

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 590 552**

51 Int. Cl.:

C11B 13/04 (2006.01)
B01J 20/14 (2006.01)
C11B 7/00 (2006.01)
B01J 20/34 (2006.01)
B01J 20/10 (2006.01)
B01J 20/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.09.2013** **PCT/EP2013/069898**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.04.2014** **WO14048943**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.09.2013** **E 13766327 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.06.2016** **EP 2900367**

54 Título: **Proceso para regenerar un auxiliar de filtración usado en un proceso de winterización**

30 Prioridad:

27.09.2012 EP 12186291

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.11.2016

73 Titular/es:

**BUNGE NÖVÉNYOLAJIPARI ZÁRTKÖRÜEN
MUKÖDO RÉSZVÉNYTÁRSASÁG (100.0%)
Váci út 33
1134 Budapest, HU**

72 Inventor/es:

**KEMENY, ZSOLT;
GOLINSKI, STÉPHANE;
BEREZNEV, OLEG y
MAKARENKO, ANDREY**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 590 552 T3

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

DESCRIPCIÓN

Proceso para regenerar un auxiliar de filtración usado en un proceso de winterización.

- 5 La presente invención se refiere a un proceso para regenerar auxiliares de filtración usados en un proceso de winterización del aceite.

10 Los aceites vegetales crudos contienen ciertos componentes e impurezas que pueden causar una apariencia y/o gusto indeseados en el aceite refinado final. Por eso, la conversión de los aceites vegetales crudos en un producto de aceite refinado de alta calidad requiere varias etapas de tratamiento que incluyen el desgomado, la neutralización, la predesparafinación, el desgrasado, el blanqueado, la winterización y la desodorización.

15 Los aceites vegetales crudos pueden contener, en particular, ceras que son ésteres de cadenas largas de ácidos grasos que contienen de 20 a 28 átomos de carbono y cadenas largas de alcoholes grasos que contienen de 22 a 30 átomos de carbono. Por ejemplo, el aceite de girasol crudo que se obtiene después de prensar y extraer las semillas puede contener hasta 1500 mg/kg ceras.

20 Aunque estas ceras son solubles en aceite, tienden a cristalizarse a temperatura ambiente o inferior, causando turbidez en el aceite final refinado, mientras que los productos de aceite refinado embotellado deben permanecer cristalinos durante el almacenamiento y la aplicación.

25 La presencia de ceras cristalizadas en el aceite refinado final hace que la apariencia del aceite sea inaceptable y reduzca su valor comercial. Por eso, se requiere eliminar las ceras de los aceites vegetales crudos, de manera que el aceite refinado final permanezca claro a temperatura de almacenamiento.

Existen dos procedimientos principales para extraer la cera de los aceites: la desparafinación húmeda y la desparafinación seca. Cuando se refina el aceite se pueden usar uno o ambos procesos, dependiendo del contenido de cera inicial del aceite crudo y de toda la tecnología de refinación usada.

30 La desparafinación húmeda, a menudo referida como predesparafinación, consiste en enfriar aceite en la presencia de una fase de agua permitiendo la cristalización de la cera en una serie de tanques de retención. A continuación, se extraen los cristales formados mediante centrifugación.

35 La desparafinación seca, a menudo referida como proceso de winterización, consiste en enfriar aceite, permitiendo así la cristalización de la cera en una serie de tanques de maduración y cristalización. Luego se extraen los cristales formados mediante filtración. Los procesos de winterización generalmente se llevan a cabo usando filtros de hoja de presión horizontal. Sin embargo, también se pueden usar filtros verticales.

40 Los auxiliares de filtración se usan para facilitar el proceso de winterización, ayudando en la nucleación o el sembrado de cristales y/o facilitando la filtración. Se pueden mencionar dos categorías de auxiliares de filtración:

- auxiliar de filtración inorgánico, entre los cuales, perlita y tierra de diatomeas;
- auxiliar de filtración orgánico, entre los cuales, celulosa.

45 La incorporación del auxiliar de filtración al aceite que tiene que ser winterizado se puede realizar de varias maneras. Generalmente, es preferible añadir de manera continua una primera parte del auxiliar de filtración al aceite que tiene que ser winterizado para facilitar la cristalización. Típicamente, esta parte del auxiliar de filtración se añade al primer tanque de cristalización por medio de una dosificadora de tornillo.

50 Después de un tiempo de retención determinado, generalmente de 4 a 10 horas, en una serie de tanques de cristalización puestos a una temperatura final aproximadamente de 4 a 6°C, las ceras se cristalizan y pueden separarse por filtración. Una segunda parte del auxiliar de filtración se añade, a continuación, de manera discontinua, para facilitar la filtración mediante la formación de una capa de filtrado, en la que las ceras cristalizadas quedan retenidas.

