

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】令和6年8月16日(2024.8.16)

【国際公開番号】WO2022/035951

【公表番号】特表2023-538541(P2023-538541A)

【公表日】令和5年9月8日(2023.9.8)

【年通号数】公開公報(特許)2023-170

【出願番号】特願2023-509686(P2023-509686)

【国際特許分類】

10

C 11 B 3/04 (2006.01)

C 11 B 1/10 (2006.01)

【F I】

C 11 B 3/04

C 11 B 1/10

【手続補正書】

【提出日】令和6年8月7日(2024.8.7)

【手続補正1】

20

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

汚染された原料内に含有される汚染物質を削減させるためのプロセスであって、

前記汚染された原料を水および金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つと混合することであって、前記金属捕捉剤または反応剤は、酸または塩溶液、または酸と塩溶液の組み合わせを備え、原料 - 水 - 反応剤混合物を形成する、ことと、

前記原料 - 水 - 反応剤混合物をハイドロサーマル精製反応器の中に圧力下で給送することであって、前記原料 - 水 - 反応剤混合物は、熱、圧力、および少なくとも2,000のレイノルズ数における乱流条件に曝される、ことと、

無機汚染物質と水および前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つの急速な反応を引き起こし、水相に分かれる無機塩を形成する様式において、前記原料 - 水 - 反応剤混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持すること、および、前記原料 - 水 - 反応剤混合物中の原料の有機部分が低分子量断片への炭素 - 炭素結合の熱分解を受けることを防止し、前記有機部分中の化合物が重合することを防止し、および/または前記有機部分中の化合物が「シス」異性体から「トランス」異性体に異性化することを防止し、ハイドロサーマル反応器廃液を形成する様式において、10秒未満または最大10秒～10分未満の空間時間にわたって、前記原料 - 水 - 反応剤混合物の前記温度、圧力、および乱流条件を維持することであって、100psig～2,500psigの範囲内の動作圧力および150～350の範囲内の動作温度での前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料 - 水 - 反応剤混合物の前記空間時間は、約10秒～5分の範囲内である、ことと、

前記ハイドロサーマル反応器廃液を、前記無機汚染物質の塩を含有する前記水相と、前記汚染された原料よりも低濃度の前記無機汚染物質を含有する有機相とに分離することを含む、プロセス。

【請求項2】

前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つは、前記原料との混合に先立って前記水と混合されるか、または前記プロセス全体を通して、任意の時点で前記原料 - 水混合物に添加される、請求項1に記載のプロセス。

50

【請求項 3】

前記汚染された原料は、バージン植物油、トリ、ジ、およびモノグリセリド、遊離脂肪酸、レシチン、ガム、およびリン脂質、石鹼原料および脂肪酸の石鹼、脱臭蒸留物、酸性油、使用済み食用油、イエローグリース、ブラウングリース、および獸脂を含む、廃油脂、油、およびグリース、蒸留コーン油、藻類油、微生物油、廃水処理からの脱脂油およびグリース、熱分解油、またはそれらの混合物もしくは水エマルションを含む、再生可能な油およびグリースから成る、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 4】

前記原料および前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つは、前記原料 - 水 - 反応剤混合物を形成するために、前記混合物が乱流に維持されている間に、ティー接続、スタティックミキサ、ポンプ、または混合バルブを使用して、前記流れを組み合わせることによって混合される、請求項1に記載のプロセス。
10

【請求項 5】

前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つは、強酸、弱酸、有機酸、塩、およびそれらの混合物のうちの少なくとも1つを含む、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 6】

前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記圧力は、液体ハイドロサーマル相に前記混合物を維持するように制御される、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 7】

前記原料 - 水 - 反応剤混合物は、単相溶液として存在することができる、または2相原料 - 水混合物として存在することができる、請求項1に記載のプロセス。
20

【請求項 8】

前記ハイドロサーマル精製反応器は、等温反応器または断熱反応器として動作されてもよい、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 9】

前記原料 - 水 - 反応剤混合物の水濃度は、前記水相への無機塩汚染物質の溶解をもたらすように制御される、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 10】

前記反応器廃液を前記水相および前記有機相に分離することは、冷却するステップと、減圧するステップと、清浄水流および水流を生成するために分離するステップとを含む、請求項1に記載のプロセス。
30

