

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 791 780**

51 Int. Cl.:

C10G 3/00	(2006.01)	C11C 3/00	(2006.01)
C10G 33/00	(2006.01)		
B01D 21/26	(2006.01)		
B03D 1/14	(2006.01)		
C07C 67/03	(2006.01)		
C07C 67/08	(2006.01)		
C07C 67/58	(2006.01)		
C11B 3/16	(2006.01)		
C10L 1/02	(2006.01)		
C11B 3/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **19.06.2014 PCT/GB2014/051875**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **24.12.2014 WO14202979**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.06.2014 E 14739515 (6)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2020 EP 3011001**

54 Título: **Proceso y aparato para purificar una mezcla de residuos grasos y productos relacionados incluyendo combustibles**

30 Prioridad:

19.06.2013 GB 201310960
19.06.2013 GB 201310961
19.06.2013 GB 201310962

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.11.2020

73 Titular/es:

ARGENT ENERGY (UK) LIMITED (50.0%)
236-240 Biggar Road, Newarthill, Motherwell
North Lanarkshire ML1 5FA, GB y
ARGENT ENERGY LIMITED (50.0%)

72 Inventor/es:

SCOTT, MICHAEL

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 791 780 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 y aparato para purificar una mezcla de residuos grasos y productos relacionados incluyendo combustibles

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un proceso y un aparato para purificar una mezcla y productos relacionados. En particular, la invención se refiere a un proceso y un aparato para purificar una mezcla que comprende grasas, aceites y grasas de cocina que típicamente se encuentran en desechos de alcantarillado.

Antecedentes de la invención

- 10 La siguiente descripción hará referencia en particular a mezclas que comprenden grasas, aceites y grasas de cocina que típicamente se encuentran en desechos de alcantarillado. Sin embargo, la invención también es aplicable a mezclas a partir de las cuales es deseable extraer o separar una sustancia orgánica de sólidos y/o sustancias acuosas.

El término "biodiésel" se usa para hacer referencia al diésel derivado de grasas, aceites o grasas de cocina vegetales o animales, que consisten en alquil metil (etil o propil) ésteres de cadena larga. El biodiésel es diferente del diésel de petróleo (también conocido como petrodiesel o diésel derivado del petróleo), que es una fracción específica de la destilación del fuelóleo de petróleo

- 15 Las grasas, aceites y grasas de cocina son constituyentes de los desechos de alcantarillado o aguas residuales, y se hace referencia a ellas habitualmente como "grasa de alcantarillado". Las grasas son triglicéridos (triésteres de glicerol y cualquiera de diversos ácidos grasos), y pueden ser bien sólidas o líquidas a temperatura ambiente. Los aceites son moléculas apolares neutras con un elevado contenido en hidrocarburos. Las grasas de cocina son lubricantes semisólidos que en general consisten en un jabón emulsionado con aceite mineral o vegetal. Las grasas de cocina
20 pueden ser de origen natural, y pueden ser de origen vegetal o animal.

Las grasas, aceites y grasas de cocina se acumulan en los desechos de alcantarillado y son muy problemáticos, conduciendo al bloqueo de los sistemas de alcantarillado. Así, generalmente se consideran un producto de desecho problemático. Sin embargo, tales grasas, aceites y grasas de cocina contienen hidrocarburos, que son una fuente potencial de productos valiosos como, por ejemplo, combustibles.

- 25 Sin embargo, típicamente la grasa de alcantarillado comprende una serie de productos de desecho y materiales acuosos. Por ejemplo, la grasa de alcantarillado contiene una gran cantidad de restos insolubles y muchos productos químicos diferentes. Además, la grasa de alcantarillado es muy viscosa y tiene un punto de fusión relativamente alto, que es por lo que causa el bloqueo de los sistemas de alcantarillado.

