

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 572 940**

51 Int. Cl.:

B01D 3/14 (2006.01)
B01D 3/38 (2006.01)
B01D 9/00 (2006.01)
C01C 1/08 (2006.01)
F26B 25/00 (2006.01)
B01D 53/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.06.2011 E 11736022 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.03.2016 EP 2585780**

54 Título: **Procedimiento para la recuperación de componentes volátiles de un sólido**

30 Prioridad:

22.06.2010 DE 102010025206

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

03.06.2016

73 Titular/es:

**FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR
FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN
WISSENSCHAFT E.V. (50.0%)**

**Hansastrasse 27c
80686 München, DE y
UNIVERSITÄT STUTTGART (50.0%)**

72 Inventor/es:

**CAMPOS, ALEJANDRA;
EGNER, SIEGFRIED;
LOHNER, ALEXANDER;
LAOPEAMTHONG, SUKHANES y
STOLL, MARIA SOLEDAD**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 572 940 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

Procedimiento para la recuperación de componentes volátiles de un sólido

5 La invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de componentes volátiles de un sólido.

En procesos convencionales de secado, por ejemplo, el secado por convención de biomasa húmeda con aire templado o caliente, se pierden valiosos componentes volátiles tales como, por ejemplo, sustancias aromáticas a través del aire de escape.

10 Con el almacenamiento de sustancias residuales orgánicas sólidas o líquidas tales como, por ejemplo, purín o estiércol se pierde amoniaco mediante volatilización. Esto es indeseado por varios motivos. En primer lugar, el amoniaco representa una materia prima valiosa, cuya fabricación sintética requiere mucha energía. En segundo lugar, el amoniaco es una sustancia perjudicial aérea y tiene un efecto nocivo para la salud a mayores concentraciones.

Resultan planteamientos similares de problemas en el caso de restos de fermentación que permanecen como residuos líquidos o sólidos durante la fermentación de biomasa para la obtención de biogás. El amonio no se degrada durante la fermentación. Una gran parte del nitrógeno del sustrato permanece en el resto de la fermentación. Debido a los procesos de degradación, la parte del nitrógeno disuelto orgánicamente se desplaza hacia el amonio, de tal manera que durante la degradación anaerobia, la parte del amonio aumenta todavía más. El nitrógeno amónico se encuentra en soluciones acuosas, dependiendo del valor de pH y de la temperatura, como ion amonio o como amoniaco. En el caso del almacenamiento y la distribución de los restos de fermentación existe, por tanto, un mayor riesgo de desgasificación de amoniaco. En el caso del secado de restos de fermentación con procedimientos convencionales de secado se producen asimismo emisiones de amoniaco.

Por el documento WO 2009/018997 A1 es conocido un procedimiento para la separación de sustancias volátiles, en particular de sustancias aromáticas. A este respecto se conduce el exceso de vapor a un condensador monoetápico y allí se licua. Entonces, el líquido resultante se conduce a un dispositivo de extracción para separar las sustancias volátiles del agua condensada. Mediante las fuerzas centrífugas y de la gravedad, las sustancias ligeras y volátiles pasan a la fase gaseosa y se acumulan en la parte superior del dispositivo. Con ayuda de un gas inerte, por ejemplo vapor (vapor saturado), son arrastrados y se evacuan a un condensador. Allí entonces se enfrían y concentran. Por otro lado, por ello, el agua se mueve hacia abajo y allí se separa.

35 La extracción térmica de agua del sólido se realiza mediante el secado con vapor sobrecalentado de agua en un circuito a presión atmosférica. Durante el secado se transfiere el contenido de humedad del sólido a la fase gaseosa. Esta humedad absorbida del sólido se convierte en exceso de vapor que se debe evacuar del espacio de secado a causa del aumento del volumen del gas en el circuito cerrado.