【請求項 11】

前記水相および前記有機相の分離は、重力分離器、静電補助重力分離器、コアレッサ、ハイドロサイクロン、遠心分離機、解乳化剤または水清澄剤の添加、もしくはそれらの任意の組み合わせのうちの少なくとも1つを使用することによって遂行される、請求項1に記載のプロセス。

【請求項 12】

再生可能な原料 / 水エマルション中の汚染物質を削減させ、エマルションを破壊するためのプロセスであって、

油 / 水エマルションを水および金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つと混合することであって、前記金属捕捉剤または反応剤は、酸または塩溶液、または酸と塩溶液の組み合わせを備え、原料 - 水 - エマルション混合物を形成する、ことと、
40

前記原料 - 水 - エマルション混合物をハイドロサーマル精製反応器の中に圧力下で給送することであって、前記原料 - 水 - エマルション混合物は、熱、圧力、および少なくとも2,000のレイノルズ数における乱流条件に曝される、ことと、

無機汚染物質と水および前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つの急速な反応を引き起こし、水相に分かれ無機塩を形成する様式において、前記原料 - 水 - エマルション混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持することと、

前記原料 - 水 - エマルション混合物中の原料の有機部分が低分子量断片への脂質の炭素 - 炭素結合の熱分解を受けることを防止し、前記有機部分中の不飽和化合物が重合するこ
50

とを防止し、および／または前記有機部分中の不飽和脂質化合物が「シス」異性体から「トランス」異性体に異性化することを防止し、ハイドロサーマル反応器廃液を形成するように、10秒未満または最大10秒～10分未満の空間時間にわたって、前記原料・水・反応剤混合物の前記温度、圧力、および乱流条件を維持することであって、100psi～2,500psiの範囲内の動作圧力および150～350の範囲内の動作温度での前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料・水・エマルション混合物の前記空間時間は、約10秒～5分の範囲内である、ことと、

前記ハイドロサーマル反応器廃液を、前記無機汚染物質の塩を含有する前記水相に分離することと

を含む、プロセス。

10

【請求項13】

前記ハイドロサーマル精製反応器は、少なくとも4,000のレイノルズ数において動作する、請求項1に記載のプロセス。

【請求項14】

前記有機相中のリン、金属、および塩素の量は、100万分の2未満に削減される、請求項1に記載のプロセス。

【請求項15】

前記有機相中の鉱物、金属、および塩の量は、前記汚染された原料中の鉱物、金属、および塩の量と比較して95%を上回って削減される、請求項1に記載のプロセス。

20

【請求項16】

前記汚染された原料からの前記有機相のリン含有量は、100万分の500を上回るものから100万分の2未満まで削減され、総金属含有量は、100万分の10未満に削減される、請求項1に記載のプロセス。

【請求項17】

前記ハイドロサーマル精製反応器は、3.4MPag(500psi)～6.9MPag(1000psi)の範囲内の圧力で、および、200～300の範囲内の温度で動作され、前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料・水・反応剤混合物の前記空間時間は、2分未満である、請求項1に記載のプロセス。

【請求項18】

前記ハイドロサーマル精製反応器は、3.4MPag(500psi)～6.9MPag(1000psi)の範囲内の圧力で、および、200～300の範囲内の温度で動作され、前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料・水・エマルション混合物の前記空間時間は、2分未満である、請求項12に記載のプロセス。

30

【請求項19】

前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つは、弱酸、有機酸、塩、およびそれらの混合物のうちの少なくとも1つを含む、請求項12に記載のプロセス。

【請求項20】

前記ハイドロサーマル反応器廃液を前記水相に分離することは、冷却するステップと、減圧するステップと、清浄油流および水流を生成するために分離するステップとを含み、前記水相の分離は、好ましくは、重力分離器、静電補助重力分離器、コアレッサ、ハイドロサイクロン、遠心分離機、解乳化剤または水清澄剤の添加、もしくはそれらの任意の組み合わせのうちの少なくとも1つを使用することによって遂行される、請求項12に記載のプロセス。