55 La etapa de filtración empieza con un prerrecubrimiento, creando una capa de auxiliar de filtración suficientemente gruesa y compacta sobre las hojas de filtración para extraer las ceras cristalizadas. Esta capa de prerrecubrimiento se forma añadiendo el auxiliar de filtración en un denominado tanque de prerrecubrimiento, desde el cual se hace circular el aceite a través del filtro hasta que queda limpio. Por consiguiente, puede empezar la filtración del aceite con las ceras cristalizadas. Antes de pasar a través de los filtros, opcionalmente se puede precalentar el aceite hasta 60 aproximadamente 15°C para conseguir una ratio de filtración adecuada. A esta temperatura, el aceite muestra una viscosidad inferior y las ceras de cristalización no se vuelven a disolver. Entonces, se desparafina el aceite cuando pasa a través del filtro, mientras que las ceras, junto con el auxiliar de filtración, quedan retenidas en las hojas de filtro. Cuando el filtro alcanza su capacidad máxima de filtración determinada por la monitorización de la presión de 65 filtración, o por la cantidad de auxiliar de filtración en las hojas, o simplemente por un tiempo prefijado, se detiene la filtración, se drena el aceite, y se elimina el aceite de la torta de filtración.

Para extraer el aceite de la torta de filtración, se sopla aire o nitrógeno a través de la torta de filtración. Opcionalmente, después de esta primera etapa, también se puede usar vapor. Posteriormente, el material al cual se le ha extraído el aceite, se extrae del fondo/cono del filtro por medio de un transportador sin fin. Tras este proceso de extracción del aceite y de una secreción de la torta de filtración, el filtro puede, por lo tanto, estar preparado para ser reutilizado en un nuevo ciclo de filtración.

Es conocido que la winterización es una de las etapas más costosas en el proceso de purificación de los aceites. Esto se debe mayormente al hecho de que unas cantidades importantes de auxiliares de filtración se tienen que añadir al aceite, generalmente se sitúan en el intervalo comprendido entre 1 y 15 kg por tonelada de aceites (es decir, entre 0,1 y 1,5% por peso). Además, el aceite se agrega fácilmente a las partículas del auxiliar de filtración, lo que conduce a una pérdida de aceite significativa. Dependiendo del tipo de auxiliar de filtración usado y del proceso de extracción del aceite implementado, se estima que se pierden entre 0,8 y 1,2 kg de aceite con cada kg de auxiliar de filtración dosificado.

Por lo tanto, los procesos para reciclar un auxiliar de filtración usado son de gran interés y valor para la industria de refinado de aceite.

La solicitud de patente internacional WO-A-2006/004454 enseña un proceso de reciclado de polvos de filtrado (o auxiliares de filtración) durante la etapa de winterización. Según este documento, se extrae el polvo de filtración usado del filtro y se regenera mezclándolo con un producto graso adicional hasta conseguir un estado pastoso. A continuación, se calienta la pasta mediante agitación hasta el punto de fusión de todas las ceras y la mezcla resultante se separa mediante centrifugación para recuperar el polvo de filtrado seco y el producto graso que contiene las ceras. Por consiguiente, la etapa de reciclado se realiza en un recipiente separado después de haber extraído el auxiliar de filtración del filtro. Para realizar la regeneración de los auxiliares de filtración, se necesita un conjunto de equipos nuevos (un recipiente para la regeneración, una centrifugadora para separar el auxiliar de filtración regenerado y el aceite), por consiguiente se incrementa el coste del proceso global y la etapa de separación resulta difícil de manejar.

Hasta la fecha, permanece la necesidad de un proceso que permita un múltiple reciclado *in situ* de un auxiliar de filtración usado, siendo así dicho proceso fácil de manejar, que permita un proceso en línea para regenerar el auxiliar de filtración dentro de los filtros de winterización. Dicho proceso también debería permitir la reducción de la cantidad de desperdicios sólidos generados durante el proceso de winterización.

Ahora se ha descubierto, sorprendentemente, que un proceso puede alcanzar los siguientes objetivos, al tiempo que sigue siendo fácil de manejar.

Por consiguiente, la presente invención se refiere a un proceso para la regeneración *in situ* de un auxiliar de filtración usado, que comprende las etapas siguientes:

- hacer circular un aceite de regeneración a través de una torta de auxiliar de filtración usada en un circuito cerrado de circulación a una temperatura comprendida entre 40°C y 100°C, en una ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) comprendida entre 0,3/1 y 12/1;
- extraer el aceite de regeneración de la torta de auxiliar de filtración usado tratada; y
- recuperar el auxiliar de filtración regenerado.

