

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 772 712**

51 Int. Cl.:

<b>A01C 3/00</b>	(2006.01)
<b>A01K 1/01</b>	(2006.01)
<b>C02F 1/04</b>	(2006.01)
<b>C02F 1/32</b>	(2006.01)
<b>C02F 1/66</b>	(2006.01)
<b>C02F 1/00</b>	(2006.01)
<b>C02F 101/16</b>	(2006.01)
<b>C02F 103/20</b>	(2006.01)

12

### TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.11.2016 PCT/US2016/061821**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **18.05.2017 WO17083818**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.11.2016 E 16809577 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.09.2019 EP 3373720**

54 Título: **Método mejorado para tratar una fracción de residuos líquidos de residuos animales**

30 Prioridad:

**12.11.2015 US 201562254565 P**  
**24.11.2015 EP 15196025**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**08.07.2020**

73 Titular/es:

**WASTE 2 GREEN, LLC (100.0%)**  
**3975 E Railroad Ave**  
**Cocoa, FL 32926, US**

72 Inventor/es:

**WEGERIF, DANIEL;**  
**DECKER, EDWARD;**  
**SHYE, JASON y**  
**THOMSEN, JES**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

**ES 2 772 712 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

Método mejorado para tratar una fracción de residuos líquidos de residuos animales

5 La presente invención se refiere a un proceso mejorado para el procesamiento posterior de una fracción de desechos líquidos a partir de desechos de mamíferos, como los desechos de animales. Más específicamente, la presente invención proporciona un método mejorado y simplificado para el procesamiento posterior de fracciones líquidas de desechos de mamíferos, tales como desechos de animales en los que se preserva el contenido de nitrógeno.

10 La utilización comercial del ganado en la producción de carne a partir de, por ejemplo, cerdo, ganado vacuno u oveja produce grandes cantidades de desechos de animales para ser eliminados.

15 Los métodos actuales para eliminar la materia de desecho animal incluyen el reciclaje de la misma a través del sistema agrícola, por ejemplo, almacenando y esparciendo la materia de desecho animal como el estiércol animal en la tierra, opcionalmente esparciéndolo en la tierra después del tratamiento para eliminar el exceso de nutrientes contaminantes que no pueden ser absorbidos en la tierra. Sin embargo, aunque dichos métodos de tratamiento proporcionan un material de desecho mejorado con cantidades reducidas de nutrientes como fósforo, compuestos que contienen nitrógeno y minerales acumulados como el cobre, el material de desecho tratado aún se extiende por la tierra. En consecuencia, la falta de sitios de tierra con capacidad adecuada y los riesgos de un exceso de fertilización o exceso de estiércol que resulta en una contaminación no deseada pone un límite superior a la cantidad de desechos de animales tratados que se pueden o se pueden eliminar de esta manera. Además, los nutrientes y minerales eliminados en el tratamiento de residuos deberían eliminarse. En consecuencia, existe una continua necesidad de métodos de tratamiento de residuos de mamíferos, como animales, de manera eficiente. También existe la necesidad de preservar los nutrientes en los desechos y convertirlos en productos utilizables y, por lo tanto, proporcionar ecosistemas sostenibles en granjas y plantas a gran escala.

20 La técnica anterior describe métodos para tratar la materia de desecho animal, por ejemplo, PCT/DK2004/00513 divulga métodos para obtener la fracción líquida sin degradación de la urea en la orina, así como procesos adicionales para utilizar la urea para diversos fines industriales. PCT/DK2004/00513 describe la inhibición reversible e irreversible de la fracción líquida de los desechos animales para asegurar que la urea no sea degradada por las bacterias fecales que causan la pérdida de nitrógeno en forma de amoníaco que se evapora. PCT/DK2004/00513 describe además el tratamiento del líquido después de la inhibición por separación por sedimentación o centrifugación, seguido de varios pasos de filtración, tales como ultrafiltración para eliminar microorganismos y macromoléculas, como ureasa, nanofiltración para eliminar, por ejemplo, los inhibidores añadidos y revertir ósmosis para eliminar agua y así concentrar el líquido con respecto a los componentes deseados, es decir, urea, y los iones como potasio, sodio, calcio, etc. Estos pasos posteriores a la inhibición proporcionan una fracción de urea muy limpia que puede utilizarse en el procesamiento industrial posterior de urea a, por ejemplo, urea formaldehído; sin embargo, es el coste de perder nitrógeno (urea) en los procesos de filtrado.

30 La conservación del nitrógeno se enfrenta a dos problemas, evitar la degradación de la urea por la enzima ureasa y una vez preservada la recuperación del nitrógeno en el proceso de mejora, como la concentración. Por lo tanto, cuando la demanda de nitrógeno es alta, todavía existe la necesidad de procesos posteriores en los que la fracción líquida de los desechos animales se recupere con cantidades crecientes de fuente de nitrógeno (urea). También existe la necesidad de encontrar soluciones simples y baratas para recuperar los desechos de los animales para que los costes de hacerlo sean más bajos que los costes de eliminación y los costes de comprar nutrientes para, por ejemplo, fertilizantes.

El objeto de la presente invención es resolver uno o más de los problemas de la técnica anterior.

50 Por lo tanto, la presente invención proporciona un método para tratar una fracción líquida de un residuo de un mamífero, como un animal, o para preservar nitrógeno en un residuo de un mamífero, como un animal, el método comprende

- 55 a) proporcionar una fracción líquida de un residuo de un mamífero, como un animal, siendo dicha fracción rica en urea;
- b) permitir que la fracción se asiente para proporcionar un sobrenadante y un sedimento;
- c) alimentar el sobrenadante a una unidad de evaporación; y
- 60 d) someter el sobrenadante a una etapa de evaporación, en la que la etapa de evaporación tiene lugar a una presión inferior a la atmosférica.

La presente invención proporciona una solución simple y efectiva para proporcionar nitrógeno recuperado en forma de urea. Contrariamente a la mayoría de los métodos de la técnica anterior en los que se pierde nitrógeno de urea durante las etapas finales del procesamiento y, en particular, en el procesamiento a gran escala, causando una pérdida accidental de una fuente de nitrógeno que podría ser útil para varios propósitos, el método de la técnica anterior

conserva el nitrógeno durante la recuperación y concentración. En una realización particular, la presión por debajo de la atmosférica está entre 1 y 20 kPa, por ejemplo, 5 a 10 kPa. Cuando el procesamiento por evaporación del sobrenadante líquido después de la sedimentación se realiza a baja presión, es decir, bajo presión atmosférica, se obtienen varios beneficios. Primero, el agua se evapora a una temperatura más baja, lo que reduce la energía requerida para concentrar los niveles de nitrógeno en la solución final y, segundo, se reducen los requisitos de calentamiento, lo que reduce la pérdida de urea. En consecuencia, el método conserva y proporciona nitrógeno en forma de urea en un grado inesperadamente mayor que el previsto en los métodos de la técnica anterior.

Por lo tanto, se utilizan medios de evaporación de baja energía para reducir la energía en el proceso y al mismo tiempo se evita la degradación térmica u otra de la urea.

Por consiguiente, la invención también puede verse como un método para preservar el nitrógeno en la materia de desecho del animal, tal como en la materia de desecho líquida.

