

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 836 762**

51 Int. Cl.:

C11B 1/16 (2006.01)

C11B 3/12 (2006.01)

C11B 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.07.2019** **E 19185216 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.09.2020** **EP 3594317**

54 Título: **Fraccionamiento de material a base de biomasa**

30 Prioridad:

13.07.2018 FI 20180083

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

28.06.2021

73 Titular/es:

NESTE OYJ (100.0%)

Keilaranta 21

02150 Espoo, FI

72 Inventor/es:

NEVANLINNA, VILLE y

VIKMAN, KIM

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 836 762 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

Fraccionamiento de material a base de biomasa

Campo de la invención

La presente invención se refiere al fraccionamiento de taloíl bruto y/u otro material a base de biomasa, y más particularmente al desalquitrinado del taloíl bruto y/u otro material a base de biomasa.

Antecedentes

La siguiente descripción de antecedentes de la técnica puede incluir conocimientos, descubrimientos, entendimientos o descripciones, o asociaciones junto con descripciones no conocidas en la técnica relevante antes de la presente invención, pero proporcionadas por la presente descripción. Algunas de estas contribuciones descritas en el presente documento se pueden señalar específicamente a continuación, mientras que otras de dichas contribuciones abarcadas por la presente descripción de la invención serán evidentes a partir de su contexto.

En el fraccionamiento del taloíl bruto (CTO), se separa el alquitrán del taloíl bruto utilizando evaporadores de película fina en serie. El documento US 3 644 179 por Krems-Chemie describe el uso de evaporadores de película fina Luwa para deshidratación, desalquitrinado e intercambio de calor para ebullición en columnas de fraccionamiento rellenas. Este procedimiento minimiza el tiempo durante el cual los compuestos sensibles al calor en el taloíl eran expuestos a temperatura elevada. El documento WO 2008/099051 A2 se refiere a un procedimiento para el tratamiento de un taloíl bruto para eliminar impurezas. El procedimiento comprende una primera etapa de pretratamiento que implica un lavado de taloíl bruto y una separación de una primera fase oleosa que comprende taloíl bruto refinado y una fase acuosa que contiene impurezas, y una segunda etapa que implica la separación de una segunda fase oleosa de la fase acuosa.

El taloíl bruto y los productos obtenidos a partir del taloíl bruto son muy sensibles al calor. La temperatura excesiva o la exposición a alta temperatura durante un largo periodo de tiempo produce degradación y la consiguiente pérdida de producto, o al menos un producto descolorido. Esto puede contrarrestarse mediante el uso de un vacío muy alto para las columnas de destilación y los evaporadores de película fina como los hervidores. En la aplicabilidad de la destilación en seco no solo influye la composición del CTO, sino que también depende en gran medida de las condiciones, por ejemplo, la presión y temperatura de funcionamiento y el tiempo de permanencia de los productos en el aparato de desalquitrinado. La vaporización y compresión de productos vaporizables, tal como la separación de ácidos grasos y ácido de colofonia de compuestos de alquitrán nativo en el CTO y de alquitrán formado por calentamiento, requieren una temperatura alta (250-320°C), incluso a baja presión (800-1300 Pa), en la entrada de vapor a una columna de destilación de colofonia o una primera columna de fraccionamiento.

Compendio

A continuación se presenta un resumen simplificado de las características descritas en el presente documento para proporcionar una comprensión básica de algunos aspectos ilustrativos de la invención. Este compendio no es una descripción general extensa de la invención. No se pretende identificar elementos clave/críticos de la invención ni delinear el alcance de la invención. Su único propósito es presentar algunos conceptos descritos en el presente documento de forma simplificada como preludio de una descripción más detallada.

Según un aspecto, se proporciona la materia de las reivindicaciones independientes. Las realizaciones se definen en las reivindicaciones dependientes.

Uno o más ejemplos de implementaciones se exponen con más detalle en los dibujos adjuntos y la descripción a continuación. Otras características resultarán evidentes a partir de la descripción y los dibujos, y de las reivindicaciones.

Breve descripción de los dibujos

A continuación, la invención se describirá con mayor detalle por medio de realizaciones preferidas con referencia a los dibujos adjuntos, en los que

La figura 1 ilustra ejemplos de procedimientos de desalquitrinado y destilación en el fraccionamiento de material a base de biomasa tal como CTO;

La figura 2 ilustra un procedimiento de ejemplo para el fraccionamiento de material a base de biomasa tal como CTO.

Descripción detallada de realizaciones

Las siguientes realizaciones son de ejemplo. Aunque la memoria descriptiva puede referirse a "una" o "alguna(s)" realización(es) en varios lugares, esto no significa necesariamente que cada una de estas referencias sea a la(s) misma(s) realización(es), o que la característica solo se aplica a una sola realización. También se pueden combinar características únicas de diferentes realizaciones para proporcionar otras realizaciones. Además, las palabras "que

comprende", "que contiene" y "que incluye" deben entenderse como no limitantes de las realizaciones descritas para que consistan solo en las características que se han mencionado y dichas realizaciones pueden contener también características/estructuras que no se han mencionado específicamente. En una realización, las etapas o realizaciones del método se pueden realizar en combinación entre sí. En otra realización, solo se pueden realizar algunas de las etapas o realizaciones del método.

Para disminuir los efectos no deseados de la degradación por calor durante el desalquitrado del taloíl, se describen un procedimiento y aparato mejorados, en los que se utiliza una serie de al menos un evaporador de película fina (TFE) y al menos un evaporador de recorrido corto (SPE) para el desalquitrado. Un procedimiento y aparato de ejemplo permiten disminuir aún más la exposición de las materias primas a altas temperaturas en el desalquitrado, permitiendo así un mayor rendimiento de destilados y un tamaño reducido del evaporador de desalquitrado en comparación con las soluciones conocidas. Un procedimiento de ejemplo también tiene un efecto sobre el diámetro de la columna de destilación de colofonia, de modo que se disminuye el volumen total de la columna de destilación de colofonia. El tamaño reducido logrado del evaporador de desalquitrado y la columna de destilación de colofonia permite reducir los costes de inversión de una instalación de fraccionamiento de taloíl bruto.

Las temperaturas utilizadas para el desalquitrado son las más altas de todo el procedimiento de fraccionamiento del CTO. Un procedimiento de ejemplo permite una disminución considerable de las temperaturas utilizadas para el desalquitrado; la temperatura de desalquitrado se puede incluso disminuir en 20°C o más.

Un procedimiento de ejemplo también permite disminuir la pérdida de presión en la parte superior de la columna de destilación de colofonia debido a la alimentación parcialmente licuada. Esto proporciona un parámetro de diseño adicional para optimizar el perfil de presión de la columna de destilación de colofonia. Finalmente, se puede lograr una caída de presión global más baja en la columna de destilación de colofonia, permitiendo así rendimientos más altos del producto de colofonia, sin aumentar la temperatura del fondo en la columna de destilación de colofonia.

El taloíl bruto comprende agua, trementina, compuestos neutros ligeros (p. ej., compuestos insaponificables tales como alcoholes, ésteres ligeros, cetonas), ácido graso, ácido de colofonia, compuestos neutros pesados (p. ej., ésteres, dímeros, anhídridos y/o alcoholes tales como esteroides), sales, y material sólido. El material sólido es principalmente material sólido derivado de lignina. Los constituyentes derivan del licor negro que es un subproducto del desfibrado de madera blanda (tal como el pino) o madera dura (tal como el abedul). Los constituyentes tales como la trementina y/o el ácido de colofonia también pueden derivar de árboles por extracción de resina, que es un método para recolectar resina. Las reacciones secundarias en el fraccionamiento del CTO están limitadas por la cinética y pueden reducirse reduciendo la temperatura y el tiempo de permanencia. Además de la reducción de la velocidad de reacción, la presión más baja también mejora la separación de la colofonia de taloíl de los componentes neutros más pesados. La composición del taloíl bruto puede depender de su origen, y las cantidades (% en peso) de los constituyentes del taloíl bruto pueden variar dependiendo del origen del taloíl bruto.

Cabe señalar que, en lugar de o además del taloíl bruto, cualquier otro material lipídico a base de biomasa o material lipídico procedente de material biológico, tal como el material biológico procedente de plantas o animales o sus productos de desecho, tales como el lodo de aceite de palma (SPO), aceite de cocina usado (UCO) y/o grasa animal (AF), también se pueden utilizar como materia prima en el procedimiento de fraccionamiento y/o desalquitrado. Básicamente, el material a base de biomasa se refiere a cualquier material producido por el crecimiento de microorganismos, plantas y/o animales.

En una realización, un procedimiento para fraccionar material a base de biomasa puede comprender evaporar una parte evaporable del material a base de biomasa en un evaporador de recorrido corto, SPE, para producir una fracción ligera desalquitrada en forma líquida y una fracción de alquitrán más pesada.

En una realización, se usa CTO como materia prima, en donde la fracción ligera desalquitrada puede contener taloíl desalquitrado en forma líquida, y la fracción de alquitrán más pesada puede contener alquitrán de taloíl, TOP. Sin embargo, en lugar de o además del CTO, se puede utilizar otro material biológico y/o a base de biomasa como materia prima, tal como lodo de aceite de palma (SPO), aceite de cocina usado (UCO) y/o grasa animal (AF).