- 30 Se requiere que los combustibles tengan un cierto grado de pureza para ser utilizables. Por ejemplo, el biodiésel (que puede en principio elaborarse a partir de otros materiales a base de hidrocarburos) necesita tener una cierta pureza o valor FAME (éster metílico de ácido graso) para ser usable en motores o similares. La actual legislación (norma EN 14214) establece que para ser adecuado para su uso en motores, el biodiésel debe tener un contenido mínimo de éster de un 96,5%. En general, el material de partida usado tiene un gran impacto sobre la calidad del biodiésel obtenido.

- 35 El documento US 2010/059450 describe un método para procesar desechos grasos que conducen a una mejor valorización.

El documento US 2010/330615 describe un proceso para producir biodiésel y aceite combustible a partir de biomasa productora de aceite por medio de microbios o algas y residuos y derivados de la caña de azúcar.

El documento US 2012/123140 describe un proceso para preparar biodiésel y para acondicionar una materia prima.

- 40 El documento US 3 428 660 describe un proceso para recuperar ácidos grasos a partir de oleínas.

Por tanto, debido a la naturaleza impura e impredecible de la grasa de alcantarillado, no ha sido posible llevar a la práctica el uso de grasa de alcantarillado como fuente de grasas, aceites y grasas de cocina para producir combustibles tales como biodiésel.

- 45 Un objeto de la presente invención es superar o mitigar al menos algunos de los problemas de la técnica anterior. Otro objeto de la invención es obtener un material a partir de grasas, aceites y/o grasas de cocina que sea usable para producir otros productos tales como, por ejemplo, combustibles tales como biodiésel y/o los precursores del mismo.

Compendio de la invención

De acuerdo con un primer aspecto de la invención, se proporciona un proceso para purificar una mezcla que comprende grasa, aceite y/o grasa de cocina, comprendiendo dicho proceso las etapas de:

- 50 (i) calentamiento inicial de la mezcla de modo que sea fluida;

(ii) acidificar la mezcla;

(iii) homogeneizar la mezcla después de la acidificación y antes de la separación, donde la homogeneización comprende inyectar vapor en la mezcla a una presión de entre 600 kPa (5 bar(g)) y 800 kPa (7 bar(g)) y agitación;

(iv) separar la mezcla en una fracción sólida, una fracción líquida orgánica y una fracción líquida acuosa;

5 (v) retirar dicha fracción sólida y dicha fracción líquida acuosa de la mezcla; y

(vi) filtrar la mezcla usando un filtro de vacío rotativo después de retirar dicha fracción sólida y dicha fracción líquida acuosa de la misma.

La mezcla puede ser una mezcla multifase y puede comprender al menos una fase (fracción) orgánica (líquida), una fase (fracción) acuosa (líquida) y una fase (fracción) sólida.

10 El calentamiento inicial de la mezcla de modo que sea fluida puede comprender calentar la mezcla a entre 55°C y 65°C.

La acidificación puede comprender ajustar el pH hasta menos de o igual a aproximadamente pH 5.

La acidificación puede comprender añadir ácido a la mezcla a un caudal de entre 1,5 kg por hora hasta 2,5 kg por hora.

15 Sin pretender quedar limitado por la teoría, se cree que el proceso de acidificación precipita impurezas en la solución; en particular jabones y detergentes, y/u otros agentes tales como tensioactivos, emulsionantes, dispersantes y/o humectantes. También se cree que mitiga la emulsificación, permitiendo por tanto una mejor separación de las fases acuosa y orgánica.

20 La separación puede comprender la separación simultánea y descarga de dicha fracción sólida, fracción líquida orgánica y fracción líquida acuosa.

La separación puede llevarse a cabo usando una unidad de separación trifásica.

La unidad de separación trifásica puede operar a una velocidad de cuba de 3000 a 4000 RPM.

La unidad de separación trifásica puede operar a una velocidad de desplazamiento de 10 a 20 RPM.

La homogeneización puede comprender calentar la mezcla hasta entre 85°C y 95°C.