40 Por los documentos DE 26 15 195 A1 y EP 1 318 105 A1 son conocidos distintos dispositivos y procedimientos en los que se tratan aguas residuales con aire calentado o con vapor de agua sobrecalentado para destilar y/o recuperar las sustancias presentes en las aguas residuales.

45 En el documento DE 43 26 468 A1 se describe la recuperación de componentes volátiles de vapor de agua descargados después de la condensación de la fase vapor de una corriente parcial retirada de vahos a la fase líquida acuosa. La separación de las mezclas de sustancias condensadas mediante la posterior condensación hasta dar la fase líquida de agua y los componentes volátiles de vapor de agua descargados se realiza mediante procedimientos de separación por membrana.

50 Por el documento WO 93/15816 A1 es conocido un procedimiento para desechar vahos durante el secado con vapor caliente con todas las características del preámbulo de la reivindicación 1. Este procedimiento presupone una preparación que contiene agua de sustancias valiosas que, entonces, se seca con vapor caliente. Para esto se necesita mucho vapor caliente.

55 La invención se basa en el objetivo de facilitar un procedimiento mejorado para la recuperación de componentes volátiles de un sólido que necesite menos energía.

El procedimiento de acuerdo con la invención tiene la ventaja de que se separa una gran parte del agua de antemano mediante un procedimiento mecánico. Se puede separar el agua superficial libre de sólidos mediante procedimientos mecánicos muy sencillos tales como, por ejemplo, sedimentación, filtración o decantación. A este respecto, el gasto energético es claramente menor que la separación térmica mediante evaporación. Cuanta más humedad se pueda retirar del sólido antes del secado térmico con vapor de agua sobrecalentado, menor será la necesidad de energía para ello. Una deshidratación mecánica previa reduce los costes del secado con vapor sobrecalentado.

65

En este caso, son iones adecuados para la separación de las sustancias volátiles por cristalización sobre todo aquellos que forman con los componentes volátiles en una reacción química una sal difícilmente soluble. Por ejemplo, amoníaco que reacciona con ácido sulfúrico concentrado hasta dar sulfato de amonio. La sal obtenida de este modo se puede usar como fertilizante para suelos pobres en nitrógeno.

5 Pero es concebible también una adición de iones que desplacen el equilibrio de fases de tal manera que el componente disuelto en la fase líquida precipite mediante cristalización como un sólido. A continuación se puede separar este sólido mediante un sencillo procedimiento mecánico (de separación).

10 De forma ventajosa se propone que el procedimiento de acuerdo con la invención se aplica para la recuperación de amoníaco de sólidos orgánicos. El sólido secado se puede emplear ventajosamente como fuente de distintos nutrientes tales como, por ejemplo, fósforo, potasio, calcio y, a causa de la parte de sustancia orgánica, como mejorador del suelo. Gracias a la extracción de agua y de la reducción que esto conlleva del volumen, se reduce claramente la cantidad de sustancias residuales orgánicas que se deben almacenar y transportar. Por ello se ahorran costes de almacenamiento y de transporte. Además, en un secado con temperaturas de proceso superiores a 100 °C se pueden destruir patógenos en sustancias residuales orgánicas.

20 Gracias al procedimiento de acuerdo con la invención se separa ventajosamente amoníaco de sólidos orgánicos. Por ello se reducen significativamente las emisiones de amoníaco y, por tanto, una molestia por olores durante el almacenamiento o la distribución sobre el suelo de purín, estiércol, restos de fermentación y lodo de depuradora.

25 El procedimiento de acuerdo con la invención trabaja incluso mejor cuando los sólidos de origen orgánico se someten a un tratamiento previo biológico, preferentemente anaerobio. En procesos de degradación anaerobia tales como, por ejemplo, descomposición o fermentación, la mayor parte del nitrógeno del sustrato permanece en el resto de fermentación. Debido a los procesos de degradación se desplaza la parte del nitrógeno disuelto orgánicamente al amonio. Gracias al procedimiento de acuerdo con la invención se separa el amoníaco del sólido, de tal manera que el mismo representa un fertilizante rico en fosfato.

