

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 965**

51 Int. Cl.:

**C02F 1/44** (2006.01)  
**C02F 1/02** (2006.01)  
**C02F 1/52** (2006.01)  
**C02F 1/72** (2006.01)  
**C02F 1/32** (2006.01)  
**C02F 3/28** (2006.01)  
**C02F 9/00** (2006.01)  
**C02F 103/32** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.08.2008 E 08105026 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.07.2015 EP 2033940**

54 Título: **Purificación de aguas residuales de aceite de oliva, mediante métodos mecánicos, químicos y biológicos**

30 Prioridad:

**07.09.2007 AT 14032007**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**26.08.2015**

73 Titular/es:

**M-U-T MASCHINEN-UMWELTTECHNIK-  
TRANSPORTANLAGEN GESELLSCHAFT M.B.H.  
(100.0%)  
SCHIESSSTATTGASSE 49  
A-2000 STOCKERAU, AT**

72 Inventor/es:

**DOMNANOVICH, ALEXANDER MARTIN**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 543 965 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Purificación de aguas residuales de aceite de oliva, mediante métodos mecánicos, químicos y biológicos

Área técnica

5 La presente invención hace referencia a un método para la purificación de aguas residuales que se obtienen de la producción de aceite de oliva, en el que el agua residual se somete a una floculación, preferentemente mediante  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , a continuación se somete a una ultrafiltración o a una nanofiltración, y finalmente se somete a una ósmosis inversa.

10 Esta clase de aguas residuales de aceite de oliva se obtiene en decantadores de 3 fases en prensas de aceite de oliva, al menos, en la temporada de cosecha desde septiembre/octubre hasta enero/febrero. Actualmente, debido a la resistencia biológica en los países en cuestión, el agua residual representa un riesgo para el medio ambiente.

Estado del arte

15 En la patente AT 501991 A (ADLER) 15/12/2006 se describe un método mecánico/químico de purificación de aguas residuales que purifica también agua residual de aceite de oliva que se obtiene con el sistema de decantadores de 3 fases. Sin embargo, en comparación con las especificaciones indicadas en la presente declaración de patente, debido al elevado porcentaje de componentes de bajo peso molecular, particularmente de alcoholes y ésteres de ácido graso, generalmente el agua residual no se puede purificar con un valor de demanda química de oxígeno inferior a 250 mg  $\text{O}_2/\text{l}$ , dado que los componentes mencionados pueden atravesar sin impedimentos la membrana de ósmosis inversa.

20 Los químicos orgánicos de bajo peso molecular, debido a las actividades biológicas anaeróbicas débiles, se obtienen en el agua residual durante el almacenamiento en tanques o bien, en lagunas o bien, son componentes de las aceitunas.

Presentación de la presente invención

25 El objeto de la presente invención consiste en purificar el agua residual, hasta que la demanda química de entrada de oxígeno (demanda química de oxígeno) de hasta 160.000 mg  $\text{O}_2/\text{l}$  después de la purificación, alcance de manera segura valores límite locales inferiores a 250 mg  $\text{O}_2/\text{l}$  o bien, 150 mg  $\text{O}_2/\text{l}$  (específicos del país).

Debido al porcentaje elevado de componentes inhibidores así como inertes, orgánicos e inorgánicos, disueltos y no disueltos, en el agua residual no se puede realizar una depuración completamente biológica, dado que dicha depuración se realizaría de una manera muy lenta. Por lo tanto, se requiere una combinación de etapas de purificación químicas, mecánicas y biológicas.

30 El objeto presentado se resuelve conforme a la presente invención, mediante un método de la clase mencionada en la introducción, de manera que en una primera etapa el agua residual se deje decantar, al menos, durante dos a tres meses, y de manera que el agua residual purificada se someta a una oxidación, preferentemente a una oxidación con peróxido de hidrógeno y radiación ultravioleta.

35 Mediante estas etapas simples adicionales, se pueden obtener de manera fiable los valores prescritos de demanda química de oxígeno.

Sin embargo, en muchos casos, debido al elevado porcentaje de demanda química de oxígeno para la oxidación, se generan costes de producción demasiado elevados durante la oxidación.

40 Por lo tanto, de acuerdo con otra característica de la presente invención, se prevé que después de la ultrafiltración o la nanofiltración, o después de la ósmosis inversa, el agua residual se procese en un reactor anaeróbico, para disolver las sustancias de bajo peso molecular que pueden atravesar en la ósmosis inversa.