25 El filtro de vacío rotativo puede comprender una capa de harina de madera alrededor de su circunferencia, y a través de la cual se filtra la mezcla.

El filtro de vacío rotativo puede operarse a una velocidad de corte de desde 100 a 200 micrómetros por revolución.

El filtro de vacío rotativo puede operarse a una velocidad rotacional de desde 1 a 2,5 RPM.

El proceso puede comprender la etapa adicional de recuperación de líquidos orgánicos de los líquidos acuosos.

30 La recuperación puede comprender un proceso de flotación por aire disuelto.

El proceso de flotación por aire disuelto puede llevarse a cabo a una temperatura de aproximadamente 45°C o menos.

Breve descripción de los dibujos

Ahora se describirán formas de realización de la invención, únicamente a modo de ejemplo, con referencia a los dibujos, en los que:

35 Figura 1 es un diagrama esquemático de un proceso de acuerdo con una forma de realización de la invención.

Descripción detallada

40 Haciendo referencia a la Figura 1, la primera etapa consiste en tomar una mezcla de grasa, aceite y grasa de cocina procedente de una planta de tratamiento de aguas residuales (no mostrada) y transferirla a un camión cisterna (no mostrado). El camión cisterna transporta a continuación la mezcla a una planta 12 de tratamiento. La mezcla es una mezcla multifásica, que comprende al menos una fase orgánica (líquida), una fase acuosa (líquida) y una fase sólida.

A continuación, la mezcla se somete a calentamiento inicial hasta 60°C usando inyección de vapor para hacer la mezcla suficientemente móvil para el procesamiento (es decir, la mezcla se hace fluida). Puede usarse un intervalo de temperaturas entre 55°C y 65°C, o típicamente 57°C y 63°C.

A continuación, la mezcla se transfiere usando una bomba 10 de pistón (VRH 250) a un depósito 14 de recepción/deshidratación, donde la mezcla se calienta hasta 95°C usando un serpentín 78 de calentamiento doble (un dispositivo de calentamiento) y/o usando inyección de vapor (vapor entra 16, condensado sale 18) durante un tiempo de aproximadamente 5 horas, lo cual pasteuriza la mezcla. El tiempo de calentamiento, sin embargo, puede estar entre aproximadamente 4 horas y aproximadamente 6 horas, o entre aproximadamente 4,5 horas y 5,5 horas. El calentamiento hasta 95°C también mejora la separación de aceite, agua y sólidos. Se puede usar un intervalo de temperaturas entre 90°C y 100°C o, típicamente, 92°C y 98°C. La fase orgánica (también conocida como la fase de aceite o la fase lipídica), la fase acuosa y los sólidos comienzan a separarse en el depósito 14 de recepción/deshidratación. El depósito 14 de recepción/deshidratación tiene una salida 20 de aproximadamente 20 cm (8 pulgadas) para ayudar a prevenir el bloqueo cuando la mezcla se descargue desde el depósito 14 de recepción/deshidratación. El flujo se controla mediante una válvula 22 de guillotina manual de aproximadamente 20 cm (8"), que cortará los residuos, ayudando nuevamente a evitar el bloqueo de la salida 20.

Después del calentamiento, la mezcla se descarga desde el depósito 14 de recepción/deshidratación. Como la mezcla del depósito 14 de recepción/deshidratación ha comenzado a separarse, la mezcla descargada es inicialmente principalmente fase acuosa y sólidos sedimentados. Esta entra al depósito 24 con su parte superior abierta a través de una malla perforada 26 integral de 6 mm que separa partículas grandes (restos). La fase acuosa es desviada a una instalación 28 de tratamiento de efluentes hasta que la mezcla que se descarga del depósito 14 de recepción/deshidratación cambia de fase acuosa a fase orgánica. Los sólidos retenidos por la malla 26 de filtro son retirados periódicamente durante todo el proceso para evitar que la malla 26 se bloquee. La mezcla ahora ha pasado por un cribado primario.