30 La recuperación dirigida del amoníaco mediante el procedimiento de acuerdo con la invención posibilita la obtención por separado de un fertilizante mineral rico en nitrógeno. Con ello, en fertilizantes se puede ajustar una relación adecuada de nitrógeno/fosfato que está adaptada, ventajosamente, a la necesidad de las plantas y a la naturaleza del suelo y, por tanto, evita una fertilización excesiva.

35 Se pueden obtener otras ventajas y configuraciones ventajosas de los siguientes dibujos, de su descripción y de las reivindicaciones. Todas las características desveladas en los dibujos, en su descripción y en las reivindicaciones pueden ser esenciales para la invención tanto en solitario como en cualquier combinación entre sí.

Los dibujos muestran en una representación esquemática:

40 La Figura 1, la combinación de acuerdo con la invención de secado con vapor sobrecalentado y separación de las sustancias volátiles contenidas en el vapor
 La Figura 2, un proceso antepuesto al secado para una separación de una fase líquida
 La Figura 3, un proceso de degradación biológica antepuesto al secado
 La Figura 4, una primera variante, no perteneciente a la invención, para la separación de las sustancias
 45 volátiles contenidas en el vapor
 La Figura 5, una segunda variante, no perteneciente a la invención, para la separación de las sustancias volátiles contenidas en el vapor
 La Figura 6, la separación de acuerdo con la invención de las sustancias volátiles contenidas en el vapor.

50 La Figura 1 muestra la combinación de secado y posterior separación de los componentes volátiles. Las sustancias sólidas 10 se suministran a un secado con vapor de agua 12 sobrecalentado. El producto de secado se expone, a este respecto, a una atmósfera de vapor de agua con una temperatura por encima de la temperatura de ebullición (vapor de agua sobrecalentado), se calienta y cede su humedad en forma de vapor de agua a la atmósfera de vapor de agua sobrecalentado.

55 El vapor de agua sobrecalentado, temperatura superior a 120 °C a presión atmosférica, absorbe la humedad y, a este respecto, se enfría gracias a la cesión de calor de evaporación. Este calor se suministra de nuevo al vapor de agua mediante un calefactor, por lo que se mantiene una temperatura teórica y es posible una absorción adicional de agua. Junto con la humedad pasan también componentes volátiles de las sustancias sólidas a la fase gaseosa. Atrás queda el sólido 16 secado. En otra etapa de procedimiento 18 se separan los componentes volátiles de la fase gaseosa 14. Mediante las Figuras 4 - 6 se explica con más detalle los posibles procesos que incluye la etapa de procedimiento 18.

65 En la Figura 2 está representado un tratamiento previo para una mezcla 20 de sustancias líquidas y sólidas. Antes del secado con vapor sobrecalentado 12 se retira el líquido libre mediante un procedimiento mecánico adecuado para la separación sólido/líquido 22 de las sustancias sólidas 10, que a continuación se deben secar. Son

procedimientos mecánicos adecuados, por ejemplo, filtración, sedimentación, decantación, etc. La fase líquida 24 separada a este respecto se suministra a otro tratamiento convencional, no representado en las figuras.

El proceso 26 representado en la Figura 3 incluye un tratamiento previo biológico que se aplica para sustancias residuales de origen orgánico 28. Se emplean preferentemente procesos anaerobios 26 tales como, por ejemplo, una fermentación de biomasa para la obtención de biogás o una descomposición de lodos de depuradora. Mediante los procesos anaerobios 26, el nitrógeno unido orgánicamente se convierte en amonio que no se degrada mediante la fermentación y, por tanto, queda acumulado en los restos de fermentación 30. Los restos de fermentación 30 del tratamiento previo biológico forman una mezcla 20 de sustancias líquidas y sólidas que se someten a la separación sólido/líquido 22 descrita en la Figura 2 antes de que se suministren las sustancias sólidas 10 de los restos de fermentación 30 al secado con vapor sobrecalentado 12. La Figura 4 muestra, como una posible variante de la etapa de procedimiento 18 de acuerdo con la invención para la separación de componentes volátiles 32 de la fase gaseosa 14, una condensación fraccionada, una denominada rectificación. En este procedimiento de separación térmico se aprovecha el hecho de que, en caso de una evaporación de una mezcla de líquidos, la concentración de las sustancias individuales en el gas y en la fase líquida está establecidas por la temperatura y la presión y con un contacto suficientemente largo de gas y líquido se ajusta un equilibrio de fases. La rectificación se puede realizar en una columna o mediante una conexión, uno detrás de otro, de varios licuefactores.