De manera alternativa (o de manera adicional), después de la ósmosis inversa, el agua residual se puede calentar a una temperatura superior a 65° para extraer, por ejemplo, metanol, en donde resulta ventajoso calentar a continuación el agua residual a una temperatura superior a 78° para extraer, por ejemplo, etanol.

De esta manera, se pueden reducir notablemente los costes para la última etapa, la oxidación.

45 Hasta el momento siempre se había descrito el proceso de la fase líquida (sobrenadante). Es decir que después de la decantación, la fase líquida se precipita por floculación. Después de la floculación, la fase líquida se somete a la

ultrafiltración o a la nanofiltración. El fango que se obtiene en las etapas mencionadas, se puede concentrar en los filtros prensa con una pluralidad de cámaras, el líquido separado por presión en los filtros prensa con una pluralidad de cámaras se conduce de regreso al segundo depósito de decantación.

5 El permeado de la ultrafiltración o de la nanofiltración, se suministra eventualmente después del tratamiento anaeróbico, para la ósmosis inversa. El permeado de la ósmosis inversa se oxida a continuación, eventualmente después del calentamiento o del tratamiento anaeróbico. El concentrado de la ósmosis inversa se puede suministrar nuevamente para la ultrafiltración o la nanofiltración.

10 El concentrado de la ultrafiltración o de la nanofiltración se puede someter de manera parcial, nuevamente a la misma ultrafiltración o nanofiltración, de manera que se realice un proceso de concentración. Sin embargo, para que la concentración no resulte demasiado espesa, de acuerdo con otro acondicionamiento de la presente invención, se prevé que el concentrado de la ultrafiltración o la nanofiltración sea sometido a una ósmosis inversa con alta presión, y que el concentrado de la ósmosis inversa con alta presión se espese en un tanque de evaporación.

Breve descripción de las representaciones de los dibujos

El método conforme a la presente invención se explica en detalle, mediante las figuras incluidas.

15 El método completo se representa en la figura 1; la figura 2 muestra en detalle el calentamiento; y la figura 3 muestra en detalle el tratamiento del concentrado de la ultrafiltración o de la nanofiltración.

Modo más apropiado para la ejecución de la presente invención

Primera etapa: Decantación - 1º fase

20 El agua residual que se obtiene del proceso de elaboración del aceite de oliva, se recoge en un depósito de decantación y se deja decantar, al menos, dos a tres meses o bien, durante la temporada completa. Además, por cuestiones económicas, se pueden recoger en conjunto las aguas residuales de diferentes prensas de aceite de oliva. Después de la decantación, se obtiene un fango de alrededor de 40 % en volumen, que se debe extraer mediante bombeo. Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor inferior a 60000 mg O<sub>2</sub>/l.

Segunda etapa: Decantación - 2º fase

25 El sobrenadante que se obtiene en la primera etapa del método, "decantación - 1º fase" con la adición de un agente precipitador (por razones económicas preferentemente cal en forma de lechada de cal (Ca(OH)<sub>2</sub>)), se incrementa a un valor de pH superior a 10,5, y decanta dos días. Después de la decantación, se obtiene un fango de alrededor de 30 % en volumen, que se debe extraer mediante bombeo. Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor de alrededor de 50000 mg O<sub>2</sub>/l. En la presente etapa resulta importante retirar las sustancias en suspensión.

Además, el sobrenadante de la presente etapa, se debe neutralizar mediante la adición de ácido clorhídrico para obtener un valor de pH de 7-7,5, para no dañar las membranas a continuación.

Tercera etapa: Ultrafiltración o nanofiltración

35 El sobrenadante que se obtiene en la segunda etapa del método se bombea a través de 2 etapas de ultrafiltración o etapas de nanofiltración. Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor de alrededor de 20000 mg O<sub>2</sub>/l. El concentrado se puede suministrar, hasta un tercio, en el tanque de neutralización y se puede suministrar nuevamente para la ultrafiltración o la nanofiltración.

Cuarta etapa: Filtro anaeróbico o bien, reactor anaeróbico en funcionamiento discontinuo

40 En la presente etapa resulta importante disolver las sustancias de bajo peso molecular, que se disuelven fácilmente, para que las sustancias mencionadas no puedan atravesar la membrana de ósmosis inversa, y que generen una demanda química de oxígeno elevada en el permeado de la ósmosis inversa. Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor de 16000 mg O<sub>2</sub>/l.

