



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 547 882

51 Int. CI.:

C11B 1/06 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 11.03.2011 E 11711243 (3)
(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 08.07.2015 EP 2545149

(54) Título: Extracción de lípidos a partir de suspensiones

(30) Prioridad:

11.03.2010 AT 3962010

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **09.10.2015**

(73) Titular/es:

NATEX PROZESSTECHNOLOGIE GESMBH (100.0%) Werkstrasse 7 2630 Ternitz, AT

(72) Inventor/es:

LACK, EDUARD; SIEDLITZ, HELMUT; SOVA, MARTIN y LANG, FRANZ

(74) Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

DESCRIPCIÓN

Extracción de lípidos a partir de suspensiones

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

La invención se refiere a un procedimiento para la extracción de lípidos a partir de suspensiones acuosas de biomasa, especialmente de suspensiones de algas abiertas, utilizando disolventes no miscibles con agua.

5 El documento de EE.UU. 2009/047720 A1, así como el EE.UU. 6166231 describen respectivamente procedimientos en los cuales, a partir de una tanda de fermentación que contiene biomasa con contenido de aceite, se extrae aceite en un extractor líquido-líquido.

Últimamente, algas de muy diferentes tipos entran cada vez más en consideración como suministradoras de materias primas. Para la preparación de biocarburantes a partir de lípidos procedentes de algas no se tienen que reivindicar superficies agrícolas algunas, que se empleen para el cultivo de plantas para la alimentación, siendo el cultivo de algas de lo más simple en comparación con el cultivo de plantas en tierra firme. El cultivo de algas se puede llevar a cabo tanto en las zonas costeras de la tierra como también en terreno firme en granjas de algas y, con escaso aporte de nutrientes o abonos, bajo el aprovechamiento de CO₂, únicamente en virtud de la energía solar, proporciona grandes cantidades de biomasa, por lo que en virtud del rápido crecimiento de las algas, referido a la superficie, se puede obtener una cantidad desigualmente superior de lípidos, los cuales se pueden seguir elaborando a biocarburantes o análogos.

Un procedimiento del tipo mencionado anteriormente ya se ha dado a conocer en el documento WO 93/25644. En este procedimiento para la obtención de lípidos se emplean como materia bruta algas unicelulares (microalgas), pero también macroalgas con un contenido de agua ≤ 50% en peso. Para la extracción de los lípidos, según la descripción de este documento, se utilizan sobre todo disolventes orgánicos miscibles con agua, tales como alcoholes de cadena corta, citándose sin embargo también gases comprimidos tales como, por ejemplo, propano, el cual representas un gas no miscible con agua. En el documento WO 93/25644 se citan en las reivindicaciones ciertamente contenidos de agua del material de extracción de hasta 50% en peso, sin embargo los ejemplos de ejecución de esta solicitud se refieren a aplicaciones en las cuales el contenido de agua del material de algas, el cual en general es harina de algas, de macroalgas, es esencialmente más bajo. Se trata especialmente de que las macroalgas antes de su molienda se secan para conseguir un contenido de agua inferior a 50% en peso. Evidentemente, en estos ejemplos los contenidos de agua se refieren, por lo tanto, al contenido de agua de las propias células de las algas. No obstante, lo problemático aquí es que las algas procedentes de un cultivo acuático tuvieron que ser secadas para la extracción bajo considerables costes de energía y tiempo para alcanzar los contenidos de agua requeridos y poder llevar a cabo la extracción de forma rentable.

Por lo tanto, es objeto de la presente invención mejorar de tal modo un procedimiento del tipo mencionado anteriormente, para que suspensiones acuosas de biomasa, y especialmente suspensiones de algas abiertas, puedan ser extraídas utilizando disolventes no miscibles con agua sin etapas de secado previas, para la obtención de lípidos, por lo que se debe conseguir una rentabilidad incrementada de la obtención de lípidos a partir de algas.