La Figura 1 ilustra un procedimiento de ejemplo para el desalquitrado y destilación del taloíl bruto. En el fraccionamiento del taloíl bruto, el desalquitrado se realiza después de la deshidratación. En una realización, el desalquitrado se realiza para eliminar el alquitrán del taloíl bruto deshidratado 101 usando un evaporador de película fina (TFE) 102 y un evaporador de recorrido corto (SPE) 105 en serie. El vapor de cabeza 103 obtenido en el desalquitrado del TFE 102, consiste principalmente en ácido de colofonia y ácido graso, pero también en compuestos no ácidos. Los compuestos no ácidos en el vapor de cabeza 103 pueden ser compuestos no ácidos residuales tales como trementina y agua que quedan en la alimentación 101 después de la deshidratación. El vapor de cabeza 103 también comprende gotitas de líquido arrastrado que luego pueden causar problemas de color para el destilado de ácidos grasos o los productos de ácido de colofonia de la columna de destilación de colofonia 108. Por lo tanto, puede proporcionarse un separador de fases 130 para separar el líquido de la corriente de gas 103 obtenida del TFE 102, y el líquido separado 128 puede devolverse a la fase de desalquitrado (es decir, al SPE 105 o TFE 102) o recuperarse como producto. El vapor de cabeza de la separación de fases 129 del TFE 102 se alimenta después de la separación de fases 130 a una columna de destilación de colofonia 108 para recuperar la colofonia de taloíl (TOR)

como una fracción de fondo 110 (líquido), o como extracción lateral 131 (gaseosa o líquida), de la parte inferior de la columna de destilación 108.

En una realización, la fracción de TOP 107 se recupera a una temperatura del fondo del SPE de 240°C a 320°C, preferiblemente de 260°C a 300°C, más preferiblemente de 270°C a 290°C.

- 5 En una realización, la temperatura de alimentación del vapor de cabeza de la separación de fases 129 a la columna de destilación de colofonia 108 es de 180°C a 240°C, preferiblemente de aproximadamente 220°C a 230°C, y solo se usa un solo TFE en la evaporación del CTO deshidratado 101 con el fin de obtener el vapor de cabeza 103. La fracción de fondo del TFE 104 (es decir, la fracción de CTO deshidratada de la cual se ha separado el vapor de cabeza 103 por evaporación en el TFE) que comprende el residuo del TFE se alimenta al SPE 105. El SPE 105 funciona a presión más baja que la del TFE 102. El líquido 128 separado del vapor de cabeza del TFE 103 por separación de fases 130, también se alimenta al SPE 105. En el SPE 105, el ácido graso y el ácido de colofonia restantes se evaporan de la fracción de fondo del TFE 104 y del líquido 128.

- 15 El SPE se diferencia del diseño del TFE en que el SPE tiene un condensador ubicado dentro del cuerpo del SPE. El SPE funciona a una presión de funcionamiento más baja (tal como de 300 Pa a 1000 Pa) en comparación con el TFE. La presión de funcionamiento más baja del SPE también permite una temperatura de funcionamiento más baja. El SPE puede funcionar a una presión diferente (es decir, más baja) porque el destilado del SPE 106 se condensa y puede bombearse a un equipo aguas abajo (es decir, la columna de destilación de colofonia 108). El destilado del SPE (es decir, el líquido del SPE) 106 contiene taloíl desalquitranado. La columna de destilación de colofonia 108 tiene dos alimentaciones: el vapor de cabeza de separación de fases 129 procedente de la separación de fases 130 a la presión de la sección de alimentación de la columna de destilación, y la alimentación de líquido del SPE 106 procedente del SPE 105 con una bomba o por gravedad dependiendo del diseño de la instalación. La alimentación de líquido del SPE 106 procedente del SPE 105 y/o el vapor de cabeza de separación de fases 129 a la columna de destilación de colofonia 108 se pueden alimentar a una o más alturas (diferentes) de la columna de destilación de colofonia 108. Esto permite al diseñador ajustar de forma más flexible la alimentación con el perfil de composición de la columna 108. Esto minimiza las pérdidas de mezclamiento encontradas en la sección de alimentación. A su vez, esto reduce el consumo de energía al reducir la función de re-ebullición. Como resultado de la evaporación en el SPE 105, se obtiene como residuo líquido una fracción que comprende alquitran de taloíl (TOP) 107. El taloíl desalquitranado en forma líquida 106 puede obtenerse como destilado líquido del SPE 106. El alquitran de taloíl obtenido 107 puede dirigirse a un procesamiento adicional (no mostrado en la Figura 1).

- 30 En las soluciones existentes, el TFE tiene las temperaturas más altas (más de 300°C) en todo el procedimiento de refinado del taloíl bruto. En una realización, el SPE 105 puede funcionar a la presión de la parte superior de la columna de destilación de colofonia (normalmente 400 Pa, o menos), mientras que la presión de funcionamiento del TFE es la presión de la columna de destilación de colofonia (normalmente 400 Pa, o menos, + la caída de presión de la sección de la columna de destilación de colofonia anterior, típicamente caída de presión de 1000 Pa, o menos, con columna de relleno estructurada). La presión de funcionamiento del TFE es por tanto de aproximadamente 1400 Pa. La disminución de presión da como resultado una disminución de temperatura de 15 a 30°C. El SPE permite el uso de una presión de funcionamiento muy baja, porque en la estructura del SPE no hay tubería de vapor entre la superficie del evaporador y el condensador. En la práctica, el SPE puede funcionar a una presión de 1 Pa, o superior, también en un sistema de fraccionamiento de CTO a escala industrial. El SPE puede funcionar a una presión de 1400 Pa o menos, preferiblemente de 100 Pa a 1000 Pa, más preferiblemente de 200 Pa a 700 Pa, aún más preferiblemente de 250 Pa a 400 Pa. En una realización, el SPE funciona a una presión de la parte superior de la columna de destilación, p. ej. de 100 Pa a 1000 Pa, típicamente a aproximadamente 400 Pa o menos. El funcionamiento por debajo de la presión de la parte superior de la columna de destilación requiere un sistema de vacío separado para el SPE, por ejemplo, en caso de que se espere que la instalación de fraccionamiento de CTO tenga una gran cantidad de reacciones no deseadas.

- 45 Por lo tanto, hay dos tipos diferentes de unidades de evaporación 102, 105 y, además, hay dos tipos diferentes de corrientes (líquido 106 y vapor 129 (o 103 si no hay separación de fases 130)) que se alimentan desde los evaporadores 102, 105 a la columna de destilación 108. La fracción de CTO 104 que comprende el residuo del TFE se somete a evaporación en el SPE 105 directamente después de la evaporación en el TFE 102, y la fracción 106 se somete a destilación en la columna de destilación 108 directamente después de la evaporación en el SPE 105.

- 50 La destilación de colofonia se realiza en la columna de destilación 108. Antes del fraccionamiento en la columna de destilación 108, el vapor de cabeza 103 del TFE 102 puede someterse a la separación de fases en un separador de fases 130 para eliminar el líquido arrastrado. La columna de destilación 108 puede ser una columna de relleno, tal como una columna de relleno aleatorio, una columna de relleno estructurado o una columna de platos. El vapor de cabeza 103, 129 desde el TFE 102 y la alimentación líquida (es decir, taloíl desalquitranado) 106 del SPE 105 se alimentan a la columna de destilación de colofonia 108 para recuperar la colofonia de taloíl 110, 131 como una fracción de fondo 110 en fase líquida, o como extracción lateral 131 en fase líquida o vapor, dependiendo de la especificación de calidad del producto de colofonia 110, 131 y calidad del CTO. El destilado (corriente lateral 109 de la parte superior de la columna de destilación 108) es una fracción intermedia 109 de ácidos grasos brutos (CFA) que puede contener además aproximadamente de 3% en peso a 8% en peso de ácido de colofonia, preferiblemente aproximadamente 5% en peso ácido de colofonia.

Debido a la menor temperatura de desalquitrado y consumo de calor, el desalquitrado requiere un área de intercambio de calor significativamente más pequeña. El área de intercambio de calor del hervidor de la columna de destilación de colofonia 108 puede aumentar. A medida que cambia la calidad de la alimentación a la columna de destilación 108 para incluir más líquido saturado, se reduce la carga de gas inferior en la parte superior de la columna. Por tanto, el diámetro de la sección rectificadora de la columna de destilación de colofonia 108 y el volumen total de la columna de destilación de colofonia 108 disminuyen. Esto significa menos relleno y menos coste de material para la columna de destilación 108.

Cabe señalar que la separación de fases 130 es opcional, y también es posible alimentar el vapor de cabeza del TFE 103 desde el TFE 102 sin separación de fases a la columna de destilación de colofonia 108.

- 10 Una realización mejora la parte de desalquitrado del procedimiento de fraccionamiento de taloíl bruto. En lugar de los TFE en serie, se utilizan dos tipos diferentes de evaporadores, el TFE 102 y el SPE 105 en serie en el desalquitrado.

Por tanto, en una realización, la parte de desalquitrado comprende al menos un TFE 102 seguido de al menos un SPE 105 en serie con el TFE 102.

