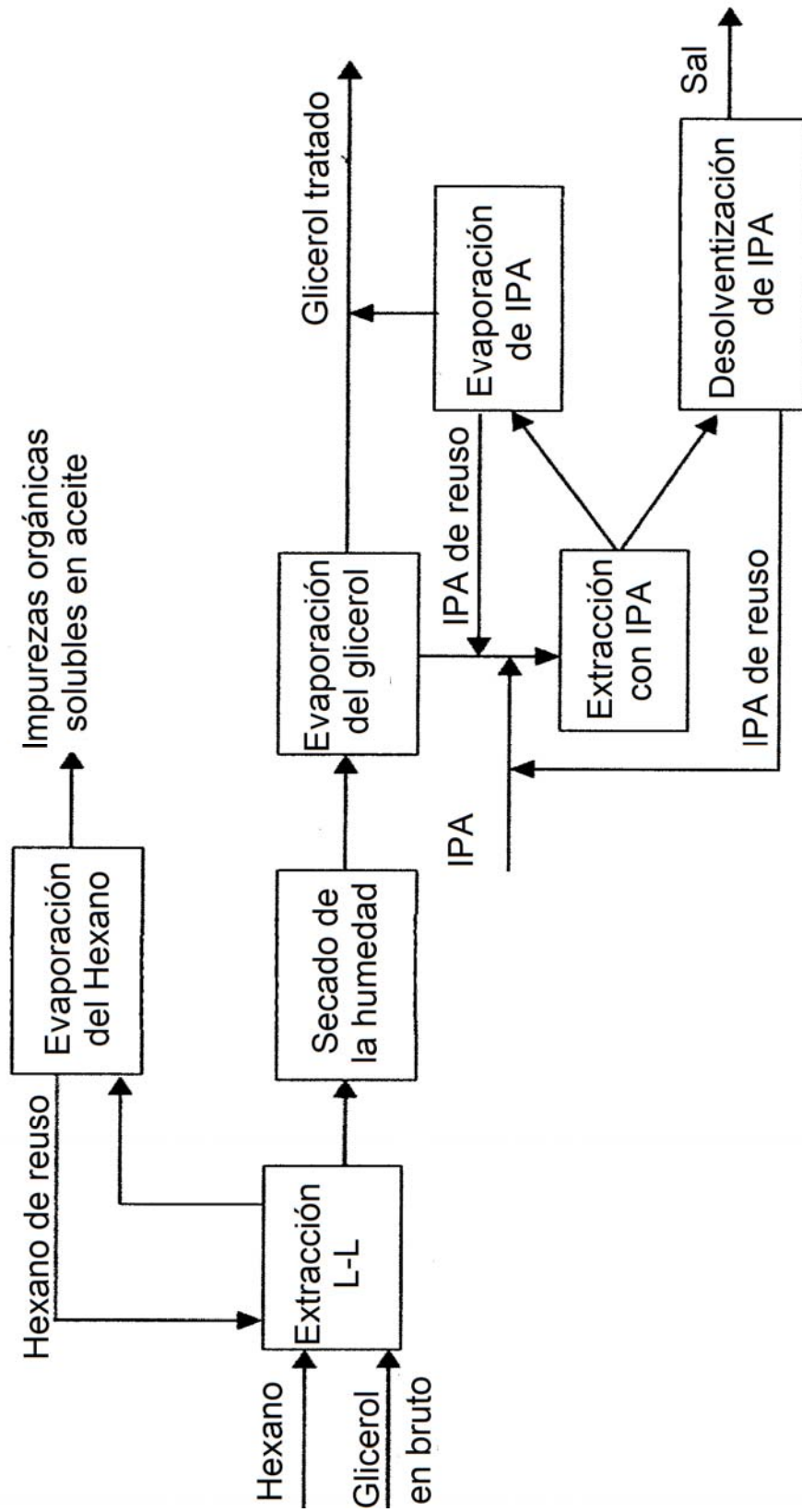


Figura 5

Contenido de sal en el glicerol tratado vs.
relación IPA a glicerol (70 °C)

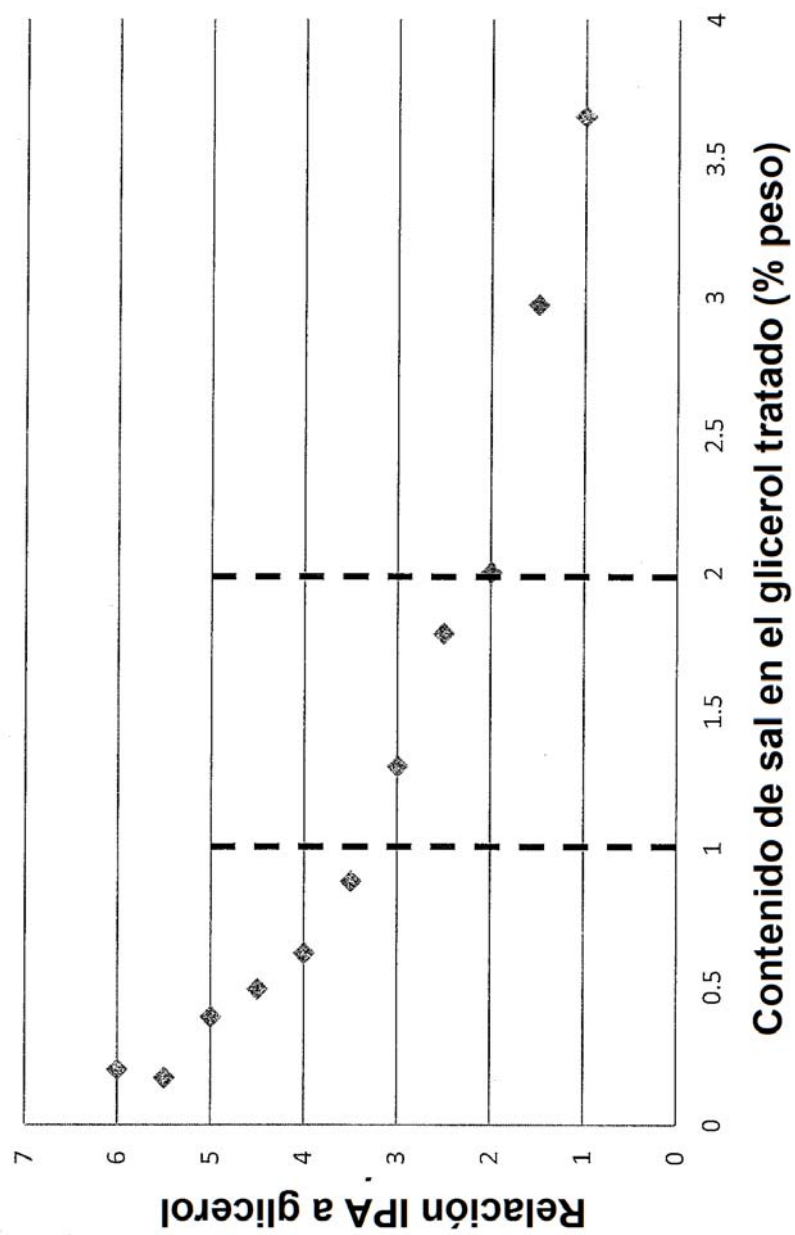


Figura 6