El baño de fusión/deposición 24 con su parte superior abierta tiene un serpentín 80 de vapor/calentamiento (vapor entra 116, condensado sale 118) situado en el fondo para mantener una temperatura suficiente para mantener la mezcla en un estado móvil y fluido (es decir, para evitar la solidificación). Toda fase orgánica residual en la fase acuosa es recuperada a través de una unidad 28 de flotación por aire disuelto. Esta fase orgánica recuperada se puede volver a introducir en el proceso en una etapa posterior, asegurando pérdidas mínimas.

Una unidad de flotación por aire disuelto es un proceso de tratamiento de agua que clarifica el agua o similares mediante la eliminación de materia suspendida, como sólidos o líquidos orgánicos, como grasas, aceites y grasas de cocina. La eliminación se consigue haciendo reaccionar primero la mezcla en la unidad con un coagulante (por ejemplo, sulfato férrico o de aluminio, o cloruro férrico o de aluminio), y ajustando seguidamente el pH entre pH 5 y pH 7 usando un álcali o una base como, por ejemplo, hidróxido de sodio. El coloide resultante se retira usando una poliacrilamida iónica floculante basada en polímero (Millifloc™ V39™). A continuación, los flóculos se eliminan disolviendo el aire en el agua a presión y luego liberando el aire a presión atmosférica en un depósito o estanque de flotación. El aire liberado forma pequeñas burbujas que se adhieren a la materia suspendida, provocando que la materia suspendida flote hacia la superficie del agua, donde luego puede ser eliminada por un dispositivo desnatador.

Haciendo referencia nuevamente a la Figura 1, después del cribado primario, se usa una bomba centrífuga 30 para transferir la mezcla a través de un filtro 32 en línea de malla de 3 mm a un depósito 34 de consolidación cónico calentado con un serpentín 82 de calentamiento, donde se produce una sedimentación adicional. Después de la sedimentación, la fase acuosa y los sólidos son decantados en un recipiente de residuos apropiado (no mostrado) para su eliminación.

La fase orgánica del depósito 34 de consolidación se transfiere seguidamente a un depósito 36 de retención calentado y calorifugado (calentamiento por un serpentín 84a, 84b, 84c de calentamiento, vapor entra 216, condensado sale 218), usando una bomba centrífuga 86, y donde la mezcla es mantenida antes de la purificación posterior. La mezcla de este depósito 36 es extraída a través de un filtro 38 en línea dúplex con una malla de 2 mm mediante una bomba de engranajes 40 Waukesha™ a un caudal de entre 1500 y 2500 kg por hora. Durante este proceso de transferencia, se inyecta agua y 75% en peso de ácido fosfórico (80 a 100 kg por hora y 1,5 a 2,5 kg por hora, respectivamente) a través de las entradas 42 y 44, respectivamente, en la mezcla, antes de que la mezcla entre en un mezclador estático 46 en línea. La etapa de acidificación altera el pH a pH 5 o menos. Sin embargo, el pH puede estar de forma útil entre aproximadamente pH 4,7 y aproximadamente pH 4,8. La mezcla es calentada a continuación introduciendo vapor a 600 a 800 kPa (5 a 7 bar(g)) en el mezclador 46, calentando la mezcla hasta 85°C a 95°C. La mezcla se mejora aún más usando un mezclador mecánico giratorio 48 que está situado en línea, asegurando que la mezcla se homogeneice antes de separarse.