En el contexto de la presente invención:

- los términos "winterización" y "desparafinado seco" ambos designan un proceso que conduce a la separación de los aceites de las ceras por medio de cristalización y filtración;
- el término "cera" designa cualquier éster de ácidos grasos de cadena larga y alcohol de cadena larga que están de manera natural presentes en el aceite y que pueden causar turbiedad en dicho aceite;
- la expresión "circuito cerrado de circulación" designa al equipo usado para recircular el aceite de regeneración a través del filtro durante el proceso de regeneración. El circuito cerrado generalmente comprende el propio filtro, un tanque de circulación, y una bomba de circulación. También puede comprender un calentador;
- la expresión "auxiliar de filtración" designa un material usado para facilitar el crecimiento de cristales y para ayudar a la filtración durante la winterización. El auxiliar de filtración puede ser inorgánico u orgánico. Ejemplos adecuados de un auxiliar de filtración inorgánico incluyen la perlita o la tierra de diatomeas. Ejemplos adecuados de un auxiliar de filtración inorgánico incluyen la celulosa;

- la expresión "auxiliar de filtración usado" designa un auxiliar de filtración con cristales de cera en su superficie extraídos del aceite durante la winterización;
- la expresión "regenerar un auxiliar de filtración" designa un proceso que permite una desparafinación total o parcial de dicho auxiliar de filtración para obtener un material parecido al polvo listo para ser usado o reutilizado en un proceso de winterización;
- la expresión "torta de auxiliar de filtración usada" designa el auxiliar de filtración usado acumulado en las hojas de filtración durante la etapa de filtración de un proceso de winterización.

En el contexto de la presente invención, una ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) comprendida entre 0,3/1 y 12/1 significa que se necesitan de 30 a 1200 litros de aceite regenerado para regenerar 100kg de auxiliar de filtración usado.

El proceso según la presente invención permite una regeneración múltiple *in situ* de un auxiliar de filtración usado, que a la vez que es fácil de manejar, permitiendo un proceso en línea para reciclar un auxiliar de filtración dentro de los filtros de winterización y reduciendo la cantidad de desperdicios sólidos generados durante el proceso de winterización.

La presente invención se refiere a un proceso para la regeneración *in situ* de un auxiliar de filtración usado que comprende una primera etapa (etapa a)) que consiste en hacer circular un aceite de regeneración a través de una torta de auxiliar de filtración usado. Preferentemente, la presente invención se refiere a un proceso para regenerar el auxiliar de filtración usado, en el que la etapa a) se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones, interpretadas individualmente o en combinación:

- la temperatura bajo la cual circula el aceite de regeneración a través de la torta de auxiliar de filtración está comprendida entre 45°C y 85°C, más preferentemente entre 50°C y 65°C;
- el aceite de regeneración circula a través de la torta de auxiliar de filtración usado durante 5 a 60 minutos, más preferentemente durante 10 a 40 minutos, aún más preferentemente durante de 20 a 30 minutos; y/o
- la ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) está comprendida entre 0,3/1 y 12/1; más preferentemente entre 1/1 y 9/1; aún más preferentemente entre 2/1 y 6/1.

El aceite de regeneración usado en la primera etapa del proceso según la presente invención puede ser cualquier aceite vegetal no-refinado, parcialmente refinado o completamente refinado. Preferentemente, el aceite de regeneración se selecciona para que sea aceite de girasol, aceite de oliva, aceite de maíz o aceite de semilla de algodón parcialmente refinados o completamente refinados.

En una forma de realización preferida del proceso según la presente invención, el aceite de regeneración se selecciona para que sea el mismo aceite que el aceite que se ha winterizado en el proceso que ha generado el auxiliar de filtración usado.

La presente invención se refiere a un proceso para la regeneración *in situ* de un auxiliar de filtración usado que comprende una segunda etapa (etapa b)) que consiste en extraer aceite de regeneración de la torta de auxiliar de filtración usada tratada. Preferentemente, la presente invención se refiere a un proceso para regenerar el auxiliar de filtración usado en el que el aceite de regeneración es extraído de la torta de auxiliar de filtración usada tratada mediante el drenaje y posterior soplado de dicha torta. Más preferentemente, la presente invención se refiere a un proceso para regenerar el auxiliar de filtración usado en el que la etapa b) se lleva a cabo bajo las siguientes condiciones, interpretadas individualmente o en combinación:

- la torta de auxiliar de filtración usada se drena mediante aire a presión;
- la torta de auxiliar de filtración no se sopla con vapor;
- la torta de auxiliar de filtración se sopla con un medio de gas apropiado como, por ejemplo, aire, o un gas inerte entre los cuales está el nitrógeno;
- la torta de auxiliar de filtración es soplada durante de 10 a 40 minutos, aún más preferentemente durante de 20 a 30 minutos.