La Figura 4 muestra una columna de rectificación 34 que comprende un recipiente cilíndrico 36 con deflectores, que intensifican un intercambio de calor y sustancias. Los deflectores pueden estar realizados como rellenos, cuerpos de llenado a granel sueltos o, tal como está representado en la figura, como fondos 38. La fase gaseosa 14 se introduce en el punto de la columna de rectificación 34 en el que existe un equilibrio de fases correspondiente a la fase gaseosa 14. El líquido que se encuentra sobre el fondo 38 condensa de la fase gaseosa 14, una mezcla con una concentración de componentes volátiles correspondiente al equilibrio de fases existente. El calor de condensación que se libera a este respecto evapora al mismo tiempo una mezcla con una mayor concentración de componentes volátiles 32 que, a su vez, fluye a través de las aberturas del fondo 38, situado por encima, al líquido que se encuentra por encima. Hacia la cabeza 40 se concentran los componentes volátiles 32 y allí se pueden retirar, mientras que se devuelven los componentes de mayor punto de ebullición. En el fondo 42 se acumula el componente 44 de mayor punto de ebullición y se puede retirar.

Con una conducción adecuada del proceso, en particular el ajuste de las relaciones de presión y temperatura en la columna de rectificación 34, se puede extraer en cada fondo 38 aquel componente de la fase de gas 14 suministrada cuya temperatura de ebullición se corresponde con aquella que existe en el correspondiente fondo 38.

La Figura 5 muestra otra posible variante de la etapa de procedimiento 18 para la separación de componentes volátiles de la fase gaseosa 14. Está representado un aparato 46 de la técnica del procedimiento para el lavado de gas. Comprende un recipiente cilíndrico 48. La fase gaseosa 14 se añade y se distribuye a través de deflectores, no representados con mayor detalle en la figura, uniformemente en el recipiente 48. Se añade a contracorriente un líquido de lavado 50, por ejemplo, ácido sulfúrico y se distribuye finamente mediante medidas constructivas correspondientes tales como, por ejemplo, una tobera 54. Como alternativa, la fase gaseosa 14 se puede introducir también directamente en el líquido de lavado 50. Mediante reiterados procesos de mezcla y separación de la fase gaseosa 14 con el líquido de lavado 50 con formación de equilibrios de fases, los componentes volátiles de la fase gaseosa 14 reaccionan con el líquido de lavado 50. El producto de reacción, por ejemplo, sulfato de amonio, se acumula en un fondo 56 del recipiente 48 y allí se puede retirar. En una cabeza 58 del recipiente 48, la corriente de gas 60 depurada abandona el aparato 46.

La etapa de procedimiento 18 de acuerdo con la invención está representada en la Figura 6 y prevé condensar la fase gaseosa 14 mediante un dispositivo 62 adecuado y cristalizar a continuación los componentes volátiles disueltos en una fase líquida 64 mediante adición 66 de iones adecuados. En un ejemplo de realización, el componente volátil es amoniaco, que reacciona con adición 66 de fósforo y sales de magnesio hasta dar fosfato de magnesio y amonio. La sal producida mediante una reacción química se puede separar como sólido 68 mediante procedimientos mecánicos convencionales de la fase líquida 64.