- 15 En otra realización, la parte de desalquitrado del procedimiento de fraccionamiento de taloíl bruto comprende dos o más TFE y/o SPE en serie y/o en paralelo.

- 20 La figura 2 ilustra un procedimiento de ejemplo para el fraccionamiento de taloíl bruto. La secuencia de procesamiento para el fraccionamiento de taloíl bruto puede incluir las siguientes fases de fraccionamiento: purificación, deshidratación, desalquitrado, separación de colofonia/ácidos grasos (es decir, destilación de colofonia), redestilación de colofonia, separación de productos de cabeza y/o separación de TOFA. Se describe un aparato para someter el taloíl bruto a dichas fases.

En una realización, se proporcionan un procedimiento y un aparato para someter el taloíl bruto (CTO) 121 a una etapa de purificación 122 y separación de trementina y agua 125 por deshidratación 124, para la producción de taloíl bruto deshidratado 101.

- 25 En la purificación 122, el CTO se pone en contacto con agua, en donde la cantidad de agua utilizada es menos de aproximadamente 5% del peso del CTO entrante. El agua utilizada para la purificación 122 puede contener aditivos. El contacto entre el CTO y el agua se puede realizar mezclando (p. ej., durante 15 min) en un mezclador dinámico o cualquier otro equipo que sea capaz de proporcionar un contacto íntimo entre el CTO y el agua. El agua elimina algunas de las impurezas del CTO (sales inorgánicas y ácido residual (H_2SO_4)) 126, mientras que el aditivo del agua elimina otras impurezas 126 tales como metales de transición y metales alcalinotérreos, así como varios jabones. La purificación 122 se puede realizar a temperatura elevada para mejorar la viscosidad y la solubilidad de las sales. Por ejemplo, puede usarse una temperatura superior a 90°C, preferiblemente de aproximadamente 95°C. Se puede usar un agente quelante tal como ácido oxálico, ácido cítrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y/o ácido etilendiamina-tetraacético (EDTA) u otro ácido orgánico débil como aditivo en el agua. La centrifugación, sedimentación y/o decantación de la mezcla se puede realizar en la etapa 122 para extraer las impurezas 126 y producir taloíl bruto purificado 123. El taloíl bruto purificado 123 se somete posteriormente a deshidratación en la etapa 124 para eliminar el agua y los compuestos volátiles tales como trementina 125. La deshidratación puede realizarse, p. ej., por evaporación de película fina en vacío moderado (3-10 kPa) y a una temperatura de 50-240°C.

- 40 Sin embargo, cabe señalar que la purificación es una etapa opcional y, por tanto, puede omitirse. También es posible realizar la purificación o eliminación de impurezas en una etapa posterior, p. ej. para la corriente de procedimiento 107 (alquitrán de taloíl) y/o para el ácido graso bruto 109, ácido graso bruto estabilizado 114 o TOFA 116 si el producto purificado adicional se destila en la instalación, en lugar de o además de la etapa 122. Las corrientes 101, 110, 117, 120, 109, 112, 116, 119, 131 y 127 pueden purificarse junto con las corrientes mencionadas anteriormente o alguna otra combinación dependiendo del producto de la instalación de destilación de taloíl y la cartera de alimentación. Si la purificación se realiza en una etapa posterior, p. ej. para la corriente de procedimiento 107 y/o 109, se puede lograr una eliminación o purificación de sales más económica. Las corrientes de procedimiento 107, 109 son más pequeñas en comparación con la corriente de procedimiento 121; por lo tanto, se necesita purificar una cantidad menor de corriente, si la desalinización, purificación o eliminación de impurezas se realiza en la etapa posterior, p. ej. para la corriente de procedimiento 101, 107, 109, 110, 112, 117, 120, 112, 116, 119, 127 y 131 o cualquier combinación de las corrientes mencionadas anteriormente. Esto brinda la posibilidad de purificar cada corriente de la manera más efectiva y económica en términos de costes de inversión, costes de operación y eficiencia de purificación de impurezas.

- 55 En una realización, la corriente 101, 107, 109, 110, 112, 117, 120, 131, o cualquier combinación de las mismas, se purifica para lograr una calidad mejorada de la(s) corriente(s), de modo que se puedan usar como combustible, compuesto intermedio químico para otros productos químicos, materia prima para la producción de combustibles renovables o fabricación de productos bioquímicos. Los requisitos de los procedimientos posteriores o de los usos finales varían mucho y los métodos de purificación comprenden filtración (filtración normal y/o profunda con coadyuvante de filtración), separación centrífuga, decantación, mezcla con agua corriente o agua que incluya un aditivo tal como ácido oxálico, ácido cítrico, ácido sulfúrico, ácido fosfórico y/o ácido etilendiaminotetraacético (EDTA)

u otro ácido orgánico débil, y seguido o precedido por cualquier combinación de las etapas mencionadas anteriormente (se puede añadir agua o agua con un aditivo de 0,05% en peso (500 ppm) a 25% en peso de corriente tratada), tratamiento con agua, tratamiento con ácido, desgomado o blanqueo, purificación en un lecho catalítico que contiene un tamiz molecular, absorbente o adsorbente, desodorización, redestilación, extracción, acondicionamiento para el invierno, desparafinado y/o tratamiento térmico a 200 - 300°C con o sin agua añadida seguido de cualquier combinación de las etapas de purificación mencionadas anteriormente.

Los métodos de purificación antes mencionados o combinaciones de los mismos se utilizan para prevenir un efecto dañino de la corriente donde las impurezas actúan como veneno para el catalizador o impiden el funcionamiento del procedimiento aguas abajo de alguna otra manera, tal como incrustaciones, corrosión, etc. Los procedimientos donde se puede usar el material purificado son, por ejemplo, procedimientos catalíticos tales como hidrotratamiento, hidrocrackeo, isomerización, hidrodeshidrogenación, isomerización catalítica, crackeo catalítico fluido, crackeo termocatalítico, deshidratación catalítica, cetonización catalítica o esterificación catalítica. Otros usos pueden incluir la producción de energía en una caldera u horno, producción de productos químicos a granel, aditivo de asfalto, recuperación de sitosterol, polímeros, disolventes y/o agente emulsionante.

Las impurezas o contaminantes eliminados comprenden metales, sales, otros componentes inorgánicos, compuestos de azufre, cenizas o lignina.

La temperatura de funcionamiento de los métodos de purificación mencionados anteriormente puede ser de 70°C a 300°C. Para las corrientes que contienen TOP o la mayor parte de la corriente de TOP 107, las temperaturas son preferiblemente de al menos 100°C o más.

Se pueden usar los mismos métodos de purificación para la purificación de las corrientes 109, 112, 116 y 127 que contienen más ácidos grasos, ácido de colofonia y componentes neutros ligeros. Estas corrientes son más ligeras y contienen menos impurezas que las corrientes con componentes neutros pesados (componentes de alquitrán), por lo que temperaturas más bajas (alrededor de 100°C) suelen ser suficientes. Los métodos más preferidos para la eliminación de impurezas para estas corrientes son el tratamiento con agua, tratamiento con ácido, desgomado o blanqueo antes de la alimentación a un procedimiento posterior, tal como hidrotratamiento, hidrocrackeo, isomerización, hidrodeshidrogenación, isomerización catalítica, crackeo catalítico fluido, crackeo termocatalítico, deshidratación catalítica, cetonización catalítica o esterificación catalítica. La purificación en un lecho catalítico que contiene un tamiz molecular, absorbente o adsorbente también puede ser un método preferido.

La fracción de trementina 125 comprende compuestos orgánicos tales como terpenos, y típicamente hierve en el intervalo de 120-180°C a presión atmosférica. El taloíl bruto deshidratado 101 producido se trata posteriormente en el evaporador de película fina (TFE) 102 seguido de la separación de fases 130 para el vapor de cabeza 103 del TFE y SPE 105 en serie, para separar el alquitrán de taloíl (TOP) 107, como se ha descrito anteriormente en conexión con la figura 1. Los elementos/etapas/corrientes de procedimiento 101 a 110 y 128 a 131 presentados en la figura 2 corresponden a los presentados anteriormente en relación con la figura 1 (desalquitranado + destilación de colofonia) y, por lo tanto, no es necesario repetirlos en el presente documento.

El destilado 109 obtenido de la columna de destilación 108 como se describe anteriormente en relación con la figura 1, se recupera y (al menos parcialmente) se alimenta a una columna de destilación de productos finales ligeros 111 para eliminar los productos de cabeza ligeros 112 como destilado. La fracción de productos de cabeza ligeros 112 obtenida de la columna de destilación de productos finales ligeros 111, y opcionalmente al menos parte de la fracción de ácidos grasos brutos 109 obtenida como destilado de la columna de destilación de colofonia 108, se pueden alimentar como una fracción de biomaterial 113 para el refinado adicional para producir combustibles renovables o para fabricar productos bioquímicos.