La presente etapa es optativa y se puede implementar también después de la etapa 5 mediante la adición de nutrientes.

45 Quinta etapa: Ósmosis inversa

En la presente etapa, el permeado de la etapa 4 o bien, en el caso que no exista dicha etapa, de la etapa 3, se bombea a través de una membrana de ósmosis inversa de una etapa. El concentrado de la ósmosis inversa, con un porcentaje de alrededor del 30 % en vol. del volumen total, se bombea antes de la etapa de nanofiltración o de ultrafiltración. Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor de 1500-3000 mg O<sub>2</sub>/l, sin la etapa 4; y una reducción a un valor de 400-800 mg O<sub>2</sub>/l, con la etapa 4.

Sexta etapa: Calentamiento

En el caso que se deba prescindir de la etapa anaeróbica 4, el permeado de la ósmosis inversa se calienta en dos etapas, con una demanda química de oxígeno superior a 1500 mg O<sub>2</sub>/l (figura 2). En la etapa 1, el permeado se calienta a una temperatura superior a 65°C, para poder arrastrar con aire los componentes orgánicos volátiles, como por ejemplo, metanol.

En la etapa 2, el permeado se calienta a una temperatura superior 78°C, para poder arrastrar con aire los componentes orgánicos volátiles, como por ejemplo, etanol.

Para evitar una saturación en la fase gaseosa mediante la fase líquida, resulta ventajosa una transferencia de gas/aire con la ayuda de un ventilador. Como consecuencia del enfriamiento del gas del proceso extraído, se condensa el metanol o bien, etanol, y se puede recoger.

Para mantener las pérdidas de calor dentro de los límites o bien, recuperar dichas pérdidas, antes de cada etapa se utiliza un intercambiador de calor que transfiere la energía térmica del medio de salida sobre el medio de entrada. Además, por razones relacionadas con la economía industrial, resulta ventajoso el calentamiento del medio con colectores solares, dado que existen suficientes días soleados en la región mediterránea (punto esencial de la producción de aceite de oliva). Se obtiene una reducción de la demanda química de oxígeno, a un valor de 400 mg O<sub>2</sub>/l.

La selección de la etapa 6 o de la etapa 4, depende de las circunstancias del lugar. En el caso que, por ejemplo, se disponga de calor del proceso, puede resultar ventajosa la etapa de calentamiento por razones relacionadas con la economía industrial.

Séptima etapa: Oxidación

La demanda química de oxígeno restante, se reduce mediante un método de oxidación con peróxido de hidrógeno y radiación ultravioleta, a un valor inferior a 250 mg o bien, 150 mg O<sub>2</sub>/l, según la disposición legal.

Las etapas 6 y 4 no son obligatorias, sin embargo, son recomendables, dado que de lo contrario, debido al elevado porcentaje de la demanda química de oxígeno antes de la etapa 7, se generan costes de producción demasiado elevados durante la oxidación.

Tratamiento del fango

Se retira el agua del fango que se obtiene en la primera etapa, mediante un filtro prensa con una pluralidad de cámaras, y la fase líquida se bombea hacia el depósito de decantación de la segunda etapa.

Por separado, también se retira el agua del fango que se obtiene en la segunda etapa, mediante un filtro prensa con una pluralidad de cámaras, y la fase líquida se bombea nuevamente hacia el depósito de decantación de la segunda etapa.

Tratamiento del concentrado de la nanofiltración o de la ultrafiltración

El concentrado de la nanofiltración o de la ultrafiltración, se concentra mediante ósmosis inversa con alta presión (superior a 60 bares) (observar la figura 3). El permeado se bombea antes de la etapa 5. El concentrado se bombea hacia un tanque con una relación superficie/volumen de, al menos, alrededor de 0,75 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>, y en este lugar se somete a la evaporación durante varios meses en la temporada de verano. (Figura 3) Debido a la mayor cantidad de días soleados en la región mediterránea, se obtiene una reducción del porcentaje de agua entre el 65 % y el 70%, debido a la evaporación. El tanque se debe encontrar cubierto con láminas de material plástico transparentes, para evitar la dilución debido a las precipitaciones. Se debe garantizar una entrada de aire lateral. Para evitar una saturación en la fase gaseosa entre el concentrado y la lámina, así como para evitar aromas, se aspira la fase gaseosa mediante un ventilador, y se suministra a un sistema de filtro biológico. De esta manera, se genera un flujo de aire permanente sobre el concentrado, que contrarresta la saturación.