La mezcla homogeneizada es transferida a una unidad 50 de separación trifásica, que es una centrífuga decantadora horizontal a contracorriente (Z4E-3/441g TRICANTER®). La unidad 50 de separación trifásica funciona a una velocidad de cuba de 3400 RPM y una velocidad de desplazamiento de 12 a 14 RPM. Los sólidos separados caen en un receptáculo 52 adecuado debajo de la unidad 50 de separación trifásica. La fase acuosa se elimina a través de un orificio 88 de salida a vacío y se canaliza al sistema 54 de drenaje. Los materiales orgánicos en la fase acuosa se recuperan usando una unidad 28 de flotación por aire disuelto. La fase orgánica separada pasa sobre un rebosadero (no mostrado) situado dentro de la unidad 50 de separación y es retirada a través de un orificio 90 de salida por gravedad, antes de ser canalizada a un depósito 56 de estabilización. La fase orgánica se transfiere luego usando una bomba 58 de desplazamiento positivo a un depósito 60 de almacenamiento a granel calentado y calorifugado equipado

con un elemento 92 de calentamiento. La etapa de separación implica la separación y descarga simultáneas de una fracción sólida, una fracción líquida orgánica (fase) y una fracción líquida acuosa (fase).

La unidad 50 de separación trifásica puede usarse con las siguientes configuraciones:

Velocidad de la cuba: 3000 a 4000 RPM; y/o

5 Velocidad de desplazamiento: 10 a 20 RPM.

Para garantizar que la fase orgánica sea adecuada para la esterificación a alta presión/temperatura (una de las primeras etapas en la preparación del material para la producción de biodiésel), la fase orgánica se somete a una etapa de filtración final que elimina los contaminantes sólidos que queden. La fase orgánica se transfiere usando una bomba centrífuga 94 desde el depósito 60 de retención a granel (vapor entra 316, condensado sale 318) en un depósito 62 de estabilización calentado equipado con un elemento 96 de calentamiento y un mezclador 98 antes de ser bombeado usando la bomba 97 de desplazamiento positivo en el sumidero 64 de un filtro 66 de vacío rotativo (ROTAVAC®). El filtro 66 de vacío rotativo comprende una capa (o lecho) de harina de madera 68 alrededor de su circunferencia y a través de la cual se filtra la mezcla. La harina de madera 68 se mezcla inicialmente con material de la fase orgánica antes de ser extraída en el tambor 70 del filtro 66 de vacío rotativo. La fase orgánica es extraída del sumidero 64 a través del lecho 68 dejando atrás cualquier contaminación. Una cuchilla 72 corta continuamente en el lecho 68 exponiendo una nueva área de filtro, esto garantiza que se mantiene una velocidad de filtración óptima. La mezcla se mantiene a una temperatura de 80°C durante el proceso de filtración. Sin embargo, la temperatura puede estar entre aproximadamente 75°C y aproximadamente 85°C, o entre aproximadamente 72°C y aproximadamente 83°C, o entre 65°C y 85°C.

20 El filtro 66 de vacío rotativo puede usarse con los siguientes ajustes:

Velocidad de corte: 100 a 200 micrómetros por revolución;

Harina de madera tipo/grado: fibra de celulosa 110; y/o

Velocidad de rotación: 1 a 2,5 RPM.

25 Una vez filtrada, la mezcla purificada se extrae en el depósito 74 de filtrado para su almacenamiento. La mezcla purificada es transferida luego usando una bomba 100 de desplazamiento positivo a un depósito 76 final, equipado con un serpentín 102 de calentamiento antes de ser transferida a una planta 104 de esterificación de alta presión por medio de una bomba 106. Esta planta 104 prepara la mezcla purificada para un procesamiento posterior, tal como el proceso de formación de biodiésel.

30 La mezcla purificada obtenida del proceso descrito puede usarse como un material de partida para un proceso posterior usado para producir combustibles tales como biodiésel.

El proceso completo tal como se ha expuesto antes se lleva a cabo de forma útil a una temperatura de al menos 60°C, aparte del proceso de flotación por aire disuelto, que se lleva a cabo a una menor temperatura como se ha presentado antes.

35 En una forma de realización se proporciona una mezcla purificada preparada por el proceso presentado en el presente documento.