Para la solución de este problema, el procedimiento del tipo mencionado anteriormente se ha seguido desarrollando en el sentido de que la suspensión, con una proporción de biomasa de hasta 50% en peso, se introduce a presión de forma continua en un extractor de capa fina resistente a la presión, se forma una fina película de la suspensión en la camisa cilíndrica interior del extractor, la fina película se pone en contacto con el disolvente, el cual en el extractor de capa fina se presenta en estado líquido o supercrítico, la fina película con ayuda de un rotor dispuesto en el extractor se aplica mecánicamente, por lo que la fina película de la suspensión se renueva continuamente por la aplicación mecánica sobre al menos una parte del grosor de capa de la fina película, la suspensión en el intersticio de forma anular entre la camisa interior del extractor y el perímetro exterior del rotor se comprime hacia abajo y el disolvente cargado con los lípidos extraídos se evacúa del extractor, a continuación de lo cual el disolvente, de forma isobara por intercambio de fases o por descompresión, se recupera a partir de la solución de disolvente y lípidos, y los lípidos extraídos se separan. De modo diferente que en el estado de la técnica, en la presente invención se puede presentar en la suspensión una proporción más baja de algas, respectivamente de biomasa, y especialmente la proporción puede ser tan baja que, después de la recolección de las algas, es suficiente llevar a cabo simplemente una sedimentación de las algas y, después de una apertura celular, emplear las algas sedimentadas directamente para la extracción, aportándose las algas abiertas conforme a la invención a un extractor de capa fina, en el cual la suspensión de algas, respectivamente la suspensión de otra biomasa, se aplica en una fina capa sobre una superficie y, por ello, las algas abiertas y, por lo tanto los lípidos contenidos en las algas, se ofrecen a la entrada del disolvente. Por el empleo de un extractor de capa fina que funciona de forma continua, se compensa por consiguiente la elevada proporción de agua, en sí problemática, puesto que el disolvente en virtud del enorme incremento de superficie en el extractor de capa fina puede llegar fácilmente a las gotitas de grasa procedentes de la apertura de las algas. Por el hecho de que se elige un disolvente que no es miscible con agua, presentándose el disolvente en el extractor de capa fina en estado líquido o supercrítico, no se pierde disolvente alguno en la gran cantidad de agua en el extractor de capa fina, lo cual sería precisamente el caso en la utilización, por ejemplo de dióxido de carbono. Por lo tanto, se puede recuperar prácticamente todo el disolvente empleado para la extracción de los lípidos y reciclarlo al extractor de capa fina para su reutilización. Por evaporación o descompresión en un sistema de separación quedan retenidos por lo tanto los lípidos de las algas y se pueden seguir elaborando de forma correspondiente.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

Por un extractor de capa fina, como el que se emplea en la presente invención, se debe entender un dispositivo como el que se deduce del documento WO 2004/018070 A1. Un extractor de capa fina de este tipo presenta un reactor resistente a la presión con al menos una abertura de alimentación para la suspensión de biomasa, respectivamente de algas, que se ha de tratar, y del agente de extracción comprimido, así como las correspondientes aberturas de evacuación, desembocando la abertura de alimentación para la suspensión de algas a tratar en la camisa interior del reactor, y en el interior del reactor está dispuesto un rotor cuyos brazos radiales actúan conjuntamente con la película de suspensión de algas en la camisa interior del reactor. Por la utilización de un reactor, en cuyo interior hay dispuesto un rotor, se crea la posibilidad de producir la acción mecánica por la acción adicional de fuerzas centrífugas, por lo que puede tener lugar una rotación correspondientemente rápida para la aplicación de la deseada fuerza centrífuga. Al mismo tiempo, el rotor crea las herramientas para una elaboración mecánica de la capa fina, las cuales en el caso más simple pueden estar formadas por espátulas, rodillos, cuchillas niveladoras o análogas. En principio, este tipo de extractores de capa fina son adecuados para la elaboración de materias primas con contenido relativamente elevado de sustancias sólidas, en donde conforme a la enseñanza del documento WO 2004/018070 se ha previsto como disolvente sobre todo dióxido de carbono. En el caso de las materias primas a elaborar conforme a la invención, las cuales para alcanzar la deseada rentabilidad de la extracción de suspensiones de algas presentan un contenido de sustancias sólidas muy bajo, se ha previsto sin embargo conforme a la invención utilizar en un extractor de este tipo en lugar de dióxido de carbono, el cual se mezcla con aqua, un disolvente no miscible con aqua, para no perder disolvente alguno en la gran cantidad de aqua. Un aspecto colateral positivo en la utilización de este tipo de disolventes se encuentra, además, en que en virtud de las condiciones de extracción esencialmente más moderadas, disminuyen la complejidad técnica y, por lo tanto, los costes del procedimiento.