En una realización de la invención, la fracción líquida de una materia de desecho de un mamífero, tal como un animal, proporcionada en el método se inhibe preferiblemente, lo que significa que se inhibe cualquier actividad de ureasa en el líquido.

En otra realización más, el líquido de la etapa a) se proporciona mediante un método que comprende las etapas de

i) recoger la materia de desecho del mamífero, tal como un animal;

ii) inhibir la actividad de la ureasa en la materia de desecho recolectada;

iii) separar la materia de desecho inhibida por la actividad ureasa para proporcionar la fracción líquida rica en urea de una materia de desecho de un mamífero tal como un animal, y una fracción pobre en urea.

La fracción pobre en urea puede eliminarse o tratarse adicionalmente.

También se contempla que el líquido se inhiba antes y/o después de la sedimentación del paso b) y/o después de la evaporación del paso d).

En una realización específica de proporcionar el líquido, la materia de desecho recogida, ejemplificada cuando proviene de animales, se recoge de un establo en el que se instala un medio de separación debajo de un piso estable que tiene listones y en el que el medio de separación puede ser una correa transportadora o un sistema de tubería y raspador, dicha correa transportadora o un sistema de tubería y raspador transporta los desechos sólidos fuera de los establos para su procesamiento de manera continua. En cualquier disposición, la fracción líquida se recoge en una tubería o canal debajo de la correa transportadora o el sistema raspador. Con tal disposición, se mejora el olor y el ambiente en el establo y, además, los residuos se tratarán sin una retención indebida. Dicha separación y eliminación continua minimizará la degradación de la urea a amoníaco.

En una realización particular, la correa transportadora se instala con una ligera inclinación, de modo que la inclinación de la cinta con respecto a la horizontal tiene un ángulo de 2° a 8°, preferiblemente de 3° a 5°, más preferiblemente 4°. Esta inclinación de la correa ha resultado ser una manera simple en la que se separan los desechos líquidos y sólidos/semisólidos. Por lo tanto, el líquido que comprende sustancialmente orina se drenará de la correa transportadora y se transportará a una instalación de tratamiento de líquidos, mientras que el sólido se transportará a una instalación de tratamiento fecal (sólido).

Por consiguiente, en una realización, el material de desecho de la etapa i) o a) es sustancialmente líquido y se recoge como material de desecho líquido drenado de la correa transportadora inclinada.

La inhibición de la etapa ii) de la materia de desecho, independientemente de ser una mezcla de materia de desecho o sustancialmente la porción líquida de la materia de desecho se obtiene inhibiendo la materia de desecho por medios físicos o químicos o una combinación de ambos.

Dependiendo del volumen y la composición de la materia de desecho, puede ser deseable proporcionar diversos medios de inhibición para asegurar que se conserve la urea. La inhibición física puede ser, en una realización, una luz UV, por ejemplo, una fuente de luz LED o Hg. Se sabe que los rayos UV, por ejemplo, las fuentes de luz LED o Hg, tienen una acción antibacteriana/germicida en el aire y la solución. También se ha demostrado que puede controlar el olor. Puede ser beneficioso aplicar luz UV en al menos dos longitudes de onda diferentes para cubrir un espectro más amplio de contaminantes. Se contempla que la fuente de luz UV se puede aplicar en cualquier punto del proceso, particularmente se aplica a la materia de desecho antes o después de la sedimentación de la etapa b) y/o antes y/o después de la evaporación de la etapa d). Las fuentes de luz adecuadas son conocidas por la persona experta.

Se contempla también que la inhibición es química y puede ser reversible y/o irreversible. La inhibición química es un medio eficaz para la inhibición adecuada tal como se describe en el documento WO2005/009925.

En una realización particular, la inhibición química es una inhibición reversible y se obtiene ajustando el pH de la materia de desecho a  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$ . Sorprendentemente, ha resultado que entre estos valores ocurre un cambio dramático en la degradación de la urea. Por lo tanto, cuando el pH se eleva ligeramente por encima de 3, se produce una degradación de urea significativa y, de manera similar, cuando el pH se reduce ligeramente por debajo de pH 12, se produce la misma degradación significativa. Por lo tanto, cuando se creía previamente que la conservación más efectiva de la urea se produjo cerca del punto isoeléctrico de la ureasa, los presentes inventores han encontrado inesperadamente durante la experimentación que tiene lugar una inhibición más eficiente in vivo e in vitro a los valores de pH preferidos.

En algunas realizaciones, la inhibición química en el intervalo de  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$  es irreversible cuando los organismos que producen la ureasa se destruyen mediante la adición del ácido y/o base.

En aún una realización, la inhibición química es irreversible y la inhibición irreversible se obtiene mediante el uso de uno o más compuestos seleccionados entre N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT) (también conocido con el nombre comercial Agrotain®), ácido salicilhidroxámico (SHAM) y timol. Se han probado muchos inhibidores y, sorprendentemente, resultó que estos inhibidores actualmente preferidos eran particularmente efectivos para preservar el nitrógeno.

También se contempla que se pueda aplicar una combinación de métodos de inhibición, tal como una combinación de ajuste de pH a 3 o menos con cualquiera de N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT) (también conocido bajo el nombre comercial Agrotain®), ácido salicilhidroxámico (SHAM) y timol. De forma similar, se contempla que el ajuste del pH a 12 o superior se puede combinar con cualquiera de N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT) (también conocido con el nombre comercial Agrotain®), ácido salicilhidroxámico (SHAM) y timol.

Una realización en la que se inhibe la ureasa para preservar el nitrógeno y donde la concentración se realiza mediante el uso de un evaporador que funciona a una presión por debajo de la atmosférica es una realización actualmente preferida. La inhibición es cualquiera de las realizaciones descritas en el presente documento. En las realizaciones preferidas, el líquido resultante contiene más del 85% del nitrógeno inicial en urea, más preferido más del 90%, incluso más preferido más del 95% y en las realizaciones más preferidas, aproximadamente el 100% de la urea inicial se conserva en el producto final también durante el almacenamiento a largo plazo.

La presente invención también proporciona un método para inhibir la ureasa en una fracción líquida de una materia de desecho de un mamífero o para proporcionar un líquido rico en urea y/o preservar nitrógeno en la materia de desecho de un mamífero, el método comprende

1) proporcionar materia de desecho de un mamífero, como desechos líquidos o desechos sustancialmente líquidos;

2) inhibición de la ureasa presente en la materia de desecho;

en el que la inhibición de la etapa 2 se obtiene ajustando el pH de la materia de desecho a  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$ ; uso de uno o más entre N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT), ácido salicilhidroxámico (SHAM) y timol y cualquier combinación.

En particular, el método comprende además la etapa de 3) tratar la materia de desecho inhibida con ureasa como se detalla anteriormente.

Por lo tanto, la inhibición puede ser como se detalla en cualquiera de las realizaciones descritas anteriormente y la inhibición puede combinarse con cualquiera de las realizaciones del tratamiento de residuos también descrita anteriormente. Por lo tanto, proporcionar una materia de desecho inhibida/materia de desecho rica en urea puede verse como un método intermedio para proporcionar un material de partida para la recuperación de la fuente de nitrógeno según la invención.

En aún una realización, la sedimentación tiene lugar en un tanque de sedimentación en forma de embudo. Esta forma es particularmente adecuada ya que es la fracción líquida la que es de interés en la presente invención y las partes sólidas suspendidas en el líquido constituyen una parte menor del volumen total. Por lo tanto, desde el punto de vista de la instalación y del punto de vista operativo, la forma de los embudos es la más económica.