En otra forma de realización se proporciona un combustible preparado a partir de la mezcla purificada descrita en el presente documento. En una forma de realización el combustible es biodiésel.

En una forma de realización se proporciona un combustible preparado a partir de la mezcla purificada del proceso descrito en el presente documento. En una forma de realización el combustible es biodiésel.

40 La presente invención proporciona así un proceso para purificar grasas, aceites y grasas de cocina (procedentes de grasas de alcantarillado, por ejemplo) tal que estas puedan usarse para preparar combustibles tales como biodiésel. Así, puede obtenerse un precursor valioso para biodiésel a partir de un material, de otro modo de desecho. Previamente, se ha considerado impracticable purificar tales materiales y/u obtener biodiésel o su precursor a partir de tales materiales de partida altamente contaminados. Sin embargo, los autores de la invención han mostrado de forma sorprendente que tales materiales de partida contaminados pueden procesarse para proporcionar un precursor de biodiésel y biodiésel.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para purificar una mezcla que comprende grasa, aceite y/o grasa de cocina, comprendiendo dicho proceso las etapas de:
 - (i) calentamiento inicial de la mezcla de modo que sea fluida;
 - 5 (ii) acidificar la mezcla;
 - (iii) homogeneizar la mezcla después de la acidificación y antes de la separación, donde la homogeneización comprende inyectar vapor en la mezcla a una presión de entre 600 kPa (5 bar(g)) y 800 kPa (7 bar(g)) y agitación;
 - (iv) separar la mezcla en una fracción sólida, una fracción líquida orgánica y una fracción líquida acuosa;
 - (v) retirar dicha fracción sólida y dicha fracción líquida acuosa de la mezcla; y
 - 10 (vi) filtrar la mezcla usando un filtro de vacío rotativo después de retirar dicha fracción sólida y dicha fracción líquida acuosa de la misma.
2. Un proceso según la reivindicación 1, donde el calentamiento inicial de la mezcla de modo que esta sea fluida comprende calentar la mezcla hasta entre 55°C y 65°C.
3. Un proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, donde la acidificación comprende ajustar el pH hasta menos de o igual a aproximadamente pH 5.
4. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la acidificación comprende añadir ácido a la mezcla a un caudal de entre 1,5 kg por hora hasta 2,5 kg por hora.
5. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la separación comprende la separación y descarga simultáneas de dichas fracción sólida, fracción líquida orgánica y fracción líquida acuosa.
6. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la separación se lleva a cabo usando una unidad de separación trifásica.
7. Un proceso según la reivindicación 6, donde la unidad de separación trifásica se opera a una velocidad de cuba de desde 3000 hasta 4000 RPM.
8. Un proceso según la reivindicación 6 o reivindicación 7, donde la unidad de separación trifásica se opera a una velocidad de desplazamiento de desde 10 hasta 20 RPM.
9. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde la homogeneización comprende calentar la mezcla hasta entre 85°C y 95°C.
10. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el filtro de vacío rotativo comprende una capa de harina de madera alrededor de la circunferencia del mismo, y a través del cual se filtra la mezcla.
11. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el filtro de vacío rotativo se opera a una velocidad de corte de desde 100 hasta 200 micrómetros por revolución.
12. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, donde el filtro de vacío rotativo se opera a una velocidad rotacional de desde 1 hasta 2,5 RPM.
13. Un proceso según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, comprendiendo dicho proceso la etapa adicional de recuperación de líquidos orgánicos a partir de líquidos acuosos.
14. Un proceso según la reivindicación 13, donde la recuperación comprende un proceso de flotación por aire disuelto.
15. Un proceso según la reivindicación 13 o reivindicación 14, donde la mezcla se retiene a una temperatura de aproximadamente 45°C o menos.