Se obtiene una fracción de ácido graso bruto destilado/purificado 114 adicional como la fracción de fondo de la columna de destilación de productos finales ligeros 111. La fracción de ácidos grasos brutos 114 obtenida de la columna 111 de destilación de productos finales ligeros se alimenta posteriormente a una columna de destilación de ácidos grasos (es decir, columna de TOFA 115) para el fraccionamiento, donde se obtiene el ácido graso de taloíl (TOFA) 116 como destilado, y el aceite de fondo 117 se obtiene como la fracción de fondo de la columna de TOFA 115.

Por tanto, el refinado del destilado que contiene ácidos grasos 109 de la columna de destilación de colofonia 108 se refina típicamente en la columna de productos de cabeza 111 y la columna de TOFA 115. La presión de funcionamiento puede ser la misma o ligeramente superior en la columna de productos de cabeza 111 y en la columna de TOFA 115 en comparación con la columna de destilación de colofonia 108, porque las fracciones de fondo de las columnas 111 y 115 contienen menos componentes neutros pesados que los fondos de la columna 108.

Al menos parte de la fracción de fondo 110 obtenida de la columna de destilación de colofonia 108, se puede alimentar opcionalmente a una columna de redestilación de colofonia 118 para llevar a cabo la redestilación/purificación de la colofonia de taloíl 110, en donde se obtiene un destilado que contiene colofonia de taloíl purificada (TOR) 119. La colofonia de fondo 120 se obtiene como la fracción de fondo 120 de la columna de redestilación de colofonia 118. La columna de redestilación 118 permite mejorar la calidad del ácido de colofonia de taloíl (TOR). Permite la producción de un corte de TOR (es decir, la colofonia de taloíl 119) con 95-96% de ácido de colofonia de taloíl (TOR) libre. La

- presión de funcionamiento en la columna de redestilación 118 puede ser cercana a la de la columna de destilación de colofonia 108. La presión de funcionamiento requerida en la columna de redestilación 118 puede ser incluso de 100 Pa a 300 Pa menor que en la columna de destilación de colofonia 108, dependiendo de la cantidad de componentes neutros pesados transportados desde el desalquitrado del CTO y el número de etapas de separación requeridas en la columna de redestilación de colofonia 118. La temperatura del fondo de la redestilación de colofonia está entre la temperatura de desalquitrado y la temperatura del fondo de la columna de destilación de colofonia. Las columnas de fraccionamiento/destilación 108, 111, 115, 118 pueden estar equipadas con una disposición de reflujo cerca del extremo superior de la columna, en donde se puede seleccionar una relación de reflujo adecuada.
- La corriente recuperada que comprende los componentes deseados se puede descargar desde un "plato de extracción" instalado debajo de un relleno superior, o desde un "plato de extracción" instalado debajo de un relleno intermedio, de la columna de fraccionamiento/destilación 108, 111, 115, 118.
- Una realización permite disminuir la temperatura máxima de funcionamiento de la instalación de fraccionamiento de CTO en ubicaciones críticas. Esto brinda la posibilidad de reducir el coste total del sistema de calefacción que proporciona energía para la evaporación y ebullición en la instalación de fraccionamiento de CTO.
- Una realización permite la recuperación de calor eficaz a alta temperatura, en donde las etapas de deshidratación 124 pueden calentarse con calor residual.
- El calor se puede recuperar de los bombeos y el SPE para producir vapor para el sistema eyector. El sistema eyector es la forma más típica de generar vacío para la instalación de fraccionamiento de CTO. Una realización puede utilizar condensación por contacto directo en las secciones superiores de las columnas de destilación. La eficiente recuperación de calor hace que el sistema sea autosuficiente en términos de vapor requerido dentro de la instalación de fraccionamiento de CTO. La recuperación de calor también reduce la necesidad de un medio de calentamiento de alto nivel de temperatura (aceite caliente o vapor a alta presión).
- En una realización, la columna de destilación de colofonia 108 y/o la columna de redestilación 118 incluyen un plato de descarga total, un distribuidor de alimentación, un distribuidor colector por gravedad y/o un recolector, para mejorar la separación de componentes.
- En una realización, se utiliza vapor de arrastre en el SPE 105 para mejorar la evaporación y disminuir la temperatura en el desalquitrado del taloil.
- En una realización, el líquido del SPE 106 se alimenta a la columna de destilación 108 a una altura de columna diferente de la de la alimentación gaseosa 103, 129. El líquido del SPE es más pesado que la alimentación gaseosa 103, 129; por lo tanto, el líquido del SPE 106 puede alimentarse a menor altura (parte inferior) en la columna de destilación 108 en comparación con la alimentación gaseosa 103, 129.
- En una realización, al menos una de las fracciones 103, 106 y 129 puede alimentarse a la columna de destilación 108 a una o más alturas diferentes de la columna de destilación 108.
- En una realización, un aparato de fraccionamiento de taloil bruto comprende un evaporador de película fina, TFE 102, para evaporar el taloil bruto deshidratado, CTO 101, para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE 103 que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de residuo del TFE 104, y un evaporador de recorrido corto, SPE 105, para evaporar la fracción de residuo del TFE 104 para producir una fracción de taloil desalquitrado 106 que comprende taloil desalquitrado en forma líquida y una fracción de alquitrán de taloil 107 que comprende alquitrán de taloil, TOP. El aparato comprende además una columna de destilación 108 para destilar la fracción de vapor de cabeza de fase separada 129 y la fracción de taloil desalquitrado 106 para producir una fracción de ácidos grasos brutos 109 que comprende ácido graso bruto, una fracción de colofonia de taloil 110, 131 que comprende colofonia de taloil, TOR, en forma líquida, y una fracción 131 de colofonia de taloil que comprende colofonia de taloil, TOR, en forma gaseosa. El aparato comprende además medios para recuperar dicha fracción de TOP 107, fracción de CFA 109 y fracciones de TOR 110, 131.
- En otra realización, el procedimiento para el fraccionamiento del taloil bruto comprende llevar a cabo la evaporación de una fracción de CTO en SPE, para producir una fracción de taloil desalquitrado en forma líquida, y una fracción de alquitrán de taloil, en donde otras etapas del procedimiento como se describe anteriormente son opcionales y se pueden omitir.
- En una realización, el procedimiento representado en la figura 1 puede utilizarse para desalquitrar y destilar material a base de biomasa. En una realización, el procedimiento representado en la figura 2 puede utilizarse para el fraccionamiento de material a base de biomasa. Por lo tanto, se puede usar UCO, SPO, AF, CTO y/o cualquier otro material a base de biomasa como materia prima/materia prima de alimentación en la figura 1 y/o la figura 2.
- Por tanto, en una realización, el procedimiento comprende evaporar una parte evaporable del material a base de biomasa en un evaporador de recorrido corto, SPE, 105 para producir una fracción ligera desalquitrada 106 en forma líquida y una fracción de alquitrán más pesada.

En una realización, el procedimiento comprende evaporar material a base de biomasa deshidratado en un evaporador de película fina, TFE, 102 para producir una fracción de vapor de cabeza 103 del TFE que contiene al menos ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros, y una fracción de residuo del TFE 104, en donde dicha fracción ligera desalquitrada 106 en forma líquida, y dicha fracción de alquitrán más pesada 107 se obtienen por evaporación de dicha fracción de residuo 104 del TFE en dicho SPE 105. La fracción de vapor de cabeza del TFE 103 y la fracción ligera desalquitrada 106 se destilan en una columna de destilación 108 para producir una fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros 109, una primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros 110, 131 en forma líquida y una segunda fracción más pesada de ácido orgánico y componentes orgánicos neutros 131 en forma gaseosa, y el procedimiento comprende obtener como productos dicha fracción de alquitrán más pesada 107, fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros 109, primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros 110, 131 y segunda fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros 131.

En una realización, la fracción ligera desalquitrada 106 en forma líquida comprende una fracción de taloíl desalquitrado en forma líquida, y la fracción de alquitrán más pesada 107 comprende una fracción de alquitrán de taloíl, TOP, y el procedimiento comprende evaporar el taloíl bruto deshidratado 101 en un evaporador de película fina, TFE 102, para producir una fracción de vapor de cabeza 103 del TFE que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de taloíl bruto 104, CTO, que comprende el residuo del TFE, en donde dicha fracción de taloíl desalquitrado 106 en forma líquida, y dicha fracción de TOP 107 se obtienen evaporando dicha fracción de CTO 104 en dicho SPE 105. La fracción de vapor de cabeza del TFE 103 y la fracción de taloíl desalquitrado 106 se destilan en una columna de destilación 108 para producir una fracción de ácidos grasos brutos, CFA 109, fracción de colofonia de taloíl, TOR 110, 131, en forma líquida, y una fracción de colofonia de taloíl, TOR 131, en forma gaseosa, y el procedimiento comprende obtener como productos dicha fracción de TOP 107, fracción de CFA 109 y fracciones de TOR 110, 131.

En una realización, la fracción de vapor de cabeza del TFE 103 se somete a separación de fases 130 antes de la destilación en la columna de destilación 108, para separar el líquido de la fracción de vapor de cabeza del TFE 103.

En una realización, la fracción ligera desalquitrada 106 se somete a destilación en la columna de destilación 108 directamente después de la evaporación en el SPE 105.