El extractor de capa fina que se debe emplear conforme a la invención, en comparación al dispositivo conforme al documento WO 2004/018070, se puede equipar con elementos constructivos especiales, los cuales serán comentados más abajo.

Para conseguir una separación sencilla del disolvente de los lípidos extraídos, el procedimiento se ha seguido perfeccionando conforme a una forma de ejecución ventajosa de la presente invención, de modo que como disolventes se emplean alcanos de cadena corta, especialmente propano. Los alcanos de cadena corta como, por ejemplo, propano, en las condiciones previstas en el extractor de capa fina conforme a la invención y especialmente en condiciones en las que el disolvente se presenta en estado liquido, respectivamente supercrítico, presentan excelentes propiedades de disolución para los lípidos que se han de extraer, pero al mismo tiempo ofrecen la ventaja de que, cuando la solución a base de disolvente y lípidos extraídos se descomprime, solo se puede observar una solubilidad muy baja de los disolventes en los lípidos extraídos, de manera que por transferencia del disolvente a la fase gaseosa se llega a una sencilla recuperación del disolvente y a una separación prácticamente completa de los lípidos deseados. En el caso de la utilización de disolventes aún más lipófilos se conseguirían ciertamente resultados de extracción igualmente buenos, pero una separación de disolventes y lípidos solo sería posible con un coste incrementado, por ejemplo a temperaturas incrementadas y/o presión reducida. El procedimiento conforme a la invención, conforme a esta forma de ejecución preferida ofrece por lo tanto la posibilidad de utilizar suspensiones de algas sin secado previo para la extracción de lípidos, teniendo que ser descomprimida solamente la solución de disolvente y lípidos para separar los lípidos y recuperar el disolvente para una nueva utilización en la extracción.

En principio, el procedimiento conforme a la invención se puede aplicar a todas las suspensiones posibles de algas, respectivamente de biomasa, las cuales presenten un correspondiente grado de finura, respectivamente que fueron sometidas a una adecuada apertura celular, para lo cual sin embargo el procedimiento se ha perfeccionado preferentemente en el sentido de que como materia prima de algas se emplean microalgas. Las microalgas con un tamaño de aproximadamente 20 µm, y menos, se pueden cultivar de manera sencilla y economizando espacio y, sin la necesidad de una fragmentación mecánica, se pueden aportar a un apertura celular para la liberación de los lípidos. Las microalgas presentan en este caso una proporción de lípidos particularmente elevada del 50% en peso y en parte aún mayor, y el incremento de la proporción de algas, respectivamente proporción de sustancia sólida en la suspensión de algas, deseado para la extracción, se puede efectuar después de la recolección de las algas a partir de un recipiente de cultivo, por ejemplo simplemente por sedimentación y decantación del agua sobrenadante. Esencial para la rentabilidad, como ya se ha mencionado, es que el coste para la preparación de las algas antes de la extracción se mantenga lo más bajo posible. Por lo tanto, el procedimiento conforme a la invención se ha perfeccionado ventajosamente de forma que la proporción de algas en la suspensión de algas sea 5-40% en peso, especialmente 10-35% en peso, preferentemente 15-30% en peso y, de modo especialmente preferido, 20-25% en peso, pudiendo alcanzarse sin más tales proporciones de algas, respectivamente de sustancia sólida, con la sedimentación de las algas, anteriormente descrita, a partir de la solución de cultivo, respectivamente en todo caso por aplicación de una filtración gruesa o análoga.