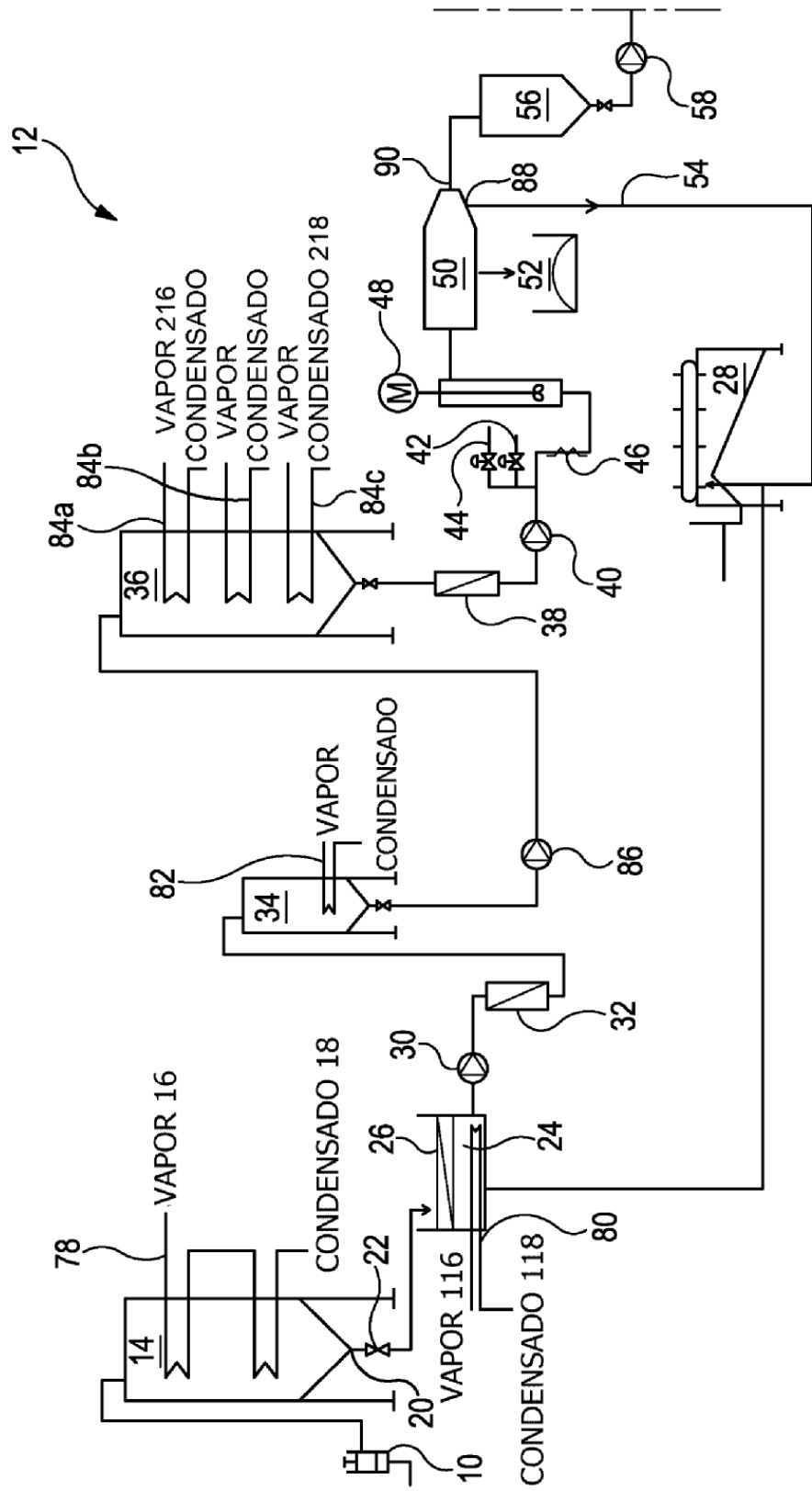


Figura 1