Al final del procedimiento de acuerdo con la invención y de todas las variantes que se han descrito anteriormente de tratamiento previo y posterior, el sólido seco 16, los componentes volátiles, en forma gaseosa, líquida o, como producto de reacción, en forma sólida, así como el agua destilada que procede del vapor de secado y de la humedad del sólido se encuentran separados unos de otros.

Básicamente, el procedimiento de acuerdo con la invención es adecuado para la recuperación de todos los componentes volátiles que, mediante vapor sobrecalentado, pasan a la fase gaseosa 14 y que se pueden separar de esto mediante procedimientos térmicos, químicos o mecánicos adecuados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la recuperación de componentes volátiles de un sólido (10), **caracterizado por** las siguientes etapas del procedimiento:

- 5
- separación de una fase líquida (24) antes del secado del sólido (10) con vapor de agua sobrecalentado mediante un procedimiento mecánico (22),
 - a continuación, secado (12) del sólido (10) mediante vapor de agua sobrecalentado,
 - retirada del exceso de vapor (14) de un circuito cerrado,

10

caracterizado por que

- la recuperación (18) de los componentes volátiles de la fase gaseosa (14) se realiza mediante
- condensación del exceso de vapor (14) y
- cristalización de los componentes volátiles disueltos en una fase líquida (64) mediante adición (66) de iones adecuados.

15

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** se usa para la separación de amoníaco de sólido (10) de origen orgánico.

20

3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el sólido (10) de origen orgánico se somete a un tratamiento previo (26) biológico, preferentemente anaerobio.