En una realización, la fracción más ligera de orgánicos ácidos y componentes orgánicos neutros 109 (que puede comprender, p. ej., CFA) comprende además de aproximadamente 3% en peso a 8% en peso de ácido de colofonia, preferiblemente aproximadamente 5% en peso de ácido de colofonia.

En una realización, la fracción de alquitrán más pesada 107 (que puede comprender, p. ej., TOP) se recupera a una temperatura del fondo del SPE de 240°C a 320°C, preferiblemente de 260°C a 300°C, más preferiblemente de 270°C a 290°C.

En una realización, la columna de destilación 108 es una columna de relleno, tal como una columna de relleno aleatorio, una columna de relleno estructurado o una columna de platos.

En una realización, la evaporación en el SPE 105 se lleva a cabo a una presión de 1400 Pa o menos, preferiblemente de 100 Pa a 1000 Pa, más preferiblemente de 200 Pa a 700 Pa, aún más preferiblemente de 250 Pa a 400 Pa.

En una realización, el procedimiento comprende además deshidratar 124 material a base de biomasa 121 para separar el agua, ácidos orgánicos ligeros, componentes orgánicos neutros ligeros e impurezas orgánicas e inorgánicas evaporables tales como compuestos de azufre ligeros 125, para producir el material a base de biomasa deshidratado 101, y/o deshidratar 124 CTO 121 para separar trementina 125 y agua 125, para producir el taloíl bruto deshidratado 101, en donde la deshidratación 124 se lleva a cabo por evaporación a una temperatura de 50-240°C y a una presión de 3-10 kPa.

En una realización, el procedimiento comprende además redestilar, en una columna de redestilación, la primera fracción de orgánicos ácidos y componentes orgánicos neutros más pesada y/o la fracción de TOR en forma líquida, para producir una fracción 119 más purificada y una fracción de colofonia del fondo 120, en donde la redestilación 118 se lleva a cabo por debajo de una temperatura de desalquitrado y a la presión de la columna de destilación de colofonia 108 o inferior.

En una realización, el procedimiento comprende además destilar, en una columna de productos de cabeza ligeros 111, al menos parte de la fracción de CFA 109 y/o la fracción de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros más ligera 109, para producir una fracción de productos de cabeza ligeros 112 como un destilado de la columna de productos de cabeza, y una fracción de CFA 114 adicional y/o una fracción de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros más ligera 114 como fracción de fondo de la columna de productos de cabeza, destilar en una columna de ácidos grasos 115, dicha fracción 114 adicional para producir una fracción de ácidos grasos 116 obtenida como un destilado de la columna de ácidos grasos y aceite de fondo 117 obtenido como una fracción de fondo de la columna de ácidos grasos, y recuperar la fracción de productos de cabeza ligeros 112, la fracción de ácidos grasos 116 y el aceite de fondo 117, en donde la presión de funcionamiento de la columna de productos de cabeza ligeros

111 es cercana a la presión de funcionamiento de la columna de destilación 108 y la presión de funcionamiento de la columna 115 de ácidos grasos.

En una realización, un aparato de fraccionamiento comprende un evaporador de película fina, TFE 102, configurado para evaporar material a base de biomasa, tal como taloíl bruto deshidratado 101, para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE 103 que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de residuo del TFE 104, un evaporador de recorrido corto, SPE 105, configurado para evaporar la fracción de residuo del TFE 104 para producir una fracción ligera desalquitrada 106 en forma líquida, y una fracción de alquitrán más pesada 107, una columna de destilación 108 configurada para destilar la fracción de vapor de cabeza del TFE 103 producida y la fracción ligera desalquitrada 106 para producir una fracción de ácidos grasos brutos 109, una primera fracción de colofonia 110, 131 en forma líquida y una segunda fracción de colofonia 131 en forma gaseosa, y medios para recuperar dichas fracciones 107, 109, 110, 131.

En una realización, el TFE 102 es un evaporador de película agitada o un evaporador de película descendente.

En una realización, al menos un evaporador de recorrido corto, SPE, 105 se usa en serie o en paralelo con al menos un evaporador de película fina, TFE, 102 para desalquitrar material a base de biomasa, tal como taloíl bruto deshidratado 101, en donde el SPE 105 se encuentra situado después del TFE 102.

En una realización, el procedimiento comprende deshidratar 124 material a base de biomasa 121 para separar el agua, ácidos orgánicos ligeros, componentes orgánicos neutros ligeros e impurezas orgánicas e inorgánicas evaporables tales como compuestos de azufre ligeros 125, para producir el material a base de biomasa deshidratado 101, y/o deshidratar 124 CTO 121 para separar la trementina 125 y agua 125, para producir taloíl bruto deshidratado 101, evaporar el taloíl bruto deshidratado 101 en un evaporador de película fina, TFE, 102 para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE 103 que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de CTO 104 que comprende un residuo del TFE, evaporar la fracción de CTO 104 producida en un evaporador de recorrido corto, SPE, 105 para producir una fracción de taloíl desalquitrado 106 que comprende taloíl desalquitrado en forma líquida y un alquitrán de taloíl, TOP, fracción 107, destilar la fracción de vapor de cabeza del TFE 103 producida y la fracción de taloíl desalquitrado 106 en una columna de destilación 108 para producir una fracción de ácidos grasos brutos, CFA, 109 que comprende ácido graso bruto, una fracción que comprende colofonia de taloíl, TOR, 110, 131 en forma líquida, y una fracción que comprende colofonia de taloíl, TOR, 131 en forma gaseosa, recuperar dicha fracción de TOP 107, fracción de CFA 109 y fracciones de TOR 110, 131, redestilar, en una columna de redestilación 118, la fracción de TOR 110 que comprende colofonia de taloíl, TOR, en forma líquida, para producir una fracción de TOR 119 purificada adicional y una fracción de colofonia de fondo 120, destilar, en una columna de productos de cabeza ligeros 111, al menos parte de la fracción de CFA 109 que comprende ácido graso bruto, para producir una fracción de productos de cabeza ligeros 112 como destilado de la columna de productos de cabeza, y una fracción adicional de ácidos grasos brutos 114 como una fracción de fondo de la columna de productos de cabeza, destilar, en una columna de ácidos grasos 115, la fracción de ácidos grasos brutos 114 adicionales para producir la fracción de ácidos grasos de taloíl 116 obtenida como un destilado de la columna de ácidos grasos, y el aceite de fondo 117 obtenido como una fracción de fondo de la columna de ácidos grasos, y recuperar la fracción de productos de cabeza ligeros 112, fracción de ácidos grasos de taloíl 116 y aceite de fondo 117.

En una realización, la presión de funcionamiento de la columna de productos de cabeza ligeros 111 está cerca de la presión de funcionamiento de la columna de destilación 108 y la presión de funcionamiento de la columna de ácidos grasos 115, la deshidratación 124 se realiza evaporando a una temperatura de 50-240°C y a una presión de 3-10 kPa, y/o la redestilación se realiza por debajo de una temperatura de desalquitrado, y a la presión de la columna de destilación de colofonia 108 o inferior.

En una realización, el procedimiento comprende además el tratamiento de al menos uno de entre el material a base de biomasa 121, el taloíl bruto 121, la fracción de TOP 107, la fracción de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros más ligera 109, la fracción de alquitrán más pesada 107 y la fracción de CFA 109, mediante purificación 122 para eliminar las impurezas 126.

En una realización, el procedimiento comprende además someter la fracción de vapor de cabeza del TFE 103 a separación de fases 130 antes de la destilación en la columna de destilación 108, para separar el líquido de la fracción de vapor de cabeza del TFE 103.

Una realización permite minimizar la cantidad de fracción más pesada de alquitrán/TOP producida en el material a base de biomasa y/o fraccionamiento de CTO, y obtener un alto rendimiento de materia prima para la producción de productos químicos valiosos y combustibles renovables.

Una realización de ejemplo permite un procedimiento donde se produce menos agua residual para el tratamiento con agua, se producen menos residuos sólidos para la filtración del coadyuvante de filtración, se requieren menos servicios de calentamiento y refrigeración, se puede lograr una filtración más fácil de ciertas corrientes y se pueden lograr niveles más bajos de impurezas de ciertas corrientes.

Un procedimiento de ejemplo permite reducir el coste de inversión de una instalación de fraccionamiento de CTO a la vez que se puede lograr un mejor rendimiento de resina de taloíl. Se estima que condiciones de operación más suaves

dan como resultado un aumento en el rendimiento de colofonia de taloil (TOR) en un 2% (aumento de margen de 4,5 EUR/t de alimentación de CTO) al reducir la conversión de la reacción y por un equilibrio vapor-líquido más favorable.

En el fraccionamiento del taloil bruto (CTO), se separa el alquitrán del taloil bruto deshidratado usando TFE(s) y SPE(s) en serie, donde el CTO típicamente comprende de 20 a 40% en peso de ácido de colofonia, de 35 a 60% en peso de ácido graso y de 5 a 30% en peso de componentes neutros tales como componentes insaponificables, terpenos y agua.