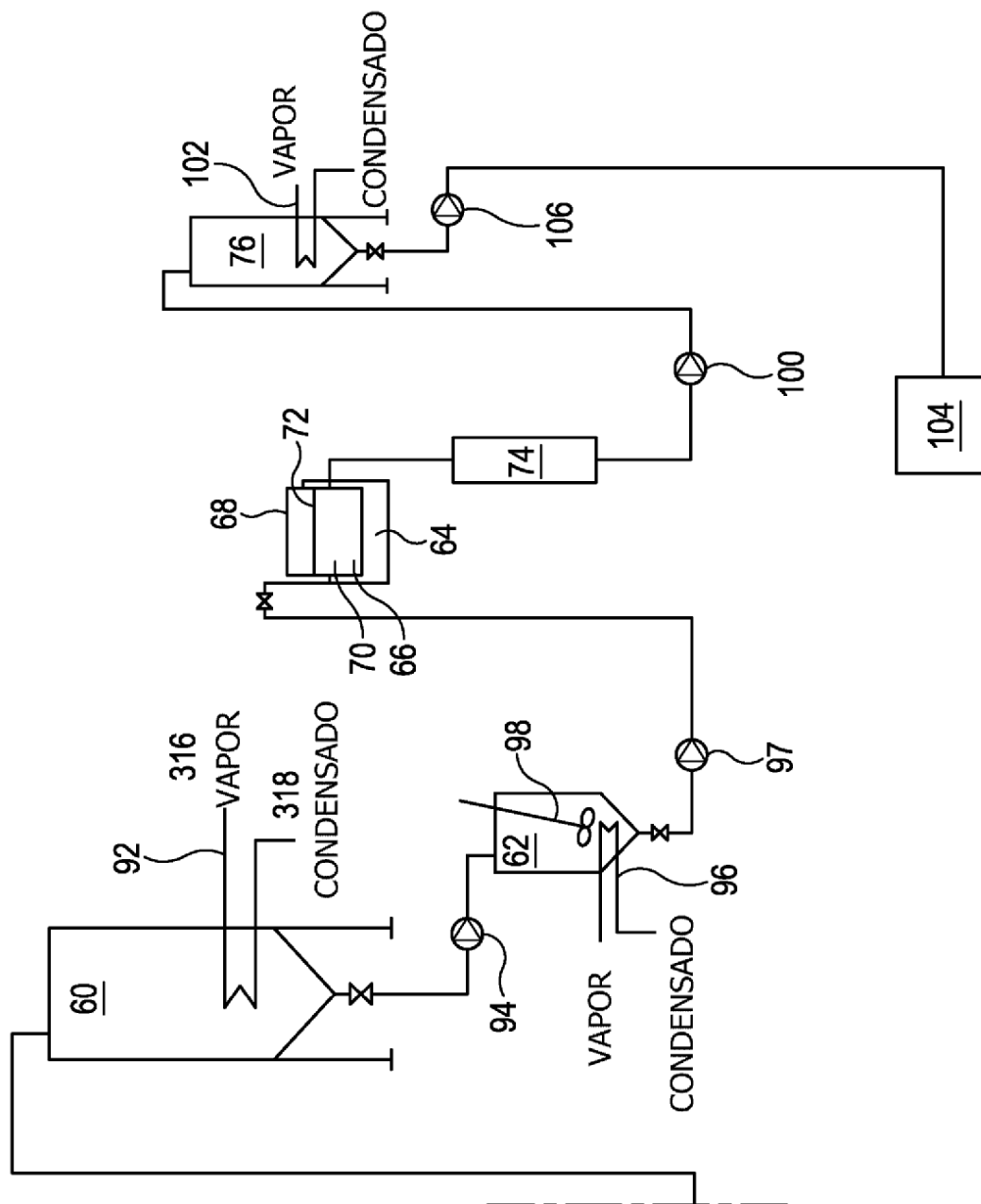


Figura 1 (continuación)