Al final de la etapa b) del proceso según la presente invención, la torta de auxiliar de filtración todavía contiene aceite de regeneración. Preferentemente, al final de la etapa b) del proceso según la presente invención, la torta de auxiliar de filtración usada tratada contiene entre un 35% y un 50%, más preferentemente entre un 40% y un 45% de aceite de regeneración.

La presente invención se refiere a un proceso de regeneración *in situ* de auxiliar de filtración usado que comprende una tercera etapa (etapa c)) que consiste en recuperar el auxiliar de filtración regenerado. La recuperación del auxiliar de filtración regenerado se realiza descargando del filtro dicho auxiliar de filtración regenerado. Esta etapa puede llevarse a cabo según cualquiera de los métodos conocidos clásicamente usados por el experto en la materia.

Por ejemplo, la torta de auxiliar de filtración regenerado es extraída de las hojas de filtro mediante vibración y limpieza mecánica y posteriormente, descargada por un transportador de tornillo de la tolva del filtro.

El auxiliar de filtración regenerado puede, por lo tanto, reintroducirse en el proceso de winterización de la misma manera que otro auxiliar de filtración.

Con el proceso según la presente invención, el auxiliar de filtración se puede regenerar y reutilizar en un proceso de winterización múltiples veces. Consiguientemente, con el proceso según la presente invención, la cantidad de desperdicios sólidos generada por un proceso de winterización se reduce sumamente.

Otra ventaja del proceso según la presente invención reside en que el reciclaje múltiple de auxiliares de filtración se puede realizar utilizando el mismo aceite de regeneración.

Con el proceso según la presente invención, se puede reutilizar el mismo aceite de regeneración hasta 5 veces, preferentemente hasta 3 veces para regenerar el auxiliar de filtración usado.

Finalmente, después de haber sido utilizado una o varias veces en el proceso según la presente invención, el aceite de regeneración contiene una elevada cantidad o tal cantidad de cera que permite su uso para comida, alimentación o aplicaciones no relacionadas con comida. Esto evita la necesidad de tratar el aceite de regeneración recuperado como un desperdicio.

El proceso según la presente invención se puede llevar a cabo utilizando un equipamiento de winterización ya existente. No hay necesidad de modificar significativamente las instalaciones existentes. Unas adaptaciones menores de dichas instalaciones son suficientes y no se necesita espacio de suelo extra en la planta de refinación existente.

La Figura 1 ilustra un ejemplo de una instalación que permite la implementación del proceso según la presente invención. El aceite blanqueado (A) o más generalmente el aceite que entra al proceso de winterización, se preenfía en una serie de intercambiadores de calor (no representados), y a continuación, se suministra a una serie de tanques de cristalización (1) y tanques de maduración (2).

En el proceso de winterización clásico, el auxiliar de filtración se mezcla en el aceite en el primer tanque de cristalización. En el proceso según la presente invención, el auxiliar de filtración usado regenerado se añade en este punto. A continuación, se enfría el aceite en los tanques de cristalización y maduración, donde se le permite estar durante un período de tiempo adecuado para permitir la cristalización de la cera y el cristalógeno.

El aceite con las ceras cristalizadas puede opcionalmente ser precalentado utilizando un intercambiador de calor (no representado) y a continuación, transmitido al filtro (3) previamente prerrecubierto.

El prerrecubrimiento se realiza aplicando un circuito cerrado de circulación (5): el auxiliar de filtración fresco para prerrecubrir (B) es añadido en el tanque de prerrecubrimiento (4), donde se mezcla con aceite. Esta mezcla se hace circular a través del filtro hasta que una capa de prerrecubrimiento adecuada se construye sobre las hojas del filtro. Durante la filtración, el aceite filtrado denominado aceite winterizado (D) deja el cristal de filtro claro y el auxiliar de filtración con las ceras acumuladas sobre las hojas de filtro. La regeneración del auxiliar de filtración usado tiene lugar después de la finalización de la filtración. Un determinado volumen de aceite circula en el circuito cerrado de regeneración (7), incluyendo el filtro, el tanque de circulación (6) y un intercambiador de calor (8). Dicho aceite se calienta a la temperatura de regeneración deseada usando el intercambiador de calor.

Cuando la regeneración del auxiliar de filtración ha finalizado, la circulación del aceite de regeneración en el circuito cerrado de regeneración se para y el aceite de regeneración se recoge en el tanque de circulación. A medida que el filtro se vacía en el tanque de circulación, la torta de filtro se sopla con aire o gas inerte, por ejemplo nitrógeno. El aceite que resulta del soplado también se introduce en el tanque de circulación.