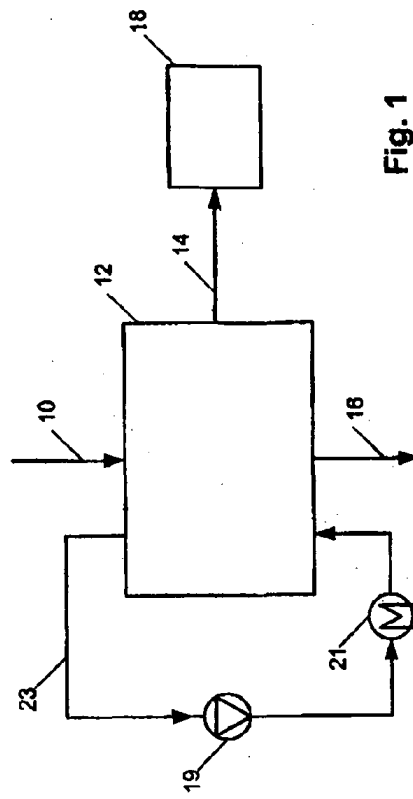


Fig. 1

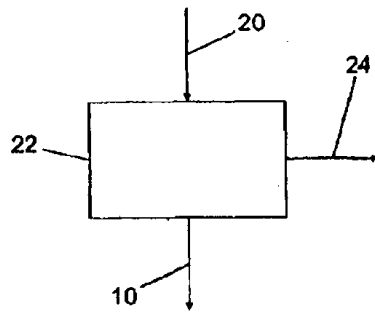


Fig.2

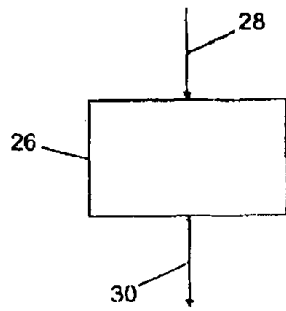


Fig.3

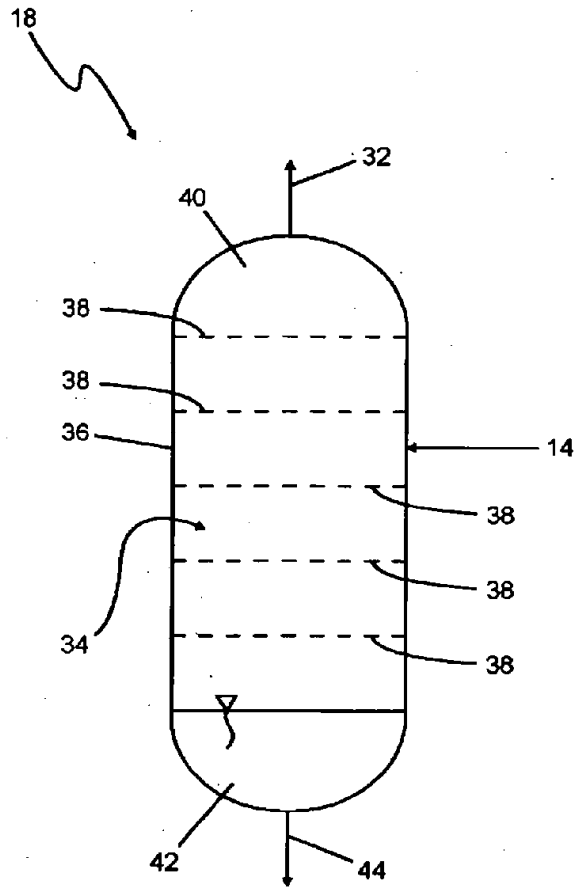


Fig.4

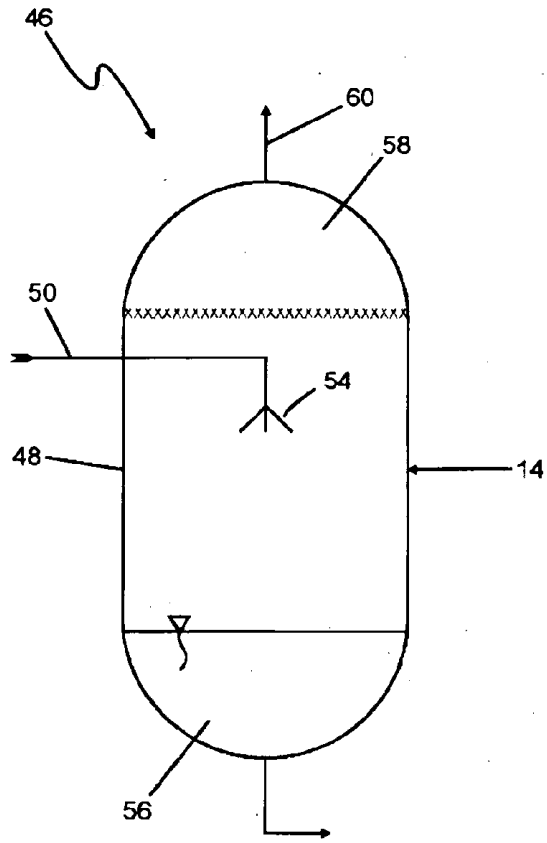


Fig.5

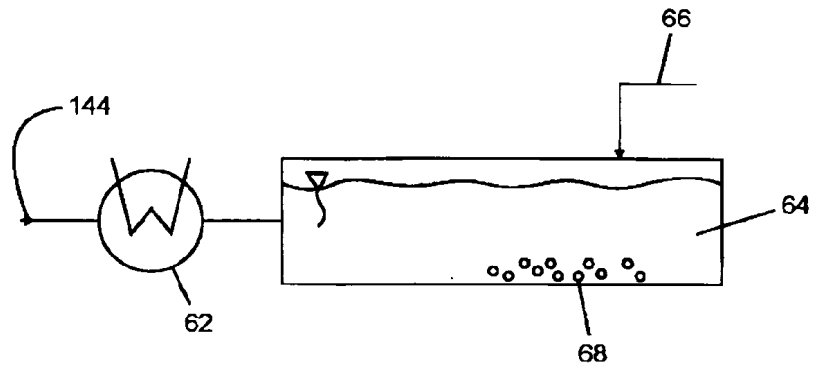


Fig.6