40

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

本発明はまた、原料の炭素・炭素結合脂質の熱分解、重合、または異性化を引き起こす

50

ことなく、急速なリン脂質の加水分解をもたらす、液体ハイドロサーマル相を維持するための温度、圧力、および乱流条件で動作される、ハイドロサーマル精製反応器システムと、ハイドロサーマル精製反応器システムの廃液から無機汚染物質を含有する清浄な油生成物流および水流を除去するための分離システムとから成る、再生可能な油を除染するためのハイドロサーマル精製システムを含む。ハイドロサーマル精製反応器システムは、少なくとも 2,000 のレイノルズ数 (Re) を有する、乱流で動作されることができる。ハイドロサーマル精製反応器システムは、100 psig ~ 2,500 psig の範囲内の圧力および 150 ~ 350 の範囲内の温度で動作されることができ、油の浄化が、約 10 秒 ~ 15 分、10 秒 ~ 10 分、または 10 秒 ~ 5 分の空間時間（または表面的滞留時間）で起こる。代替として、ハイドロサーマル精製反応器は、500 ~ 1,000 psig の範囲内の圧力、200 ~ 300 の範囲内の温度、および最大で 2 分またはそれ未満の空間時間で動作されることができる。ハイドロサーマル精製反応器システムの水と油の割合、圧力、温度、および滞留時間は、処理されている特定の原料、原料内の汚染物質のタイプ、加水分解度、および特定の金属捕捉剤および / または反応剤を含む、いくつかの変数に基づいて、判定されることができ、金属捕捉剤または反応剤は、水および原料と混合される、酸または塩溶液を備えることを理解されたい。特定の圧力、温度、および空間時間は、上記に列挙された変数および要求される汚染物質削減レベルに応じて、上記に概説されたパラメータ外であり得ることもまた理解されたい。

10

本発明は、例えば、以下を提供する。

20

(項目 1)

汚染された原料内に含有される汚染物質を削減させるためのプロセスであって、前記汚染された原料を水および金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも 1 つと混合することであって、前記金属捕捉剤または反応剤は、酸または塩溶液、または酸と塩溶液の組み合わせを備え、原料 - 水 - 反応剤混合物を形成することと、前記原料 - 水 - 反応剤混合物をハイドロサーマル精製反応器の中に圧力下で給送することであって、前記混合物は、熱、圧力、および乱流条件に曝される、ことと、前記無機汚染物質と前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも 1 つの急速な反応を引き起こし、水相に分かれる、無機塩を形成する様式において、前記原料 - 水 - 反応剤混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持すること、および、前記混合物中の原料の有機部分が、炭素 - 炭素結合の低分子量断片への熱分解を受けないように防止し、前記有機画分中の化合物が、重合しないように防止し、および / または前記有機画分中の化合物が、「シス」異性体から「トランス」異性体に異性化しないように防止し、ハイドロサーマル反応器廃液を形成する様式において、事前に判定された空間時間にわたって、前記原料 - 水 - 反応剤混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持することと、前記ハイドロサーマル反応器廃液を、無機汚染物質の塩を含有する、水相と、前記汚染された原料よりも低濃度の無機汚染物質を含有する、有機相とに分離することとを含む、プロセス。

30

(項目 2)

前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも 1 つは、前記原料との混合に先立って前記水と混合されるか、または前記ハイドロサーマル精製プロセス全体を通して、任意の時点で油水混合物に添加される、項目 1 記載のプロセス。

40

(項目 3)

前記汚染された原料は、バージン植物油、トリ、ジ、およびモノグリセリド、遊離脂肪酸、レシチン、ガム、およびリン脂質、石鹼原料および脂肪酸の石鹼、脱臭蒸留物、酸性油、使用済み食用油、イエローグリース、ブラウングリース、および獸脂を含む、廢油脂、油、およびグリース、蒸留コーン油、藻類油、微生物油、廃水処理からの脱脂油およびグリース、熱分解油、またはそれらの混合物もしくは水エマルションを含む、再生可能な油およびグリースから成る、項目 1 記載のプロセス。

(項目 4)

50

異なる原料は、原料の処理性、システム性能、および / またはプロセス経済性を改良さ

せるであろう、割合で混成されてもよい、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 5)

前記原料および前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも 1 つは、原料 - 水 - 反応剤混合物を形成するために、前記混合物が乱流に維持されている間に、ティー接続、スタティックミキサ、ポンプ、または混合バルブを使用して、前記流れを組み合わせることによって混合される、項目 1 記載のプロセス。

(項目 6)

前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも 1 つは、強酸、弱酸、有機酸、塩、およびそれらの混合物のうちの少なくとも 1 つを含む、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 7)

前記ハイドロサーマル精製反応器は、少なくとも 2 , 0 0 0 のレイノルズ数 (Re) に乱流状態を維持するように設計される、管状プラグフロー反応器 (PFR) を含む、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 8)