El aceite recogido en el tanque de circulación puede ser utilizado en otra etapa de regeneración o puede ser extraído del circuito cerrado, enviándolo a un tanque de almacenamiento (9). Este producto secundario de aceite de regeneración ceroso puede venderse para uso adicional o reutilizarse dentro de la planta. Después del soplado, el auxiliar de filtración regenerado (E) es extraído del filtro y posteriormente, añadido de nuevo en el proceso de winterización como se ha descrito anteriormente. Como que se aplica un poco de auxiliar de filtración fresco para el prerrecubrimiento, la cantidad total de auxiliar de filtración regenerado es algo mayor que la cantidad añadida de nuevo en el proceso.

El exceso de auxiliar de filtración regenerado (F) se extrae del vapor de auxiliar de filtración regenerado y es usado

del mismo modo que el auxiliar de filtración usado en el proceso de winterización clásico.

La presente invención se ilustra a continuación de manera no limitativa por los siguientes ejemplos.

5 Ejemplo 1

La regeneración del auxiliar de filtración se realizó en una unidad de winterización industrial que funciona con aceite de girasol. Un filtro de dicha unidad se destinó a la regeneración. La ratio de filtración era de 11 t/h, 1,24 toneladas de auxiliar de filtración (el peso dado como auxiliar de filtración libre de aceite fresco) acumuladas sobre las hojas de filtro durante el período de filtración.

La regeneración del auxiliar de filtración usado empezó directamente sin vaciar el filtro, añadiendo 12 m³ de aceite desodorizado caliente (98°C) en el circuito cerrado de recirculación, que se mezcló con el aceite en el filtro. El volumen total en el circuito cerrado fue 24 m³.

El aceite en el circuito cerrado de recirculación se enfrió a 50°C durante los 25 minutos de recirculación.

El contenido de cera del aceite de regeneración se midió en diferentes tiempos durante la regeneración. Los resultados se indican a continuación en la Tabla 1. El contenido de cera en el tiempo "0" se refiere al contenido de cera del aceite introducido en el circuito cerrado de regeneración.

Tabla 1

Tiempo de regeneración (min)	Contenido de cera del aceite de regeneración (mg/kg)
0	32
15	2050
20	3620
25	4500

Después de 25 minutos de regeneración y 20 minutos de soplado con aire, el aceite de regeneración contenía 4500 mg/kg de cera y el auxiliar de filtración regenerado contenía 46% (p/p) de aceite.

De este modo, se generaron 2,31 toneladas de auxiliar de filtración (1,24 toneladas en una base sin aceite).

La ratio aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado (v/p) fue 10,4.

El auxiliar de filtración regenerado se recogió posteriormente y se añadió de nuevo al proceso de winterización, en el primer cristizador.

35 Ejemplo 2

En la unidad de winterización descrita en el Ejemplo 1, la regeneración del auxiliar de filtración se llevó a cabo en un filtro dedicado a ella como se describe a continuación.

En una serie de pruebas, la ratio de filtración fue de 10 a 11t/h, y de 1,31 a 1,44 toneladas de auxiliar de filtración (el peso dado como auxiliar de filtración sin aceite fresco) se acumuló en las hojas de filtro durante el período de filtración.

La regeneración del auxiliar de filtración usado empezó directamente sin vaciar el filtro, añadiendo 5 m³ de aceite de girasol blanqueado caliente (95-98°C) en el circuito cerrado de recirculación, que se mezcló con el aceite en el filtro.

El volumen total en el circuito cerrado fue de 17 m³.

Se instaló un intercambiador de calor en el circuito cerrado de recirculación de manera que el aceite en el circuito cerrado se calentó gradualmente hasta 80-85°C.

El contenido de cera del aceite de regeneración se midió dependiendo de la duración de la etapa de regeneración. Los resultados se indican a continuación en la Tabla 2. El contenido de cera en el tiempo "0" se refiere al contenido de cera del aceite blanqueado introducido en el circuito cerrado de regeneración.

Tabla 2

Prueba	Tiempo de regeneración (min)	Contenido de cera del aceite de regeneración (mg/kg)	Contenido de aceite del auxiliar de filtración regenerado (%)
Prueba 2.1	0	246	-
	20	6680	N/E
	40	8200	N/E
Prueba 2.2	0	260	-
	20	3800	N/E
	40	8100	N/E
Prueba 2.3	0	470	-
	40	13400	45,2
Prueba 2.4	0	470	-
	40	15300	44,1

- 5 El incremento de la temperatura del aceite de regeneración acelera el proceso de regeneración y se recupera una cantidad mayor de cera del auxiliar de filtración usado.