En el caso que no se pueda realizar una concentración mediante una ósmosis inversa con alta presión, los tanques de evaporación deben presentar mayores dimensiones.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Método para la purificación de aguas residuales que provienen de la producción de aceite de oliva, en el que el agua residual se somete a una floculación, preferentemente mediante  $\text{Ca(OH)}_2$ , a continuación se somete a una ultrafiltración o nanofiltración, y finalmente se somete a una ósmosis inversa, **caracterizado porque** en una primera etapa, el agua residual se deja decantar, al menos, durante dos a tres meses, y porque el agua residual purificada se somete a una oxidación, preferentemente a una oxidación con peróxido de hidrógeno y radiación ultravioleta.
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el agua residual, después de la ultrafiltración o la nanofiltración, o después de la ósmosis inversa, se procesa en un reactor anaeróbico para disolver las sustancias de bajo peso molecular que pueden atravesar en la ósmosis inversa.
- 10 3. Método de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado porque** el agua residual se calienta después de la ósmosis inversa, a una temperatura superior a  $65^\circ$ , para extraer, por ejemplo, metanol.
4. Método de acuerdo con la reivindicación 3, **caracterizado porque** después del calentamiento a una temperatura superior a  $65^\circ$ , el agua residual se calienta a una temperatura superior a  $78^\circ$ , para extraer, por ejemplo, etanol.
- 15 5. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** el concentrado de la ultrafiltración o de la nanofiltración, se somete a una ósmosis inversa con alta presión, y el concentrado de la ósmosis inversa con alta presión, se espesa en un tanque de evaporación.