EJEMPLO 1: DESALQUITRANADO EN EVAPORADOR DE PELÍCULA FINA FRENTE A DESALQUITRANADO EN EVAPORADOR DE RECORRIDO CORTO, PÉRDIDAS DE COLOFONIA Y ÁCIDOS GRASOS RESPECTO AL ALQUITRÁN

El Ejemplo 1 destaca las diferencias en el desalquitrinado del CTO con dos TFE en serie y una realización descrita en la Figura 1. Se llevaron a cabo estudios sobre estas alternativas de desalquitrinado. Los evaporadores de película fina se adaptaron al modelo de etapas de evaporación súbita. En el modelo de evaporador de recorrido corto, se agregó una etapa de condensación después de las etapas de evaporación súbita.

La alimentación al desalquitrinado consistía en taloil bruto deshidratado con 31% en peso de ácido de colofonia libre, 45% en peso de ácido graso libre y 24% en peso de componentes neutros tales como componentes insaponificables, colofonia oxidada y ésteres.

Cuando se utilizan dos TFE en serie (es decir, el 2º evaporador de desalquitrinado es TFE), la temperatura final del último TFE es el factor limitante, que típicamente es 250-320°C. La preocupación general es que las temperaturas demasiado altas aumentan las reacciones de degradación y afectan a la calidad del producto final, p. ej. oscurecen el producto de colofonia. En este estudio, la temperatura se estableció en 300°C. La presión en los evaporadores de desalquitrinado depende de las caídas de presión en la columna de destilación de colofonia y de la tubería de alimentación desde el desalquitrinado a la columna de destilación de colofonia.

Cambiando el 2º TFE por SPE según la Figura 2, se podría usar una presión considerablemente menor, porque la sección de condensación minimizaba la corriente de gas que se dirige, p. ej. a la parte superior de la columna de destilación de colofonia o a un sistema de vacío separado. En este ejemplo, el SPE funcionaba a una presión de 3 mbar (300 Pa).

La Tabla 1 muestra la diferencia entre el desalquitrinado en SPE y TFE. Se estudiaron dos puntos de operación para la alternativa TFE+TFE, a 280°C y 300°C. La alternativa TFE+SPE (es decir, la 2º evaporador de desalquitrinado es SPE) se estudió a 280°C. Como puede verse en la Tabla 1, el uso del SPE como el 2º evaporador de desalquitrinado daba como resultado una recuperación considerablemente mejor de la colofonia de taloil y el ácido graso del alquitrán de taloil, incluso a una diferencia de 20°C en la salida inferior. En la práctica, esto se traduce en mejores rendimientos para el ácido graso y ácido de colofonia. Además, el trabajo de calentamiento se reduce debido a los mejores equilibrios vapor-líquido. El trabajo de condensación se puede utilizar para, p. ej., generación de vapor a baja presión.

También se puede concluir que si las dos alternativas se hicieran funcionar a la misma temperatura, las pérdidas de ácido de colofonia en el alquitrán serían poco rentables. Por lo tanto, está claro que el SPE como el último equipo de desalquitrinado es beneficioso en comparación con la solución típica con TFE como el 2º equipo de desalquitrinado.

Tabla 1. Comparación de la evaporación de película fina y la evaporación de recorrido corto como el 2º evaporador de desalquitrinado

Unidad comparada	2º evaporador de desalquitrinado		
	Evaporador de película fina	Evaporador de película fina	Evaporador de recorrido corto
Trabajo de calor (kW)	869	762	696
Trabajo de condensación (kW)	-	-	999
Temperatura de salida del alquitrán (°C)	300	280	280
Presión (mbar)	15	15	3
Ácidos de colofonia libres en % en peso de alquitrán	8,3 %	17,7 %	3,2 %

Ácidos grasos libres en % en peso de alquitrán	2,0%	4,3 %	0,8 %
Componentes neutros en % en peso de alquitrán	89,7 %	78,0%	96,1 %

EJEMPLO 2: DESALQUITRANADO EN EVAPORADOR DE PELÍCULA FINA FRENTE A DESALQUITRANADO EN EVAPORADOR DE RECORRIDO CORTO, REACCIONES DE DEGRADACIÓN

Se sabe que el ácido graso del taloil y el ácido de colofonia se descomponen en la destilación. Las reacciones de degradación dependen de la temperatura y el tiempo. Existe un principio simple comúnmente conocido en la industria, para estimar la tasa de degradación: por encima de 260°C, el grado de descomposición se duplica por cada aumento de temperatura de 5°C.

En el Ejemplo 2, se estudió con más detalle una reacción de esterificación entre ácido graso y esteroides en el 2º evaporador de desalquitrado. Sin embargo, el propósito de ninguna manera era presentar un modelo cinético detallado para las reacciones, sino más bien ilustrar el potencial de una temperatura de desalquitrado más baja en el 2º evaporador de desalquitrado. La temperatura del fondo considerada fue 300°C en el TFE y 280°C en el SPE.

Se utilizaron datos cinéticos para la esterificación del ácido linoleico con esteroides para aproximar las reacciones de esterificación entre todos los ácidos grasos (Tolvanen, P. et al., 2014, "Esterification of Fatty Acids and Short-Chain Carboxylic Acids with Stearyl Alcohol and Sterols", ACS Sustainable Chemical Engineering, volumen 2, págs. 537-545). Los resultados de la estimación de esterificación se presentan en la Tabla 2. Como puede verse, el SPE como el 2º evaporador de desalquitrado mitigó eficazmente las posibles reacciones. También debe tenerse en cuenta que la esterificación entre ácido graso y esteroides no es la única reacción de degradación que se encuentra en el refinado del taloil. Otras reacciones, p. ej. descarboxilación, dimerización y esterificación del ácido de colofonia también tienen lugar a temperaturas elevadas. Como se muestra en la Tabla 2, un porcentaje menor de ácido graso esterificado corresponde a un coeficiente de velocidad de reacción menor k_1 , y una mayor cantidad de productos de fraccionamiento obtenidos (es decir, un porcentaje menor del material de alimentación se degrada, p. ej., por esterificación).

Tabla 2. Estimación de la reacción en diferentes 2º evaporadores de desalquitrado

Unidad comparada	TFE		SPE	
Ácidos grasos esterificados en la 2ª etapa de desalquitrado (en comparación con la alimentación inicial al destilado)	0,41%		0,11%	
Sección del evaporador	Parte superior	Parte inferior	Parte superior	Parte inferior
Coeficiente de velocidad de reacción k_1 (mol/min.l)	0,49	3,36	0,03	1,62
Concentración de ácidos grasos (mol/l)	0,86	0,06	0,86	0,02
Concentración de esteroides (mol/l)	0,19	0,37	0,19	0,34

EJEMPLO 3: EL EFECTO DE DESALQUITRANADO DE RECORRIDO CORTO, EFECTOS EN EL DISEÑO DE COLUMNAS DE COLOFONIA

Al utilizar el SPE en el desalquitrado, la alimentación a la columna de colofonia se licúa parcialmente. En comparación, con el desalquitrado sólo en TFE, la alimentación está completamente en fase de vapor a menos que se utilicen condensadores separados. Con la alimentación completamente vaporizada, hay una mayor carga de vapor presente en la parte superior de la columna de colofonia. Por lo tanto, se requiere un diseño de columna de colofonia donde la sección de rectificación sea significativamente más ancha que la sección de agotamiento. Según la experiencia de los autores de la invención, la sección superior suele provocar la mayor parte de la caída de presión en la columna de colofonia, lo que aumenta la temperatura del sumidero del fondo de la columna de colofonia. En otras palabras, la sección de rectificación típicamente es demasiado estrecha.

Con el desalquitrado en SPE, se reduce la carga de vapor en la sección de rectificación. Por otro lado, la carga de vapor aumenta en la sección de agotamiento debido al leve aumento del trabajo del hervidor. El diseño general de la columna da como resultado una columna distribuida mucho más equitativamente, lo que también facilita su fabricación. Esto es especialmente positivo para las columnas de colofonia grandes donde el diámetro de la sección de rectificación

puede superar los 4 m. Una preocupación es que una columna ancha con rellenos estructurados o aleatorios puede aumentar el riesgo de mala distribución y, por lo tanto, reducir el número de etapas teóricas en la columna. Esto genera más tensión para un diseño de distribuidor de líquido robusto.

5 La Tabla 3 presenta una comparación entre las alternativas presentadas anteriormente con una alimentación igual a la unidad de desalquitrado. Además de una columna de colofonia de tamaño más uniforme, la columna total y el volumen de relleno también disminuyeron. Esto se traduce directamente en ahorros en costes de recipientes y rellenos.

Tabla 3. Comparación del diseño de la columna de colofonia con diferentes 2º evaporadores de desalquitrado

Diseño de columna de colofonia		
Unidad comparada	Con desalquitrado en evaporador de película fina	Con desalquitrado en recorrido corto
Diámetro de la columna (m)	Sección de rectificación: 2,4 Sección de agotamiento: 1,2	Sección de rectificación: 2,2 Sección de alquitrado: 1,6
Volumen de columna (m³)	82,4	75,6

Será obvio para una persona experta en la técnica que, a medida que avanza la tecnología, el concepto inventivo se puede implementar de varias formas. La invención y sus realizaciones no se limitan a los ejemplos descritos anteriormente, sino que pueden variar dentro del alcance de las reivindicaciones.