Como ya se ha mencionado anteriormente, en el procedimiento conforme a la invención se ha previsto someter las algas o también otra biomasa a una apertura celular, para que los lípidos contenidos en las células tengan libre acceso al disolvente. En este caso, se procede preferentemente de modo que la apertura celular de las algas tenga

lugar enzimáticamente mediante celulasas, pudiendo haberse previsto también conforme a una forma de ejecución preferida de la presenta invención, que las algas se abran mecánicamente, cuando se trata de elaborar macroalgas.

En la aplicación del procedimiento conforme a la invención se obtienen como extracto lípidos de alto valor, pero para la utilización de los lípidos como aditivo alimentario sería necesaria una rigurosa separación de los restos de disolvente remanentes en los lípidos, eventualmente después de la descompresión. Sin embargo, un costoso refinado de este tipo se puede evitar, si conforme a una forma de ejecución preferida de la presente invención los lípidos extraídos se siguen elaborando por esterificación a biodiesel y/o por craqueo a otros carburantes. Restos de alcanos de cadena corta tales como, por ejemplo propano o butano en los lípidos extraídos no son problemáticos en el caso de seguir elaborándolos a carburantes, de manera que se consigue un incremento adicional de la rentabilidad del procedimiento conforme a la invención. La elaboración ulterior a los citados carburantes se efectúa en este caso según métodos conocidos en el estado de la técnica.

5

10

15

30

35

40

45

50

55

60

Conforme a una forma de ejecución de la presente invención, se procede preferentemente de modo que los residuos de la extracción se siguen elaborando por fermentación a bioetanol, respectivamente a biogas. Como ya se ha mencionado, el cultivo de algas proporciona enormes cantidades de biomasa, representando los lípidos tan solo una parte de la sustancia aprovechable. Los residuos de la extracción, constituidos sobre todo por hidratos de carbono pero también por otras partes de la pared celular y por componentes de los orgánulos celulares, se pueden aprovechar igualmente con procedimientos conocidos, por lo cual se genera nuevamente un mayor aprovechamiento.

En el caso del extractor de capa fina que se emplea conforme a la invención, se aplica una fina capa del material a extraer sobre una superficie, habiéndose previsto conforme a la invención que la fina película de la suspensión de algas en el extractor de capa fina, por aplicación mecánica sobre al menos una parte de grosor de capa de la fina película, se renueva constantemente. Por esta continua renovación de la película y su elaboración mecánica por fuerzas de cizalla y laminación que se ejercen sobre la película por las herramientas en rotación del extractor de capa fina, se asegura que a pesar de la escasa proporción de materia sólida los componentes de las algas de las algas abiertas salen a la superficie una y otra vez y, con ello, se ponen en contacto con el disolvente líquido o supercrítico, de modo que puede tener lugar una extracción más o menos cuantitativa de los lípidos.

A continuación, la invención se explicará más detalladamente con ayuda de un ejemplo de ejecución representado en las figuras. En éste, la fig. 1 muestra una representación esquemática del procedimiento conforme a la invención y la fig. 2, una representación esquemática del extractor de capa fina empleado conforme a la invención.