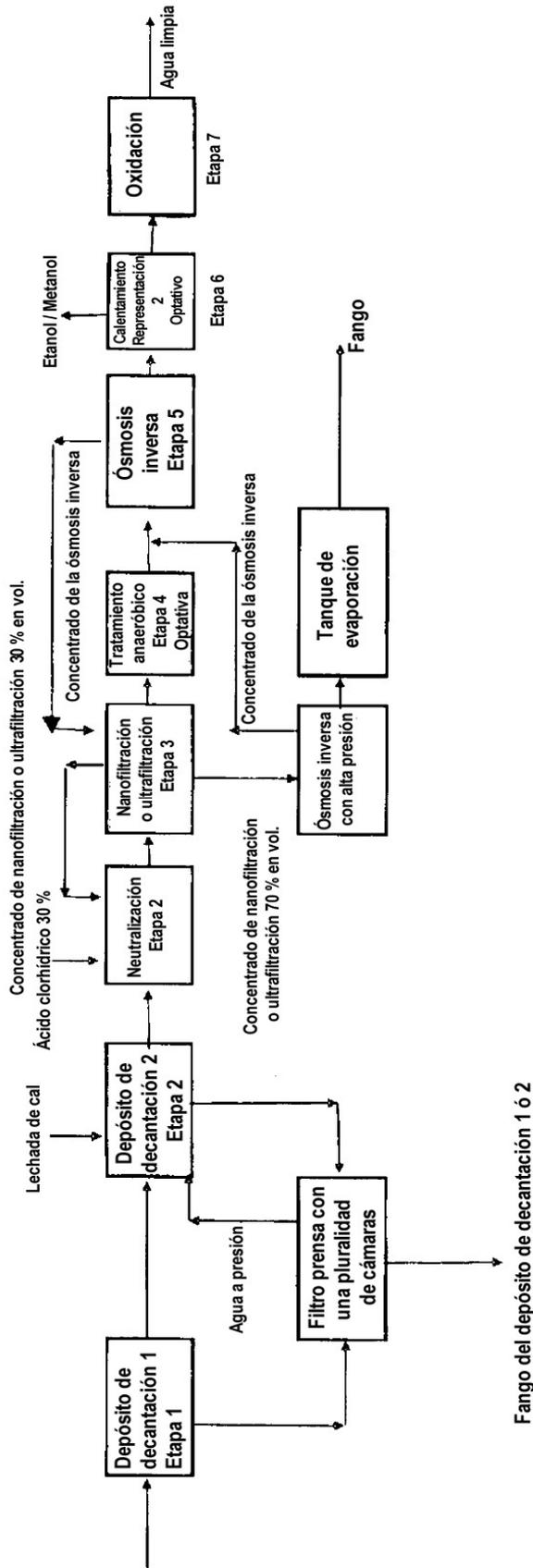


Fig. 1

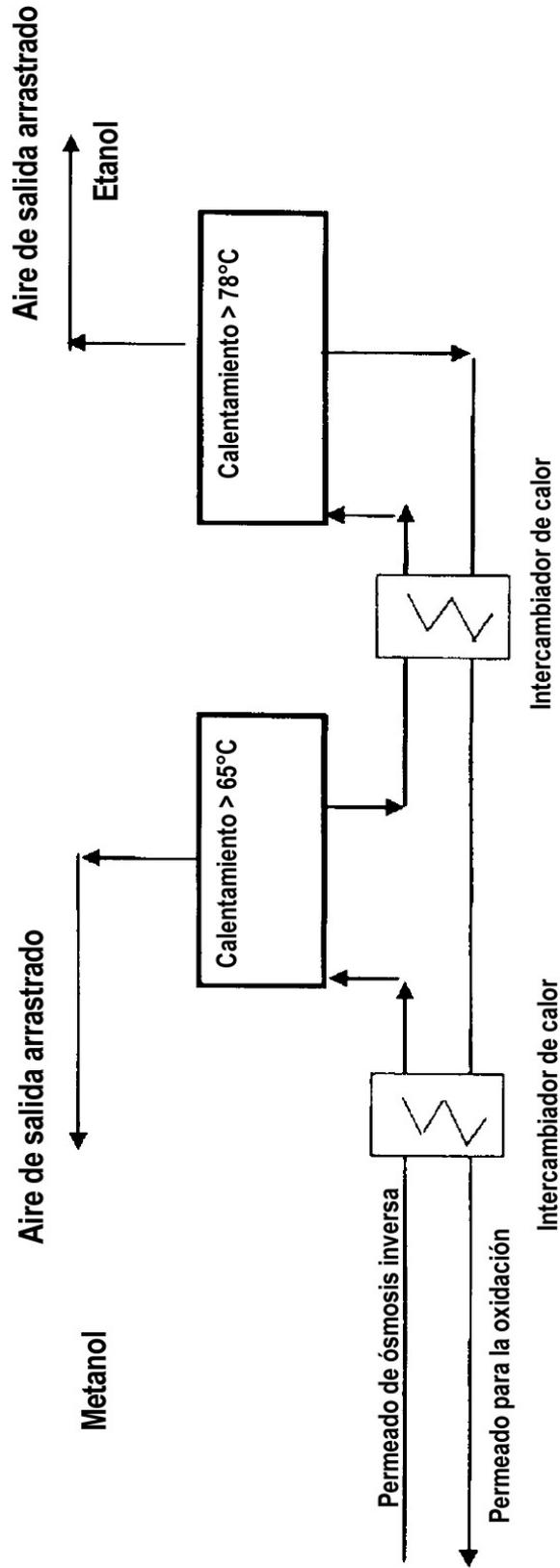


Fig. 2

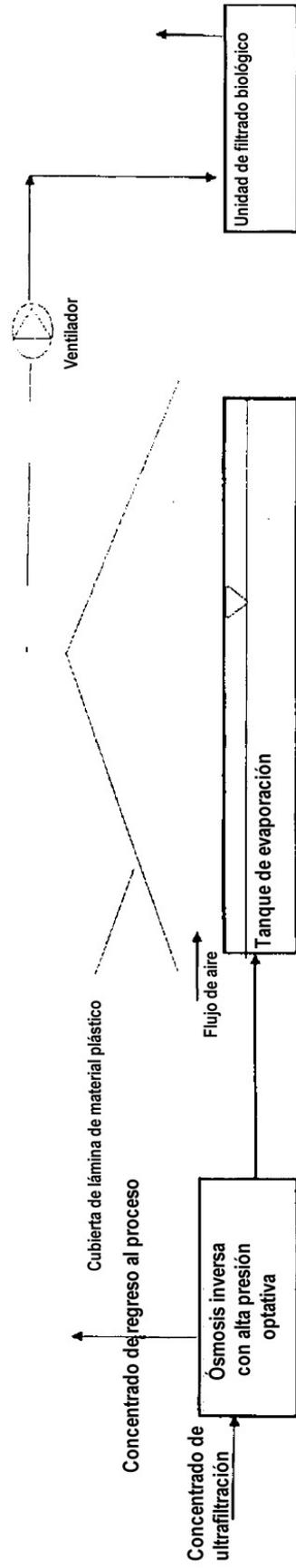


Fig. 3