10 En las pruebas 2.1/2.2 y 2.3/2.4, la diferencia en el contenido de cera del aceite de regeneración después de 40 minutos de regeneración fue primordialmente debida a la diferencia en el contenido de cera del aceite blanqueado que entraba en la winterización.

En cada caso, el auxiliar de filtración regenerado tuvo una apariencia parecida al polvo y se añadió al primer cristizador del proceso de winterización.

- 15 Debido a la cantidad reducida de aceite en el circuito cerrado de regeneración, la ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) fue de 6,5 y 7,2 en la prueba 2.3 y 2.4, respectivamente.

Ejemplo 3

- 20 Se realizaron múltiples regeneraciones de un auxiliar de filtración usado bajo las condiciones experimentales indicadas en el ejemplo 2.

25 El auxiliar de filtración regenerado se añadió de nuevo al primer cristizador y a continuación, se regeneró otra vez mientras aparecía en el filtro.

Durante la prueba, solo se añadió auxiliar de filtración regenerado al primer cristizador, pero se usó auxiliar de filtración fresco para prerrecubrir los filtros.

30 En este experimento, el auxiliar de filtración se regeneró 4 veces obteniendo en cada caso una apariencia parecida al polvo.

Análisis de auxiliar de filtración regenerado y de aceite de regeneración

- 35 Después de cada etapa de regeneración, se analizaron el auxiliar de filtración regenerado y el aceite de regeneración. Los resultados se indican a continuación en la Tabla 3.

Tabla 3

Etapas de regeneración	Temperatura de regeneración (°C)	Tiempo de regeneración (min)	% (p/p) de aceite en auxiliar de filtración regenerado	Cera en aceite de regeneración (mg/kg)
1	85	40	45,0	15600
2	85	40	43,9	13700
3	85	25	39,8	6500
4	85	40	44,2	13300

- 40 Los resultados muestran que regenerar durante 40 minutos conlleva una extracción más eficiente de las ceras del auxiliar de filtración usado que si se regenera durante 25 minutos. El rendimiento de la winterización no cambió con respecto al contenido de cera del aceite winterizado.

Parámetros oxidativos

- 45 Además, para comprobar la influencia de la regeneración múltiple del auxiliar de filtración en los productos de

oxidación secundaria en el aceite completamente refinado, se determinó el valor de para-anisidina.

Por consiguiente, se evaluó el valor de para-anisidina del aceite de girasol completamente refinado después de “n” regeneraciones (n=0 significa el uso de auxiliar de filtración fresco, no regeneración). Los resultados se indican a continuación en la Tabla 4.

Tabla 4

n	Valor de para-anisidina
0	4,2
1	3,6
2	3,1
3	3,2
4	3,1

El valor de para-anisidina del aceite refinado mientras se usaba el auxiliar de filtración regenerado no se incrementó, incluso se observó una ligera disminución en el aceite desodorizado que corresponde a las dos primeras etapas de regeneración.

Esto significa que el uso del auxiliar de filtración regenerado no influye negativamente en las propiedades oxidativas del aceite refinado, sino que incluso se puede obtener una ligera mejora.

Ejemplo 4

Múltiples ciclos de regeneración con el mismo aceite de regeneración se llevaron a cabo a escala de planta piloto como se indica a continuación.

Se instaló un circuito cerrado de regeneración de laboratorio (ver Fig. 2) que consiste en un tanque intermedio (1), un filtro (2) con 269 cm² de superficie, un tanque de circulación (3), y una bomba de circulación (4).

El circuito cerrado funcionó de la siguiente manera: se añadió al filtro el auxiliar de filtración usado (C) recibido de una unidad de winterización industrial. El filtro se llenó con aceite de regeneración fresco, precalentado a la temperatura de regeneración deseada. El tanque intermedio, el filtro y el tanque de circulación también estaban templados (los puntos de entrada y salida del líquido calentado están marcados por D y E). Se aplicó gas nitrógeno (A) para alcanzar el flujo deseado a través del filtro. Posteriormente, se recogió el aceite de regeneración (B) en el tanque de circulación, desde donde avanzó hasta el tanque intermedio (también bajo presión de nitrógeno) por la bomba de circulación.

Se llevaron a cabo diez ciclos de regeneración bajo condiciones estandarizadas. La temperatura de regeneración fue de 75 °C, la cantidad de auxiliar de filtración usado fue de aproximadamente 300g, la ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) fue 6/1 en cada ciclo. El índice de flujo de aceite fue 22 l/h (20-25 l/h).