10

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para fraccionar material a base de biomasa, en donde el procedimiento comprende

5 evaporar una parte evaporable de material a base de biomasa en un evaporador de recorrido corto, SPE, para producir una fracción ligera desalquitranada en forma líquida, y una fracción de alquitrán más pesada, en donde el procedimiento comprende

evaporar material a base de biomasa (101) en un evaporador de película fina, TFE (102), para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE (103) que contiene al menos ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros, y una fracción de residuo del TFE (104);

10 en donde dicha fracción ligera desalquitranada (106) en forma líquida y dicha fracción de alquitrán más pesada (107) se obtienen evaporando dicha fracción de residuo del TFE (104) en dicho SPE (105);

destilar, en una columna de destilación (108), la fracción de vapor de cabeza del TFE (103) y la fracción ligera desalquitranada (106) en forma líquida, para producir una fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (109), una primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (110, 131) en forma líquida, y una segunda fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (131) en forma gaseosa.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en donde el procedimiento comprende

20 obtener como productos dicha fracción de alquitrán más pesada (107), fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (109), primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (110, 131), y segunda fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (131).
3. Un procedimiento según la reivindicación 1 o 2, en donde la fracción ligera desalquitranada (106) en forma líquida comprende una fracción de taloíl desalquitranado en forma líquida, y la fracción de alquitrán más pesada (107) comprende una fracción de alquitrán de taloíl (TOP), y el procedimiento comprende

25 evaporar el taloíl bruto (101) en un evaporador de película fina, TFE (102), para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE (103) que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de taloíl bruto, CTO, (104) que comprende residuo del TFE;

en donde dicha fracción de taloíl desalquitranado (106) en forma líquida y dicha fracción de TOP (107) se obtienen evaporando dicha fracción de CTO (104) en dicho SPE (105);

30 destilar la fracción de vapor de cabeza del TFE (103) y la fracción de taloíl desalquitranado (106) en una columna de destilación (108) para producir una fracción de ácidos grasos brutos, CFA (109), fracción de colofonia de taloíl, TOR (110, 131), en forma líquida, y una fracción de colofonia de taloíl, TOR (131), en forma gaseosa;

obtener como productos dicha fracción de TOP (107), fracción de CFA (109) y fracciones de TOR (110, 131).
4. Un procedimiento según la reivindicación 2 o 3, en donde la fracción de vapor de cabeza del TFE (103) se somete a separación de fases (130) antes de la destilación en la columna de destilación (108), para retirar el líquido de la fracción de vapor de cabeza del TFE (103).
5. Un procedimiento según la reivindicación 2, 3 o 4, en donde la fracción ligera desalquitranada (106) y/o la fracción de taloíl desalquitranado (106) se somete a destilación en la columna de destilación (108) directamente después de la evaporación en el SPE (105).
6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 5, en donde la fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (109) y/o la fracción de CFA (109) comprende además aproximadamente del 3% en peso al 8% en peso de ácido de colofonia, preferiblemente aproximadamente el 5% en peso de ácido de colofonia.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 6, en donde dicha fracción de alquitrán más pesada (107) y/o dicha fracción de TOP (107) se recupera a una temperatura del fondo del SPE de 240°C a 320°C, preferiblemente de 260°C a 300°C, más preferiblemente de 270°C a 290°C.
8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 7, en donde el TFE (102) es un evaporador de película agitada o un evaporador de película descendente.
9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 8, en donde la columna de destilación (108) es una columna de relleno, tal como una columna de relleno aleatorio, columna de relleno estructurado o columna de platos.

10. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 1 a 9, en donde la evaporación en el SPE (105) se realiza a una presión de 1400 Pa o menos, preferiblemente de 100 Pa a 1000 Pa, más preferiblemente de 200 Pa a 700 Pa, aún más preferiblemente de 250 Pa a 400 Pa.
- 5 11. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 10, en donde el procedimiento además comprende
deshidratar (124) material a base de biomasa (121) para retirar agua, ácidos orgánicos ligeros, componentes orgánicos neutros ligeros e impurezas orgánicas e inorgánicas evaporables, tales como compuestos de azufre ligeros (125), para producir material a base de biomasa deshidratado (101), y/o deshidratar (124) el CTO (121) para retirar la trementina (125) y agua (125), para producir taloíl bruto deshidratado (101);
10 en donde la deshidratación (124) se realiza evaporando a una temperatura de 50-240°C y a una presión de 3-10 kPa.
12. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 11, en donde el procedimiento además comprende
15 el tratamiento de al menos una de dichas fracciones (107, 109, 121) por purificación (122) para retirar impurezas (126).
13. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 12, en donde el procedimiento además comprende
20 redestilar, en una columna de redestilación (118), la primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (110) y/o la fracción de TOR (110) en forma líquida, para producir una fracción de colofonia más purificada (119) y una fracción de colofonia del fondo (120),
en donde la redestilación (118) se realiza por debajo de una temperatura de desalquitranado, y a la presión de la columna de destilación (108) o más baja.
14. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes 2 a 13, en donde el procedimiento además comprende
25 destilar, en una columna de productos de cabeza ligeros (111), al menos parte de la fracción de CFA (109) y/o la fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (109), para producir una fracción de productos de cabeza ligeros (112) como un destilado de la columna de productos de cabeza y una fracción de CFA adicional (114) y/o una fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros adicional (114) como una fracción de fondo de la columna de productos de cabeza;
- 30 destilar, en una columna de ácidos grasos (115), dicha fracción adicional (114) para producir una fracción de ácidos grasos (116) obtenida como un destilado de la columna de ácidos grasos, y aceite de fondo (117) obtenido como una fracción de fondo de la columna de ácidos grasos; y
recuperar la fracción de productos de cabeza ligeros (112), la fracción de ácidos grasos (116) y el aceite de fondo (117);
- 35 en donde la presión de funcionamiento de la columna de productos de cabeza ligeros (111) es cercana a la presión de funcionamiento de la columna de destilación (108) y la presión de funcionamiento de la columna de ácidos grasos (115).
15. Un procedimiento según la reivindicación 3, en donde el procedimiento comprende
40 deshidratar (124) el CTO (121) para retirar trementina (125) y agua (125), para producir taloíl bruto deshidratado (101);
evaporar el taloíl bruto deshidratado (101) en un evaporador de película fina (TFE, 102) para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE (103) que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de CTO (104) que comprende residuo del TFE;
- 45 evaporar la fracción de CTO producida (104) en un evaporador de recorrido corto (SPE, 105) para producir una fracción de taloíl desalquitranado (106) que comprende taloíl desalquitranado en forma líquida y una fracción de alquitrán de taloíl, TOP (107);
destilar la fracción de vapor de cabeza del TFE producida (103) y la fracción de taloíl desalquitranado (106) en una columna de destilación (108) para producir una fracción de ácidos grasos brutos, CFA (109), que comprende ácido graso bruto, una fracción que comprende colofonia de taloíl, TOR (110, 131), en forma líquida, y una
50 fracción que comprende colofonia de taloíl, TOR (131), en forma gaseosa;

recuperar dicha fracción de TOP (107), fracción de CFA (109) y fracciones de TOR (110, 131);

redestilar, en una columna de redestilación (118), la fracción de TOR (110) que comprende colofonia de taloil (TOR) en forma líquida, para producir una fracción de TOR 119 más purificada y una fracción de colofonia de fondo (120);

5 destilar, en una columna de productos de cabeza ligeros (111), al menos parte de la fracción de CFA (109) que comprende ácido graso bruto, para producir una fracción de productos de cabeza ligeros (112) como un destilado de la columna de productos de cabeza, y una fracción adicional de ácidos grasos brutos (114) como una fracción de fondo de la columna de productos de cabeza;

10 destilar, en una columna de ácidos grasos (115), la fracción adicional de ácidos grasos brutos (114) para producir la fracción de ácidos grasos de taloil (116) obtenida como un destilado de la columna de ácidos grasos, y aceite de fondo (117) obtenido como una fracción de fondo de la columna de ácidos grasos; y

recuperar la fracción de productos de cabeza ligeros (112), la fracción de ácidos grasos de taloil (116) y el aceite de fondo (117).

16. Un procedimiento según la reivindicación 15, en donde

15 la presión de funcionamiento de la columna de productos de cabeza ligeros (111) es cercana a la presión de funcionamiento de la columna de destilación (108) y la presión de funcionamiento de la columna de ácidos grasos (115);

la deshidratación (124) se realiza evaporando a una temperatura de 50-240°C y a una presión de 3-10 kPa; y/o

20 la redestilación se realiza por debajo de una temperatura de desalquitrado y a la presión de la columna de destilación (108) o inferior.

17. Un procedimiento según la reivindicación 15 o 16, en donde el procedimiento además comprende

el tratamiento de al menos uno del taloil bruto (121), la fracción de TOP (107) y la fracción de CFA (109) por purificación (122) para retirar impurezas (126).

25 18. Un procedimiento según la reivindicación 15, 16 o 17, en donde el procedimiento comprende además someter la fracción de vapor de cabeza del TFE (103) a una separación de fases (130) antes de la destilación en la columna de destilación (108), para retirar el líquido de la fracción de vapor de cabeza del TFE (103).