La presente invención se describirá ahora con mayor detalle con referencia a los dibujos adjuntos en los que

La figura 1 ilustra el proceso de la invención en su sentido más amplio.

La figura 2 ilustra una realización de la invención en la que se incluyen pasos del proceso anterior para tratar residuos líquidos.

La figura 3 ilustra la inhibición de urea versus orina con Agrotain®. La línea punteada es urea y la línea continua es orina.

La figura 4 ilustra el efecto de la inhibición a diversos valores de pH según la invención y comparativo, respectivamente.

Con referencia ahora a la figura 1, el proceso de la invención se ilustra esquemáticamente en relación con la materia de desecho obtenida de animales. La materia de desecho líquida rica en urea (como inhibida por la ureasa o libre de ureasa) se proporciona mediante el procesamiento aguas arriba, como se explicará con mayor detalle a continuación. La alimentación de líquido se proporciona al tanque de sedimentación, 1, donde se deja sedimentar el líquido durante un período de tiempo adecuado. En el contexto de la presente invención, un período de tiempo adecuado se determina por el número de animales, tales como cerdos, el tamaño de partícula de los sólidos en suspensión y el tamaño del tanque. Típicamente, pero no limitado a, 1 hora a 5 días.

Después de la sedimentación, el sobrenadante líquido se alimenta, por ejemplo, mediante una bomba de líquido, 2, a un evaporador de baja presión, 3. Desde el evaporador de baja presión, 3, el líquido evaporado se condensa en el tanque de condensado, 4, y la fracción rica en urea. (líquido) se almacena en un tanque de urea, 5. De acuerdo con la presente invención, la evaporación debe realizarse a baja presión, es decir, por debajo de la atmosférica. Los evaporadores adecuados para la presente invención deberían ser capaces de evaporación a gran escala; Los evaporadores disponibles comercialmente se pueden obtener, por ejemplo, de la empresa Veolia con el nombre comercial Ehaled™. Otros evaporadores de baja presión disponibles comercialmente son adecuados y conocidos por el experto. La evaporación concentra el líquido. La evaporación tiene lugar a una presión en el rango de 1 a 90 kPa, preferiblemente de 2 a 20 kPa, más preferiblemente de 5 a 10 kPa. Se prefiere que el líquido se concentre a una concentración de urea de al menos 15% p/V, más preferiblemente al menos 20% g N (en urea)/L, tal como 15% a 50% g N (en urea)/L, 20 a 30% g N (en urea)/L. De acuerdo con la invención, hasta el 70-80% p/V del nitrógeno (en urea) en la materia de desecho original se recupera en la fracción de urea, en realizaciones preferidas se recupera casi el 100% p/V de urea. Esto es contrario a los métodos de la técnica anterior que desnitrifican el estiércol y recuperan menos del 20% p/V después de la concentración. En consecuencia, con estos nuevos pasos de procesamiento aguas abajo, se puede proporcionar un proceso completo para la recuperación de la materia de desecho para el cual se ha demostrado que es posible retener la mayor cantidad de nitrógeno posible también cuando el volumen de la materia se reduce a un volumen manejable. En consecuencia, la necesidad de nitrógeno suplementario para su uso, por ejemplo, a medida que se reduce el fertilizante y se proporciona una solución simple para granjas o plantas que desean tener un programa ambiental de última generación en el que los desechos se conviertan en un producto valioso de manera eficiente y sin la necesidad de nutrientes suplementarios. Además, el proceso es fácil de adaptar en granjas y plantas existentes y la operación del proceso requiere muy poca entrada de energía.

Con referencia ahora a la figura 2, la invención se ilustra con una inclusión adicional del procesamiento anterior y la preparación de la materia de desecho líquida además de las características ilustradas en la figura 1. Antes de ser alimentada al tanque de sedimentación, se proporciona el residuo líquido por recolección en un granero, 6. La recolección se realiza mediante el uso de cintas transportadoras que transportan continuamente los desechos del granero o raspando regularmente el piso estable y recolectando los desechos de una manera apropiada. En la realización preferida, el material de desecho se retira del establo de manera continua mediante una correa transportadora y más preferiblemente cuando la correa transportadora está ligeramente sesgada, permitiendo que el desecho líquido se drene de la cinta. Se ha encontrado que cuando la correa se sesga específicamente con un ángulo horizontal de 2° a 8°, preferiblemente de 3° a 5°, más preferiblemente de 4°, sustancialmente solo serán los desechos líquidos los que se drenarán de la correa. Si el ángulo es superior a 8°, los sólidos también se drenarán, en particular cuando los sólidos son semisólidos. Si el ángulo es inferior a 2°, no se producirá separación. Después de la separación inicial en líquido y sólido, la fracción líquida se proporciona a un sumidero, 7, para inhibir la actividad de la ureasa. En la realización mostrada, tiene lugar la inhibición tanto física como química, pero también se contempla que la inhibición puede ser física o química. En el sumidero, 7, tiene lugar la irradiación con luz UV usando una lámpara UV, 8, y la adición de inhibidor químico alimentado desde un tanque inhibidor, 9, a través de una bomba de líquido, 10. Desde el sumidero, 7, la materia de desecho líquida inhibida se transporta, por ejemplo, mediante el uso de una bomba de líquido, 10, o por gravedad, según corresponda al tanque de sedimentación, 2. También se contempla que la inhibición tenga lugar antes de la separación en sólido y líquido. Si se forma un sedimento en el sumidero, 7, puede devolverse al establo, 6, a través de una bomba de recirculación, 11, para reutilizarlo en un proceso de tratamiento sólido.

A continuación, la invención se describirá con más detalles con referencia a todas las realizaciones de la invención.

En el contexto de la presente invención, se pretende que la expresión "materia de desecho" designe materia descargada del cuerpo de un mamífero, tal como de un animal o humano, en particular un animal de granja tal como cerdo, vaca, oveja, etc. La materia de desecho comprende excremento líquido, por ejemplo, orina y la materia de desecho adicional incluye excreto sólido, por ejemplo, heces. En una realización preferida, el animal es un cerdo.

En general, de acuerdo con la invención, el método comprende la recolección de desechos de los animales mediante los cuales los desechos a tratar se proporcionan para su procesamiento.

La recogida de residuos de animales puede llevarse a cabo de cualquier manera adecuada conocida en la técnica. Preferiblemente, la materia de desecho se recolecta cuando los animales se concentran en lugares para su cuidado, por ejemplo, para alimentarse, beber y/o producir leche, o cuando se concentran en lugares para el transporte o para la retención antes del sacrificio. Otros lugares incluyen lugares donde las condiciones para producir materia de desechos son buenas, o lugares donde tales condiciones de producción de materia de desechos podrían hacerse para estimular a los animales a orinar o defecar.

Preferentemente, la recogida de residuos se lleva a cabo en establos donde se almacenan los animales. Sin embargo, la recolección de desechos también puede llevarse a cabo en forma gratuita, por ejemplo, en lugares donde se almacenan animales para su transporte a los mataderos.