En la fig. 1 se simboliza un depósito para el cultivo de algas (S1). En este caso, un depósito de este tipo se puede situar en una zona plana próxima a la costa, por ejemplo en una antigua salina, pero también cabe pensar en otras formas cualesquiera de cultivo acuático. En especial, últimamente se hacen esfuerzos en el sentido de cultivar algas en tubos, debiendo delimitar estos tubos el grosor de capa de la suspensión de algas para posibilitar la entrada de la luz solar a las algas en todo el volumen de la suspensión. Para su crecimiento las algas necesitan, junto a algunos pocos nutrientes, los cuales sin la acción del hombre se encuentran sin embargo en el agua marina, también dióxido de carbono que se toma del aire. Después de una suficiente fase de crecimiento se pueden recolectar las algas, lo cual puede tener lugar por ejemplo semanalmente. A continuación, las algas se enriquecen, por ejemplo por sedimentación o filtración (S2), por lo que se incrementa el contenido de materia sólida de la suspensión de algas. El agua sobrenadante se puede separar, por ejemplo por decantación, de manera que se dispone de una adecuada papilla de algas para la extracción (S5). Antes de la extracción tienen lugar todavía una homogeneización (S3) y, sobre todo, una apertura celular (S4) para disponer los lípidos a la libre entrada del disolvente. En la siguiente etapa tiene lugar la extracción (S5) en un reactor de capa fina, tal como ya se ha descrito y que se representa más detalladamente en la fig. 2. En la extracción (S5) se extraen los lípidos de la suspensión de algas abiertas y después de descomprimir la solución a base de disolvente y lípidos, los lípidos se obtienen en forma de un aceite (S6), mientras que el disolvente sale en forma de gas del extracto y se puede reciclar de nuevo al extractor de capa fina. Como productos secundarios se obtienen, además, sustancias lipófilas bioactivas (S7). Las algas desaceitadas forman un residuo de extracción (S8), cuyas biomoléculas, tales como hidratos de carbono, se pueden seguir elaborando por fermentación (S9), por ejemplo a bioetanol (S10), respectivamente a biogas (S11). Las sustancias residuales remanentes se pueden emplear como pienso para animales (S12). Alternativamente, el residuo de la extracción se puede reciclar al depósito de cultivo de algas (S1). A partir del aceite extraído (S6) se pueden obtener por esterificación (S13) biodiesel (S14) o por craqueo (S15), otros carburantes (S16).

En la fig. 2 se representa ahora más detalladamente el extractor de capa fina utilizado conforme a la invención. En la fig. 2 se caracteriza con 1 un reactor resistente a la presión configurado de forma cilíndrica, respectivamente tubular El reactor 1 se puede cerrar de forma estanca a la presión mediante un elemento de tapadera 2 y un elemento de fondo 3, efectuándose la unión a través de las bridas 4 y 5. En el elemento de tapadera 2 se ha dispuesto un mecanismo de agitación 6, el cual presenta un acoplamiento magnético para el accionamiento rotatorio de un eje 7 del mecanismo de agitación. El eje 7 del mecanismo de agitación está unido por su parte con el rotor 8, el cual está alojado en el interior del reactor 1 de forma que puede girar alrededor de un eje de rotación 9. La correspondiente guía, respectivamente el centrado del rotor tiene lugar a través de una espiga 10, la cual está unida sólidamente al elemento de fondo 3. El rotor 8 porta varias varillas de guía 11 dispuestas en distribución circular, las cuales sirven

ES 2 547 882 T3

para la guía de los rodillos 12 alojados de forma giratoria, de manera que en el caso de una rotación del rotor 8 alrededor del eje giratorio 9 los rodillos 12 puedan rodar a lo largo del perímetro interior 13 del reactor 1.

En la tapadera 2 se ha previsto entonces una abertura de alimentación 14 para la suspensión que se ha de tratar. La abertura de alimentación desemboca en este caso en la zona del perímetro interior 13 del reactor 1 en el espacio de forma cilíndrica del reactor. Por introducción a presión de la suspensión de algas a través de la abertura de alimentación 14 la suspensión de algas se lleva entonces al interior del reactor 1 en dirección a la abertura de salida 15, comprimiéndose hacia abajo la suspensión de algas en el intersticio anular entre el perímetro interior 13 del reactor 1 y el perímetro exterior del rotor 8. En esta zona la suspensión de algas se somete mecánicamente a la acción de los rodillos giratorios 12, de modo que se forma una película de líquido extremadamente fina entre los rodillos giratorios 12 y el perímetro interior 13 del reactor 1. El grosor de la película de líquido se determina en este caso por la separación, previamente establecida, de los rodillos 12 a la camisa interior 13 del reactor 1. Los rodillos 12 pueden presentar un perfil en forma de líneas de rosca, pero también pueden estar conformados de forma cónica, cóncava o convexa, de manera que el perfil al deslizarse a lo largo de la película de líquido favorezca al mismo tiempo ventajosamente un movimiento hacia abajo de la película de líquido en dirección de la abertura de salida 15.