19. Un aparato de fraccionamiento, en donde el aparato comprende

30 un evaporador de película fina, TFE (102), configurado para evaporar material a base de biomasa, para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE (103) que contiene al menos ácido de colofonia y ácido graso, y una fracción de residuo del TFE (104);

un evaporador de recorrido corto, SPE (105), configurado para evaporar la fracción de residuo del TFE (104) para producir una fracción ligera desalquitrada (106) en forma líquida y una fracción de alquitrán más pesada (107);

35 una columna de destilación (108) configurada para destilar la fracción de vapor de cabeza del TFE producida (103), y la fracción ligera desalquitrada (106) en forma líquida que comprende una fracción de taloil desalquitrado (106) en forma líquida, para producir una fracción de ácidos grasos brutos, CFA, (109), una primera fracción de colofonia (110, 131) en forma líquida y una segunda fracción de colofonia (131) en forma gaseosa; y

40 medios para recuperar dicha fracción de alquitrán más pesada (107), fracción de CFA (109) y fracciones de colofonia (110, 131).

20. Un aparato según la reivindicación 19, en donde el TFE (102) es un evaporador de película agitada o un evaporador de película descendente.

21. Un aparato según la reivindicación 19 o 20, en donde la columna de destilación es una columna de relleno aleatorio, una columna de relleno estructurado o una columna de platos.

45 22. Uso de al menos un evaporador de recorrido corto (SPE, 105) en serie o en paralelo con al menos un evaporador de película fina TFE (102) para desalquitrar material a base de biomasa, en donde el SPE (105) se ubica después del TFE (102), por

evaporación de una parte evaporable de material a base de biomasa en un evaporador de recorrido corto, SPE, para producir una fracción ligera desalquitrada en forma líquida y una fracción de alquitrán más pesada;

evaporación del material a base de biomasa (101) en un evaporador de película fina, TFE (102), para producir una fracción de vapor de cabeza del TFE (103) que contiene al menos ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros, y una fracción de residuo del TFE (104);

5 en donde dicha fracción ligera desalquitranada (106) en forma líquida y dicha fracción de alquitrán más pesada (107) se obtienen evaporando dicha fracción de residuo del TFE (104) en dicho SPE (105);

10 destilación, en una columna de destilación (108), de la fracción de vapor de cabeza del TFE (103) y la fracción ligera desalquitranada (106) en forma líquida, para producir una fracción más ligera de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (109), una primera fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (110, 131) en forma líquida, y una segunda fracción más pesada de ácidos orgánicos y componentes orgánicos neutros (131) en forma gaseosa.

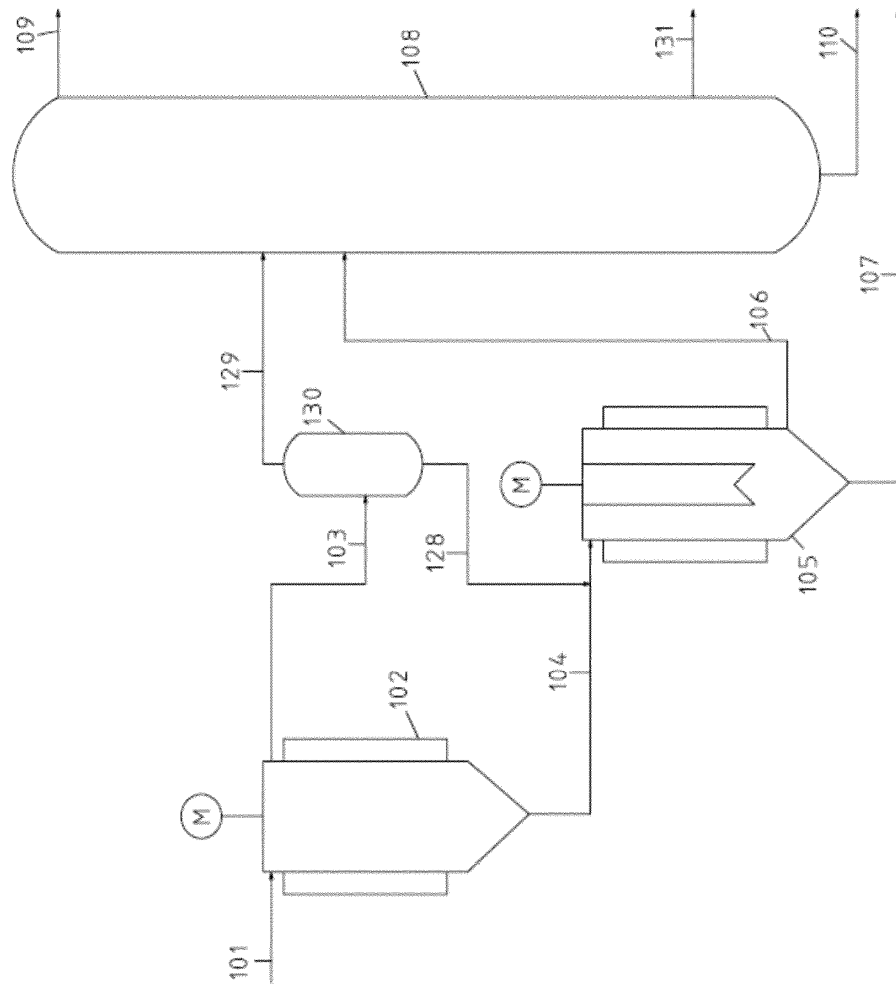


Fig. 1

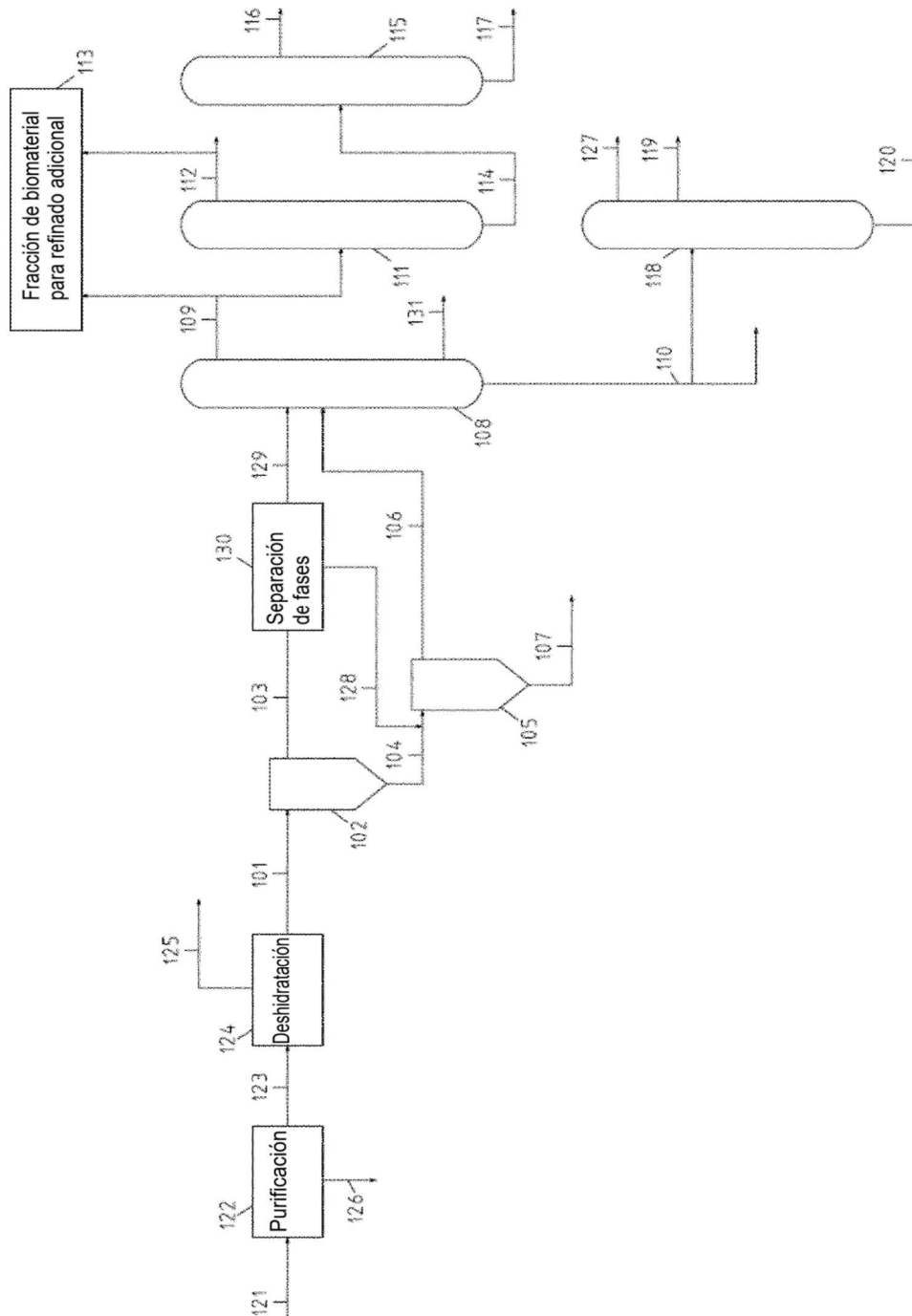


Fig. 2