Las instalaciones de recogida de residuos conocidas comprenden establos en los que los animales están ubicados y atendidos. Debajo de los establos hay sótanos estables en los que se recolectan los desechos, por ejemplo, estiércol líquido, heces, basura y otra materia eliminada de los animales. Los pisos estables a través de los cuales se dirigen dichos desechos para su recolección y almacenamiento, separan los establos y los sótanos estables.

De acuerdo con la invención, el método también comprende inhibir la actividad de la ureasa en dicho material de desecho recogido, por lo que se obtiene que la hidrólisis catalizada por ureasa de la urea a amoníaco se inhibe, ya sea de forma reversible o irreversible, y esa pérdida de nitrógeno y/o producción de amoníaco de la materia de desecho se reduce o evita sustancialmente. En consecuencia, el olor desagradable y la condición poco saludable debido al amoníaco en los establos se pueden reducir o evitar.

En general, se sabe que inhibe la actividad catalítica de la ureasa en la hidrólisis de la urea, ya sea eliminando el agua para que no pueda tener lugar la hidrólisis o inhibiendo el sitio activo de la enzima ureasa como tal. Los métodos conocidos comprenden la adición de inhibidores como se cita, por ejemplo, en la técnica anterior a la que se hace referencia, tal como el documento US 3,565,599, tratamiento térmico e irradiación con radiación ionizante. En general, el método de inhibición de la actividad de la ureasa en dicha materia de desecho recogida depende del uso previsto de la materia de desecho inhibida por la ureasa.

Por lo tanto, por ejemplo, para el material de desecho inhibido con ureasa usado en la preparación de un fertilizante para ser utilizado para eliminar el material de desecho a través del sistema agrícola, el material de desecho inhibido con ureasa debe ser compatible con los componentes del fertilizante preparado. Además, la materia de desecho inhibida por la ureasa no debe afectar negativamente el ambiente donde se aplica el fertilizante.

Por consiguiente, la selección del método de inhibición de la actividad de la ureasa generalmente depende de la aplicación.

De acuerdo con los métodos de la técnica anterior como se describe en el documento WO2005/009925, dicha inhibición puede comprender: inhibición reversible de la actividad de la ureasa, inhibición irreversible de la actividad de la ureasa, y/o una combinación de los mismos, por lo que se obtiene que la inhibición de la ureasa puede aplicarse para un período en el que se aplican condiciones de inhibición reversibles, o durante un período más largo en el que se aplican condiciones de inhibición irreversibles.

Las condiciones de inhibición reversible como se describe en el documento WO2005/009925 incluyen condiciones de pH temporalmente diferentes, por ejemplo, tamponamiento sobre el punto isoeléctrico de ureasa sobre pH 5.5, temperatura o presión, o presencia de un componente inhibidor reversible. Después de un período de inhibición reversible, la condición de inhibición puede volver a su estado previo de no o sustancialmente ninguna inhibición de la actividad catalítica de la ureasa. La inhibición reversible se puede aplicar tanto a las fracciones ricas en urea como a las leas. Es decir, por ejemplo, a la materia de desecho total antes de que los líquidos y los sólidos se separen, o, si se separan, a la fracción líquida que comprende pequeñas cantidades de heces (materia sólida).

Por lo tanto, el método de la invención proporciona un método para concentrar el nitrógeno conservado.

De acuerdo con una realización particular preferida según la presente invención, la inhibición proporciona una inhibición reversible completa que se obtiene inesperadamente ajustando el pH de la materia de desecho a aproximadamente  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$  en el paso ii).

Se contempla que se puede usar cualquier ácido o base normalmente usado para ajustar el pH. Dichos compuestos son generalmente conocidos por la persona experta y pueden incluir, por ejemplo, pero sin limitación: ácido sulfúrico, ácido clorhídrico,  $\text{HNO}_3$ , hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  o una combinación.

Las condiciones de inhibición irreversibles incluyen condiciones de inhibición permanente o esencialmente permanente de la actividad catalítica de la ureasa. Además, se puede aplicar una combinación de inhibición reversible e irreversible de la actividad de la ureasa. Esto es particularmente ventajoso para aplicaciones en las que la fracción pobre en urea (la fracción sustancialmente sólida) no requiere la adición de un inhibidor irreversible. Luego, la fracción residual líquida rica en urea puede tratarse para inhibir irreversiblemente la actividad catalítica de la ureasa, mientras

que la fracción sólida no necesita. Para muchas aplicaciones de la fracción pobre en urea, la cantidad de urea y la cantidad de agua para la hidrólisis de la urea son tan bajas que solo se produce una hidrólisis insignificante.

5 La inhibición irreversible de acuerdo con la invención puede seleccionarse del grupo de la mayoría de los cuales también se describen en el documento WO2005/009925 que comprende: compuestos de urea tales como hidroxiiurea, selenourea, fenilurea, tiourea; hidroxamatos tales como hidroxamatos de aminoácidos, acetohidroxamato; benzoatos tales como mercuribenzoato p-sustituido, p-cloromercuribenzoato sulfonato, p-hidroximercuribenzoato yodosobenzoato; sulfonatos tales como p-cloromercuribenzoato sulfonato; imidas tales como N-etilmaleimida; 10 compuestos de fósforo tales como fosforamidato, fosfato; iones monovalentes como  $F^-$ ,  $Na^+$  y  $K^+$ ; iones metálicos divalentes como  $Hg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Mg^{2+}$  (débil),  $Ba^{2+}$ , preferiblemente  $Cu^{2+}$ ,  $Ag^+$  o  $Pb^{2+}$ , o una combinación de los mismos en forma de al menos una sal soluble en agua, y/o al menos un ion liberado electroquímicamente; o como un óxido, preferiblemente ferrato; iones trivalentes como  $As^{3+}$ ; y al menos un agente complejante de níquel, preferiblemente dimetilgloxima, etilendiamina, EDTA, o una combinación de los mismos, y 15 otros compuestos tales como betamercaptoetanol, yodo, suramina, fenilsulfonato,  $KH_2PO_4$  y furacina; y/o medios inhibidores físicos, tales como luz UV a longitudes de onda adecuadas, como en el rango de 240 - 300 nm, con concentración a 270 nm, por lo que se obtiene que la hidrólisis de la urea no es catalizada por la ureasa inhibida.

En una realización actualmente preferida, de acuerdo con la invención, se obtiene una inhibición irreversible mediante el uso de una o más de las N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT) disponibles bajo el nombre comercial Agrotain®, 20 ácido salicilhidroxámico (SHAM), y timol

También se contempla que el desecho se trate mediante una combinación de inhibición reversible e irreversible.

25 Por consiguiente, la fracción irreversiblemente rica en urea inhibida por la actividad de ureasa puede almacenarse o procesarse sin la conversión de urea catalizada por ureasa, por lo que puede evitarse la pérdida de nitrógeno y/o la generación de amoníaco.

30 Esto es particularmente ventajoso para largos periodos de almacenamiento de la fracción rica en urea antes de que se someta a un tratamiento posterior o se almacene. Otra ventaja es que una vez que la actividad de la ureasa se inhibe irreversiblemente; la ureasa no puede funcionar para catalizar la hidrólisis de la urea a amoníaco. Por lo tanto, la ureasa en el tanque de urea se mantendrá bajo inhibición para que no se desarrolle amoníaco durante el almacenamiento o uso.