5

10

15

20

30

35

En contracorriente a la suspensión de algas se introduce entonces en el reactor el agente de extracción, habiéndose señalado con 16 la correspondiente abertura de alimentación practicada en el elemento de fondo 3. El agente de extracción sube en el interior del reactor 1 y se pone en contacto intensivo con la película de líquido, por lo que la superficie de la película de líquido expuesta al agente de extracción se renueva continuamente por el proceso de batanado, respectivamente amasado producido por los rodillos giratorios 12. El agente de extracción cargado con los lípidos extraídos se puede evacuar a continuación a través de la abertura de salida 17 prevista en la tapadera 2.

Finalmente, se ha previsto una abertura 18 cerrable, a través de la cual se pueden tomar muestras o controlar diferentes parámetros del proceso durante el funcionamiento. Otra abertura del mismo tipo puede estar prevista también en el elemento de fondo 3.

El reactor resistente a la presión está rodeado, además, por camisas de calefacción, respectivamente refrigeración 19 y 20, por las cuales puede circular un líquido de calefacción, respectivamente refrigeración y especialmente agua, en contra o a favor de la corriente con el líquido, respectivamente dispersión a tratar.

En las figuras 3, 4, 5 y 6 se muestran extractores de capa fina modificados, que trabajan según el mismo principio que el descrito anteriormente. En el caso de estar presentes, los mismos elementos constructivos van provistos de los mismos signos de referencia. Las modificaciones se refieren sobre todo a diferentes configuraciones del rotor 8, siendo especialmente ventajosas las geometrías en forma de tornillo o de hélice, para trasladar el material a extraer por el extractor. Las elementos constructivos interiores conformes a las figuras 3, 4, 5 y 6, ulteriormente desarrolladas posibilitan, además de una extracción optimizada de las algas, la elaboración igualmente continua de cualquier tipo de suspensiones tales como con levaduras, hongos, yema de huevo y también especias y hierbas molidas y finamente suspendidas. Además de esto, se pueden elaborar también otras suspensiones de origen vegetal para la obtención de aceites etéricos y/o resinas oleaginosas y suspensiones de simientes oleosas y sus residuos de prensado, así como pulpa de frutas tales como aguacates para la obtención de aceites de frutas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la extracción de lípidos a partir de suspensiones acuosas de biomasa, especialmente de suspensiones de algas abiertas, utilizando disolventes no miscibles con agua, **caracterizado porque** la suspensión con una proporción de biomasa de hasta 50% se introduce a presión de forma continua en un extractor de capa fina resistente a la presión, se forma una fina película de la suspensión en la camisa cilíndrica interior del extractor, la fina película se pone en contacto con el disolvente, el cual en el extractor de capa fina se presenta en estado líquido o supercrítico, la fina película con ayuda de un rotor dispuesto en el extractor se aplica mecánicamente, por lo que la fina película de la suspensión se renueva continuamente por la aplicación mecánica sobre al menos una parte del grosor de la capa de fina película, la suspensión en el intersticio de forma anular entre la camisa interior del extractor y el perímetro exterior del rotor se comprime hacia abajo y el disolvente cargado con los lípidos extraídos se evacúa del extractor, a continuación de lo cual el disolvente, de forma isobara por intercambio de fases o por descompresión, se recupera a partir de la solución de disolvente y lípidos, y los lípidos extraídos se separan.

5

10

- 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolvente se emplean alcanos de cadena corta, especialmente propano.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** como materia bruta de algas se emplean microalgas.
 - 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1, 2 o 3, **caracterizado porque** la proporción de algas de la suspensión de algas es 5-40% en peso, especialmente 10-35% en peso, preferentemente 15-30% en peso y, de modo especialmente preferido, 20-25% en peso.
- 20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la apertura celular de las algas se efectúa enzimáticamente mediante celulasas.
 - 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque las algas se abren mecánicamente.
- 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** los lípidos extraídos se siguen elaborando por esterificación a biodiesel y/o por craqueo a otros carburantes.
 - 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** los residuos de la extracción se siguen elaborando por fermentación a biodiesel, respectivamente a biogas.