前記原料 - 水 - 反応剤混合物は、150 ~ 350 の範囲内の反応温度に加熱される、項目 1 記載のプロセス。

(項目 9)

前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記圧力は、100 psig ~ 2 , 5 0 0 psig の範囲内に維持され、液体ハイドロサーマル相に混合物を維持するように制御される、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 10)

前記原料 - 水 - 反応剤混合物は、単相溶液として存在することができる、または 2 相原料 - 水混合物として存在することができる、項目 1 記載のプロセス。

(項目 11)

動作圧力が、100 psig ~ 2 , 5 0 0 psig の範囲内、および動作温度が、150 ~ 350 の範囲内である、前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料 - 水 - 反応剤混合物の前記空間時間は、約 10 秒 ~ 15 分の範囲内である、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 12)

前記ハイドロサーマル精製反応器は、等温反応器または断熱反応器として動作されてもよい、項目 1 に記載のプロセス。

(項目 13)

前記原料 - 水 - 反応剤混合物の前記水濃度は、前記水相への無機塩汚染物質の溶解をもたらすように制御される、項目 1 記載のプロセス。

(項目 14)

前記反応器廃液を前記水性流および前記生成物流に分離することは、冷却するステップと、減圧するステップと、清浄油流および水流を生成するために分離するステップとを含む、項目 1 記載のプロセス。

(項目 15)

前記清浄油および水流の分離は、重力分離器、静電補助重力分離器、コアレッサ、ハイドロサイクロン、遠心分離機、解乳化剤または水清澄剤の添加、もしくはそれらの任意の組み合わせのうちの少なくとも 1 つを使用することによって遂行される、項目 14 に記載のプロセス。

(項目 16)

再生可能な油を除染ためのハイドロサーマル浄化システムであって、脂質の炭素 - 炭素結合の分解または原料の異性化を引き起こすことなく、無機汚染物質と原料 - 水 - 反応剤混合物中の酸および塩捕捉剤との急速な反応をもたらす、液体ハイドロサーマル相を維持するための、温度、圧力、および乱流条件を動作される、ハイドロサーマル浄化反応器システムと、

前記ハイドロサーマル精製反応器システムの廃液から、清浄油生成物流および無機汚染

10

20

30

40

50

物質を含有する水流を除去するための分離システムと
を備える、システム。

(項目17)

前記ハイドロサーマル精製反応器システムは、少なくとも2,000のレイノルズ数(Re)を有する乱流で動作される、項目16に記載のシステム。

(項目18)

前記ハイドロサーマル反応器システムは、100 psig ~ 2,500 psig の範囲内の圧力および150 ~ 350 の範囲内の温度で動作され、前記油の浄化は、約10秒 ~ 15分の範囲内の滞留時間で起こる、項目16に記載のシステム。

(項目19)

再生可能な原料 / 水エマルション中の汚染物質を削減させ、エマルションを破壊するためのプロセスであって、

油 / 水エマルションを水および金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つと混合することであって、前記金属捕捉剤または反応剤は、酸または塩溶液、または酸と塩溶液の組み合わせを備え、原料 - 水 - エマルション混合物を形成すること、

前記原料 - 水 - エマルション混合物をハイドロサーマル精製反応器の中に圧力下で給送することであって、前記混合物は、熱、圧力、および乱流条件に曝されること、

前記無機汚染物質と前記金属捕捉剤または反応剤のうちの少なくとも1つの急速な反応を引き起こし、水相に分かれる、無機塩を形成する様式において、前記原料 - 水 - エマルション混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持すること、

前記混合物中の原料の有機部分が、炭素 - 炭素結合の低分子量断片への熱分解を受けないように防止し、前記有機画分中の化合物が、重合しないように防止し、および / または前記有機画分中の化合物が、「シス」異性体から「トランス」異性体に異性化しないように防止し、ハイドロサーマル反応器廃液を形成する様式において、事前に判定された空間時間にわたって、前記原料 - 水 - 反応剤混合物の温度、圧力、および乱流条件を維持すること、

前記ハイドロサーマル反応器廃液を、無機汚染物質の塩を含有する、水相に分離すること

を含む、方法。

(項目20)

前記ハイドロサーマル精製反応器内の前記原料 - 水 - エマルション混合物は、約100 psig ~ 2,500 psig の範囲内の動作圧力に維持され、約10秒 ~ 15分の範囲内の空間時間にわたって、150 ~ 350 の範囲内の動作温度に加熱される、項目19に記載のプロセス。

10

20

30

40

50