35 Como se mencionó anteriormente, la materia de desecho total se puede separar en sólidos y líquidos por varios medios. Si se raspa periódicamente del piso estable, la separación se puede lograr por sedimentación de sólidos, por lo que dichos sólidos constituyen la fracción sólida y el líquido sobrenadante constituye la fracción de materia de desecho líquida.

40 La fracción líquida se elimina del sólido mediante cualquier método adecuado, por ejemplo, mediante bombeo de capa superficial o por decantación. Particularmente, se prefiere que la sedimentación de los residuos sólidos a partir de los residuos líquidos de la materia de desecho total se lleve a cabo de manera que sustancialmente toda la fracción líquida se haya separado de la fracción sólida.

45 Se contempla que la fracción líquida y la fracción sólida de la materia de desecho se puedan separar antes y/o después de la inhibición de la actividad de la ureasa. Cuando el material de desecho se elimina en modo continuo utilizando una correa transportadora, que está sesgada, la mayoría de los líquidos y sólidos se han separado antes de la inhibición. En esta realización, la fracción líquida puede sedimentarse una vez más si es necesario antes, durante o después de la inhibición y/o antes de sedimentarse antes de la evaporación.

50 Se contempla también un proceso completo para procesar la materia de desecho total en el que, simultáneamente al tratamiento líquido, los sólidos se tratan como se describe en el documento WO2008/104182. Más específicamente, los sólidos se tratan mediante un método que comprende los pasos de

- 55 a. La materia sólida residual de los mamíferos se disuelve total o parcialmente usando un ácido oxidante,
- b. los componentes sólidos insolubles en ácido se separan, si es necesario, y
- c. el componente líquido se neutraliza con una base

60 Los componentes sólidos insolubles en ácido son típicamente componentes no relacionados con las heces, por ejemplo, suciedad, grava, etc.

65 El tiempo de reacción para la disolución tiene que ser suficiente para obtener la solubilización deseada de los sólidos. El tipo y la cantidad de reactivos generalmente se equilibran de modo que el tiempo de reacción sea inferior a 10 horas para garantizar una economía de proceso suficiente. Normalmente, el tiempo de reacción no puede ser inferior a 30 minutos ya que esto requeriría una proporción relativamente grande del ácido oxidante. El tiempo de reacción puede

ser, por ejemplo, de aprox. 1 a aprox. 10 horas, preferiblemente de 3 a 6 horas. La reacción se debe llevar a cabo preferiblemente a una ligera baja presión, por ejemplo aprox. 800 mbar, como 500 mbar a 900 mbar o al menos por debajo de 1 bar (10 kPa). La subpresión se puede proporcionar por medio de una bomba de vacío que sirve al mismo tiempo para liberar los gases de la reacción. La presión puede medirse adecuadamente en una tubería que ventila el gas del recipiente de reacción, lo que proporciona una medida de la presión en el recipiente.

La reacción entre el ácido oxidante y la materia fecal conducirá al desarrollo de calor y, por lo tanto, la medición de la temperatura en el recipiente de reacción puede ser relevante. De acuerdo con lo anterior, se puede disponer un termómetro o un electrodo de temperatura en relación con la mezcla de reacción. El calor desarrollado posiblemente se puede conducir lejos de la mezcla de reacción, causando así un enfriamiento simultáneo de la mezcla de reacción. Si es necesario, también se puede suministrar calor adicional para avanzar la reacción. Tanto el suministro como la conducción del calor desde la mezcla de reacción pueden llevarse a cabo haciendo pasar un fluido adecuado, tal como agua o vapor, a una temperatura adecuada a través de una tubería o conducto que encapsula el recipiente de reacción. La velocidad de flujo del líquido se puede adaptar de acuerdo con la necesidad, por ejemplo, en relación con la cantidad de calor a conducir o suministrar.

Por consiguiente, la invención también describe diversas realizaciones de una planta para procesar residuos animales en los que los residuos sólidos producidos por animales como se ilustra en los dibujos adjuntos. Las plantas, procesos y secciones que ilustran la invención incluyen equipos triviales tales como tuberías, bombas de líquido, etc., que son bien conocidos por los expertos.

Las realizaciones de la invención se ilustrarán ahora por medio de los siguientes ejemplos no limitantes.

### Ejemplos

#### Ejemplo 1

Se realizó un estudio inicial para investigar el efecto de probar las diversas inhibiciones in vivo versus in vitro antes de realizar más pruebas.

Por lo tanto, el valor TAN (nitrógeno amónico total) se midió en una muestra en la que se añadió la misma cantidad de Agrotain® a una muestra de urea y orina, respectivamente. Los resultados se obtuvieron como se describe a continuación en el ejemplo 2 y también se ilustran en la figura 3.

A partir de la figura, es evidente que ambas muestras siguen el mismo camino y, por lo tanto, se concluyó que las pruebas in vitro de urea también serían representativas del efecto sobre la orina.

#### Ejemplo 2

Para evaluar la efectividad de los inhibidores de ureasa seleccionados para preservar la urea en la orina porcina durante un período de seis semanas, se estableció un conjunto de experimentos. Los experimentos se realizaron por triplicado y los resultados promedio se muestran en la Tabla 1 a continuación.

La inhibición seleccionada para el experimento fueron los inhibidores Agrotain® ((N-(n-butyl) tiofosfórico triamida (NBPT)), SHAM (ácido salicilhidroxámico), timol, y a pH 3, y finalmente a pH 12.

Los niveles de cada inhibidor usado en el experimento fueron los siguientes:

Agrotain®, 50 mg/L;

SHAM, 50.5 mg/L y 100.9 mg/L;

timol, 1.5 mg/L.

Se incluyó un conjunto de controles para probar la actividad de la ureasa durante las primeras ocho horas del experimento y luego después de seis semanas. En cada intervalo de tiempo, las muestras se analizaron por métodos estándar para el nitrógeno Kjeldhal total (TKN) y el nitrógeno amónico total (TAN), mientras que la urea se determinó como la diferencia entre los dos (es decir, TKN - TAN).

En un esfuerzo por reducir la variabilidad y aumentar la confianza en los resultados, el experimento utilizó una solución de urea 1.0 molar en lugar de orina porcina, aunque en una serie experimental se añadió Agrotain® (véase también el ejemplo 1) a la orina porcina recogida de cerdas en NCSU Lake Wheeler Road Field Laboratory Education Unit para verificar la validez de los resultados in vitro in vivo.

Se añadió ureasa Jack Bean a todas las unidades experimentales para asegurar que la ureasa estuviera presente en cantidad suficiente para la descomposición de la urea.

## ES 2 772 712 T3

La solución de urea se preparó como una solución 1 molar disolviendo 60.06 g de urea por litro de agua.

Se diluyó Agrotain® según la recomendación del fabricante de 2 cuartos por tonelada de estiércol.

El timol se disolvió en etanol en la proporción de 1 mg por ml.

Se preparó ácido salicilhidroxámico (SHAM) a una concentración 1:1 de SHAM en tampón Tris-HCL 0.1 molar a pH 7.5.

Los ajustes de pH se realizaron con ácido sulfúrico 1.0 M o hidróxido de sodio 1.0 M, respectivamente. Sin embargo, se contempla que se puede usar cualquier ácido o base.

La ureasa se preparó disolviendo 100 mg de la enzima Jack Bean (40.318 unidades por gramo) en 125 ml de tampón fosfato a pH 7.0. La aplicación a los tratamientos fue a razón de 5.0 ml por 100 ml o 161 unidades por ml de solución de urea u orina.