El aceite de regeneración (aceite de colza refinado que contiene menos de 10 mg/kg de cera) se hizo pasar a través de la torta de filtro mediante la aplicación de 1 bar de sobrepresión de nitrógeno. El tiempo de un ciclo de regeneración fue de 30 minutos. Se usó el mismo aceite de regeneración en cada ciclo mientras se regeneraba siempre una nueva tanda de auxiliar de filtración usado. Después de cada etapa de regeneración, se analizaron el contenido de cera del aceite de regeneración y el contenido de aceite del auxiliar de filtración regenerado. Los resultados se indican a continuación en la Tabla 5.

Tabla 5

Ciclo de regeneración	% (p/p) de aceite en auxiliar de filtración regenerado	Cera en aceite de regeneración (mg/kg)	Ratio aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado (v/p) en ciclo individual	Ratio aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado (v/p) en todos los ciclos
1	53,3	2100	6/1	6/1
2	53,7	4660	6/1	3/1
3	49,3	7640	6/1	2/1
4	52,6	9170	6/1	1,5/1
5	48,8	10900	6/1	1,2/1
6	48,7	12300	6/1	1/1

Ciclo de regeneración	% (p/p) de aceite en auxiliar de filtración regenerado	Cera en aceite de regeneración (mg/kg)	Ratio aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado (v/p) en ciclo individual	Ratio aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado (v/p) en todos los ciclos
7	48,9	13800	6/1	0,86/1
8	45,9	16100	6/1	0,75/1
9	46,3	18400	6/1	0,67/1
10	47,1	21100	6/1	0,60/1

En todas las etapas de regeneración, el material regenerado tuvo una apariencia parecida al polvo, con un contenido de aceite de 45,9-53,3%.

- 5 El contenido de cera del aceite de regeneración se incrementó gradualmente con el número de su reutilización desde 2100 mg/kg después del primer ciclo hasta 2110 mg/kg después del décimo.

- 10 El ejemplo anterior muestra que el aceite de regeneración se puede utilizar en múltiples etapas de regeneración, permitiendo una disminución eficiente de la cantidad de aceite de regeneración: siendo la ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) de 6/1 en cada ciclo de regeneración individual, la ratio (v/p) de aceite de regeneración / auxiliar de filtración usado total es consiguientemente de 0,60/1 después de diez ciclos.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la regeneración *in situ* de un auxiliar de filtración usado, que comprende las etapas siguientes:

- 5 a) hacer circular un aceite de regeneración a través de una torta de auxiliar de filtración usada en un circuito cerrado de circulación a una temperatura comprendida entre 40°C y 100°C, en una ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usado (v/p) comprendida entre 0,3/1 y 12/1,;
- 10 b) extraer el aceite de regeneración de la torta de auxiliar de filtración usada tratada; y
- 10 c) recuperar el auxiliar de filtración regenerado.
- 15 2. Proceso según la reivindicación 1, caracterizado por que el aceite de regeneración es un aceite vegetal no refinado, parcialmente refinado o completamente refinado.
- 15 3. Proceso según la reivindicación 2, caracterizado por que el aceite vegetal se selecciona para que sea aceite de girasol, aceite de oliva, aceite de maíz o aceite de semilla de algodón parcialmente refinados o completamente refinados.
- 20 4. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el aceite de regeneración se selecciona para que sea el mismo aceite que el aceite que se ha winterizado en el proceso que ha generado el auxiliar de filtración usado.
- 25 5. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el aceite de regeneración circula a través de la torta de auxiliar de filtración usada a una temperatura comprendida entre 45°C y 85°C.
- 25 6. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el aceite de regeneración circula a través de la torta de auxiliar de filtración usada durante de 5 a 60 minutos.
- 30 7. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la ratio aceite de regeneración/auxiliar de filtración usada (v/p) está comprendida entre 1/1 y 9/1.
- 35 8. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que el aceite de regeneración se extrae de la torta de auxiliar de filtración usada tratada mediante el drenado y el posterior soplado de dicha torta.
- 35 9. Proceso según la reivindicación 8, caracterizado por que la torta de auxiliar de filtración usada tratada se sopla con aire o un gas inerte.
- 40 10. Proceso según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que la torta de auxiliar de filtración usada tratada contiene entre un 35% y un 50% de aceite de regeneración al final de la etapa b).