Los diversos tratamientos se añadieron a 100 ml de la solución de urea (y orina en el caso de Agrotain®), y la enzima ureasa se añadió en orden aleatorio. Las soluciones obtenidas se agitaron para asegurar la distribución, sellaron y almacenaron en condiciones ambientales.

Tabla 1

Tratamiento	Tiempo	TKN, mg/l	TAN, mg/l	Urea, mg/l	Urea/TKN %
Control	Urea 8h	13122	75	13047	99
	Urea semana 6	19027	16400	2623	14
	Orina 8h	7115	338	6777	95
	Orina semana 6	5681	4688	993	17
Timol en urea, 1.5 mg/L	Semana 1	sin datos	4751	sin datos	sin datos
	Semana 2	26694	4928	21766	82
	Semana 3	26109	4756	21353	82
	Semana 4	20045	4240	15805	79
	Semana 5	22503	4036	18467	82
	Semana 6	24778	4927	19851	80
Agrotain en urea, 50 mg/L	Semana 1	sin datos	1723	sin datos	sin datos
	Semana 2	10686	2248	8438	79
	Semana 3	10622	2763	7859	74
	Semana 4*	10718	309	10409	97
	Semana 5	26834	4040	22794	85
	Semana 6	24638	3040	21598	88
Agrotain en orina, 50 mg/L	Semana 1	sin datos	1087	sin datos	sin datos

ES 2 772 712 T3

(continuación)

Tratamiento	Tiempo	TKN, mg/l	TAN, mg/l	Urea, mg/l	Urea/TKN %
	Semana 2	6302	2310	3992	63
	Semana 3	7725	2617	5108	66
	Semana 4	4721	1958	2763	59
	Semana 5	5858	2768	3090	53
	Semana 6	5645	2797	2848	50
SHAM en urea, 50.5 mg/L	Semana 1	18450	2527	15923	86
	Semana 2	23091	3783	19307	84
	Semana 3*	23366	385	22981	98
	Semana 4	25625	4864	20761	81
	Semana 5	26378	4579	21798	83
	Semana 6	26098	5012	21085	81
SHAM en urea, 100.9 mg/L	Semana 1	17320	4627	12693	73
	Semana 2	21956	6342	15615	71
	Semana 3*	19856	695	19162	97
	Semana 4	22455	8141	14314	64
	Semana 5	25466	7780	17687	69
	Semana 6	22443	8570	13873	62
pH = 3.0	Semana 1	24895	12	24883	~ 100
	Semana 2	27341	18	27323	~ 100
	Semana 3*	27316	22	27294	~ 100
	Semana 4	29225	26	28199	~ 100
	Semana 5	27948	29	27919	~ 100
	Semana 6	27753	37	27716	~ 100
pH = 12.0	Semana 1	Sin datos	142	Sin datos	Sin datos
	Semana 2**	535	75	460	86
	Semana 3**	106	52	54	51
	Semana 4**	536	62	474	88
	Semana 5	29431	65	29366	~ 100
	Semana 6	22066	11	22055	~ 100

\* los resultados en la semana 3 para SHAM y la semana 4 para Agrotain® en urea se desvían de los resultados restantes y se han ignorado

\*\* sin el deseo de estar sujeto a ninguna teoría, actualmente se cree que los primeros resultados de las determinaciones de N de pH alto no son representativos de los valores reales debido a problemas de sensibilidad con el método. Con el tiempo (y también después de un almacenamiento más prolongado, los resultados no se muestran) los valores TAN/TKN están en línea con los resultados de las semanas 5 y 6 ilustrados anteriormente y se considera que estos son los valores verdaderos.

Como se desprende de los resultados, se logró una inhibición considerable de la descomposición de la urea con todos los tratamientos probados. En particular, los tratamientos de pH fueron sorprendentemente efectivos. El efecto del pH, por lo tanto, se investigó más a fondo.

5 Ejemplo 3

10 El ejemplo 3 es un ejemplo comparativo que muestra el efecto del pH fuera del rango preferido. El pH se ajustó como aparece en la primera columna de la tabla 2, también se incluye el resultado de los tratamientos de pH 3 y 12 del ejemplo 2. Las pruebas se realizaron de manera similar a la del ejemplo 2 y el contenido de nitrógeno se midió después de dos semanas. Los resultados aparecen en la tabla 2 a continuación y en la figura 4. Para la comparación, el resultado para la medición del pH 12 es el de la semana 5, ya que el método de medición se ve comprometido a un pH alto y no se pudo realizar un cálculo significativo para la semana 2.

Tabla 2

pH ajustado a	TKN, mg/L	TAN, mg/L
3	27341	18
4	28012	1795
5	27266	2305
6	26074	3884
7	27703	5206
8	27428	4432
9	27503	4131
10	26355	4105
11	24981	3640
12	29431	65
urea inicial, pH 7.05	28729	2

15 Como se puede ver en los resultados, el efecto de ajustar el pH inicial es significativo cuando el pH disminuye de 4 a 3, de modo que la cantidad de amoníaco pasa de 1795 mg/L a 18 mg/L. De manera similar, cuando el pH aumenta de 11 a 12, se produce una disminución significativa en la formación de amoníaco. La relación entre TAN y pH se ilustra en la figura 4.

20

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un método para tratar una fracción líquida de una materia de desecho de un mamífero, o para preservar nitrógeno en una materia de desecho de un mamífero, el método comprende
- a) proporcionar una fracción líquida de materia de desecho de un mamífero, dicha fracción es rica en urea ;
- b) permitir que la fracción se asiente para proporcionar un sobrenadante y un sedimento;
- 10 c) alimentar el sobrenadante a una unidad de evaporación; y
- d) someter el sobrenadante a una etapa de evaporación, en la que la etapa de evaporación tiene lugar a una presión inferior a la atmosférica.
- 15 2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la presión por debajo de la atmosférica está entre 1 y 20 kPa, preferiblemente de 2 a 10 kPa.
3. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que la etapa de evaporación proporciona una fracción de urea y una fracción de condensado, dicha fracción de condensado sustancialmente comprende agua.
- 20 4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la fracción líquida de un material de desecho se proporciona mediante un método que comprende los pasos de
- i) recoger material de desecho de un mamífero;
- 25 ii) inhibir la actividad de la ureasa en la materia de desecho recolectada;
- iii) separar la materia de desecho inhibida por la actividad de la ureasa para proporcionar la fracción líquida rica en urea de un material de desecho de un mamífero, y una fracción pobre en urea.
- 30 5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la materia de desecho recolectada se recolecta de un establo en el que se instala un medio de separación debajo de un piso estable que tiene listones y en el que el medio de separación comprende una correa transportadora o un sistema de tubería y raspador, correa transportadora que transporta los desechos para su procesamiento de manera continua.
- 35 6. Un método de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la correa transportadora se instala con una ligera inclinación, de modo que la inclinación de la cinta con respecto a la horizontal tiene un ángulo de 2° a 8°, preferiblemente, de 3° a 5°, más preferido 4°.
- 40 7. Un método de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el material de desecho de la etapa i) es sustancialmente líquido y se recoge como material de desecho líquido drenado de la correa transportadora que tiene una ligera inclinación.
- 45 8. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 4-7, en el que la inhibición de la etapa ii) se obtiene inhibiendo la materia de desecho por medios físicos o químicos o una combinación de ambos.
9. Un método de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la inhibición física es una luz UV, preferiblemente en al menos dos longitudes de onda diferentes.
- 50 10. Un método de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la inhibición química se obtiene mediante el uso de inhibición reversible y/o irreversible.
11. Un método de acuerdo con la reivindicación 10, en donde la inhibición reversible y/o irreversible se obtiene ajustando el pH de la materia de desecho a  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$ .
- 55 12. Un método de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la inhibición reversible se obtiene mediante el uso de ácido sulfúrico, ácido clorhídrico,  $\text{HNO}_3$ , hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  o una combinación de los mismos.
- 60 13. Un método de acuerdo con la reivindicación 10 u 11, en el que se obtiene una inhibición irreversible mediante el uso de uno o más entre N-(n-butil) tiofosfórico triamida (NBPT), ácido salicilhidroxámico (SHAM) y timol.
- 65 14. Un método de acuerdo con la reivindicación 13, en el que el inhibidor irreversible es ácido salicilhidroxámico y la cantidad de ácido añadido está en el intervalo de 45-55 mg/L, más preferiblemente alrededor de 50 mg/L.

15. Un método para inhibir la ureasa en una fracción líquida de un residuo de un mamífero o para proporcionar un líquido rico en urea y/o preservar nitrógeno en la materia de desecho de un mamífero, el método comprende

- 5
- 1) proporcionar una materia de desecho de un mamífero, como como desecho líquido o desecho sustancialmente líquido;
- 10
- 2) inhibición de la ureasa presente en la materia de desecho; en donde la inhibición de la etapa 2 se obtiene ajustando el pH de la materia de desecho a  $\text{pH} \leq 3$  o  $\text{pH} \geq 12$ ; uso de uno o más inhibidores entre N-(n-butil) tiosfórico triamida (NBPT), ácido salicilhidroxámico (SHAM), timol, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico,  $\text{HNO}_3$ , hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  y cualquier combinación del mismo;
- 3) tratar la materia de desecho inhibida con ureasa obtenida en el paso 2 de acuerdo con el método de cualquiera de las reivindicaciones 1-3.

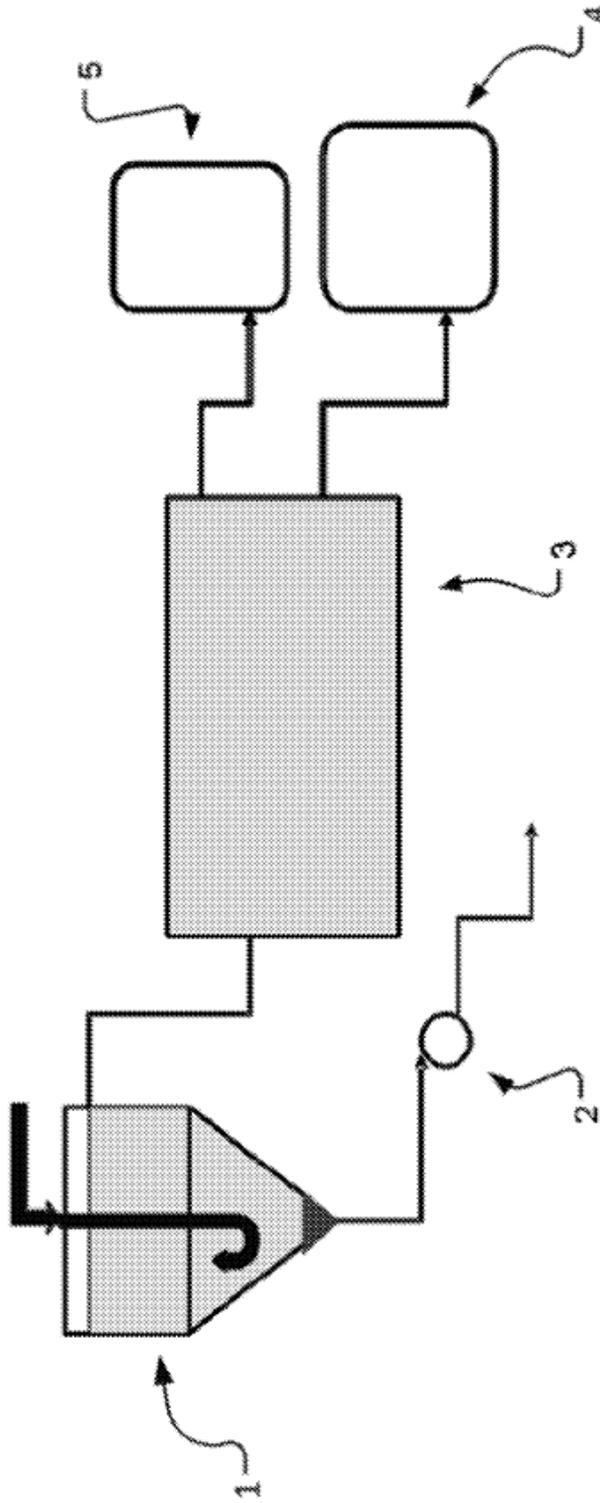


Fig. 1

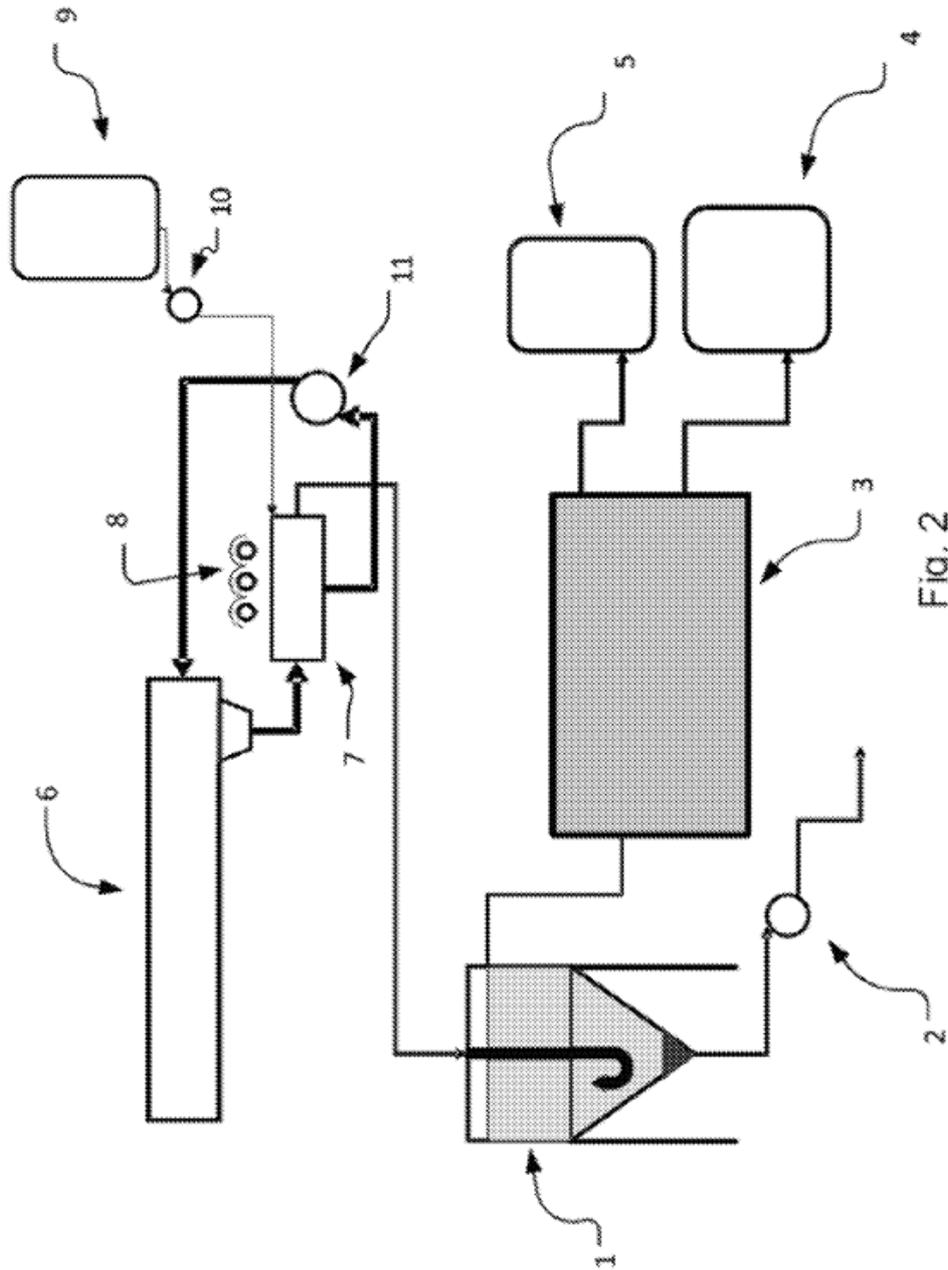


Fig. 2

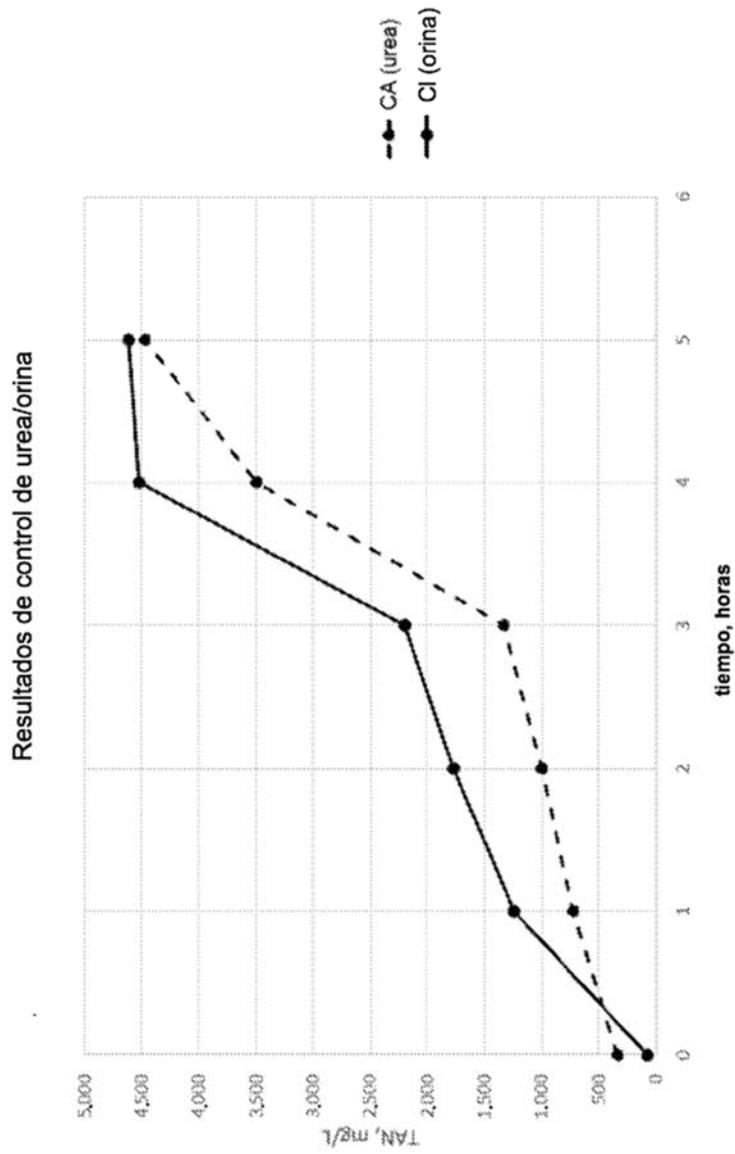


Fig. 3

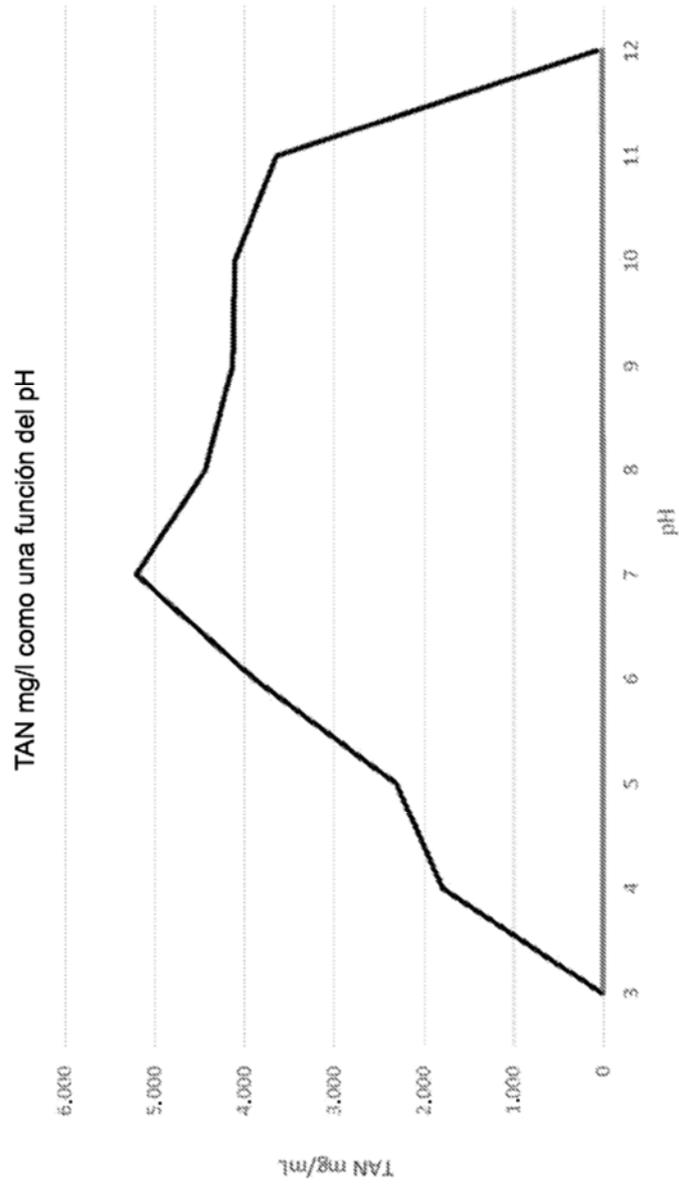


Fig. 4