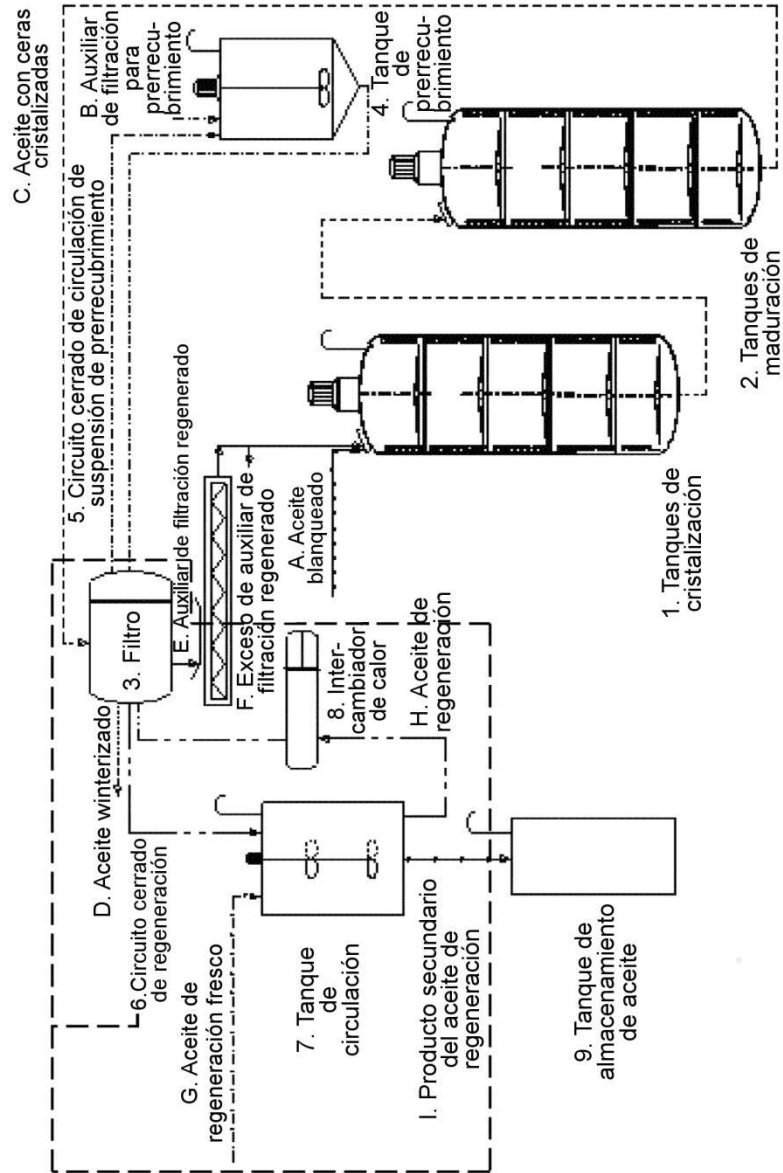


Figura 1

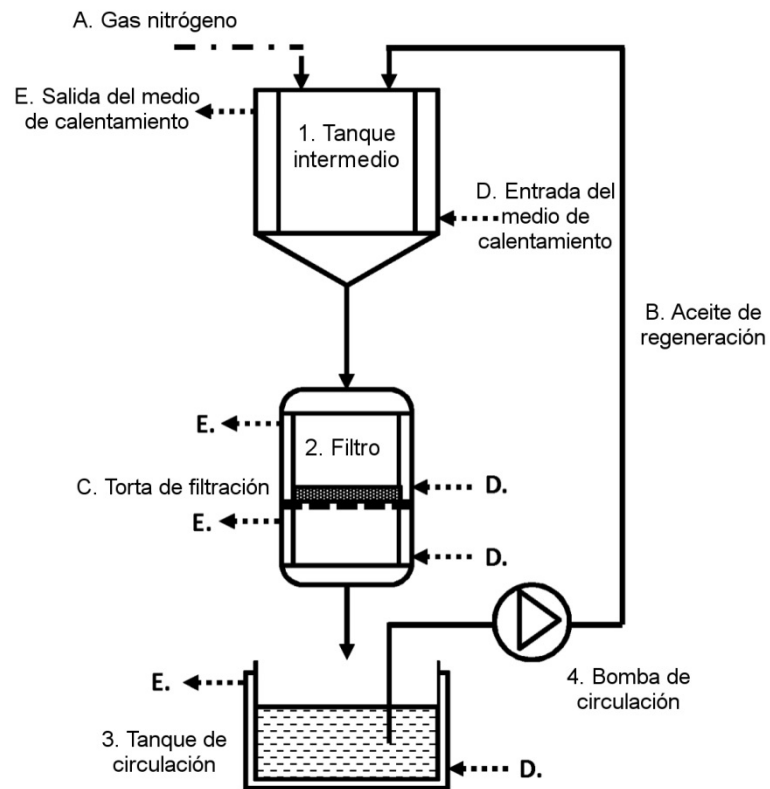


Figura 2