

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 816 004**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)

C11B 3/08 (2006.01)

C11B 3/16 (2006.01)

C11C 1/00 (2006.01)

C11C 1/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **28.09.2017 PCT/EP2017/074611**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.04.2018 WO18060324**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.09.2017 E 17784878 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.07.2020 EP 3519540**

54 Título: **Método para la purificación de grasas animales o vegetales**

30 Prioridad:

30.09.2016 FI 20165735

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

31.03.2021

73 Titular/es:

NESTE OYJ (100.0%)

Keilaranta 21

02150 Espoo, FI

72 Inventor/es:

BERGSTRÖM, PIA;

TOUKONIITTY, BLANKA;

MALM, ANNIKA y

WADDILOVE, MERVI

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 816 004 T3

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

DESCRIPCIÓN

Método para la purificación de grasas animales o vegetales

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a métodos para la purificación de materiales lipídicos, especialmente materiales lipídicos procedentes de material biológico. El método permite la eliminación de impurezas del material lipídico. En particular, la invención se refiere a métodos para purificar materiales lipídicos que se consideran convencionalmente que contienen niveles de impurezas demasiado altos para ser comercialmente rentables para su uso en un proceso de purificación para obtener una materia prima purificada de una calidad que permita su uso como fuente de combustible o productos químicos. Las impurezas pueden tener un carácter que los métodos convencionales no pueden eliminar de la materia prima hasta el punto que se prescribe como la calidad adecuada para su uso posterior como fuente de combustible o productos químicos.

15

Antecedentes de la técnica

El documento US 3758533 se refiere a un método para eliminar impurezas de polietileno de sebo y materiales grasos similares. En el método, el material graso se calienta a una temperatura de aproximadamente 95 °C o inferior, pero por encima de la temperatura de fusión del material graso para hacer que las impurezas poliméricas sean insolubles en el material graso y separe las impurezas. La separación de impurezas puede realizarse mediante filtración o centrifugación. De acuerdo con las enseñanzas del documento US 3758533, la separación de impurezas de polietileno por sedimentación no es posible ya que la densidad del polietileno es solo un poco mayor que la del sebo (866 kg/m³).

20

El documento US 7262311 se refiere a un método para eliminar fosfolípidos y otras impurezas del aceite vegetal crudo usando técnicas de refinado físico. En el método, se permite que el aceite crudo se asiente durante un período de tiempo, tal como 20 días, de modo que el aceite se separe en una capa de gomas y una capa de aceite separadas entre sí. El aceite purificado contiene de 25 ppm a 110 ppm de fósforo.

25

El documento US 2601375 se refiere a un método para recuperar aceites vegetales de lodos o sedimentos, que se acumulan en tanques de almacenamiento de aceite vegetal. En el método, el lodo se mezcla y se calienta con agua y la mezcla se deja enfriar y sedimentar en una fase oleosa superior y una fase acuosa inferior con impurezas sólidas. La fase inferior separada se puede tratar con álcali seguido de tratamiento ácido.

30

35 **Sumario de la invención**

La presente invención proporciona un método eficiente de purificación de material lipídico. El material lipídico procede específicamente de origen biológico.

En consecuencia, la presente invención, que se define por las reivindicaciones, básicamente se refiere a un método para purificar material lipídico, caracterizado por que el método comprende las siguientes etapas;

40

- a) almacenar el material lipídico en un tanque de sedimentación a temperatura elevada,
- b) permitir que las impurezas se depositen en el fondo del tanque de sedimentación para formar así una fase de lodo oleoso,
- c) separar la fase de lodo oleoso formado del resto del material lipídico,
- d) procesar adicionalmente el material lipídico
- e) opcionalmente, purificar dicha fase de lodo oleoso separado de las impurezas y, opcionalmente
- f) devolver el aceite purificado de la etapa de purificación e) a dicho tanque de sedimentación.

45

50

En la presente invención, la expresión "material lipídico" debe entenderse que significa cualquier material que tenga un origen biológico. Específicamente, el término puede denotar así una altura de aceite de sebo o la fracción de fondo residual de los procesos de destilación de aceite de sebo, aceites o grasas de origen animal, aceites o grasas procedentes de pescado, aceites o grasas vegetales, tales como, por ejemplo, aceite de palma de lodo y aceite de cocina usado o aceite usado para fritura profunda, aceites microbianos o de algas. Otros ejemplos son, por ejemplo aceites vegetales, grasas vegetales, grasas animales y aceites animales, y aceites de moho. En concreto, el término puede comprender aceite de colza, aceite de canola, aceite de colza, aceite de sebo, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de cáñamo, aceite de oliva, aceite de linaza, aceite de semilla de algodón, aceite de mostaza, aceite de palma, aceite de cacahuete, aceite de ricino, aceite de coco, grasas animales, tal como grasa de vaca, sebo, grasa de ballena, grasas alimenticias recicladas, materiales de partida producidos por ingeniería genética y materiales de partida biológicos producidos por microbios, tales como algas y bacterias. Debe entenderse que el término puede comprender una mezcla de cualquiera de los ejemplos mencionados anteriormente.

55

60

El material lipídico utilizado en el proceso también puede estar basado en fósiles, tal como, por ejemplo, diversos aceites utilizados y producidos por la industria petrolera. Ejemplos no limitativos son varios productos derivados del petróleo, tales como, por ejemplo fueloils y gasolina (petróleo). El término también abarca todos los productos usados

65

en el proceso de refinado o, por ejemplo, aceites lubricantes usados, residuos de plástico, aceites de pirólisis y similares.

5 Las impurezas presentes en el material lipídico pueden ser de diversos caracteres u origen. En concreto, las impurezas son tales que pueden ser dañinas en el proceso o pueden inutilizar el material para su uso final previsto. Las impurezas pueden ser de origen metálico o polimérico, tal como metales elementales o, por ejemplo, compuestos de fósforo. En concreto, las impurezas poliméricas que se eliminan pueden ser, por ejemplo, plásticos de uso común, tales como polietileno (PE).

10 De forma notable, sorprendentemente, se ha descubierto que el método como se describe en el presente documento es eficaz con respecto al tiempo utilizado para completar el proceso de purificación. En consecuencia, la presente invención proporciona un método de purificación que permite un tiempo más corto para purificar el material lipídico.

Breve descripción de los dibujos

15 La figura 1 ilustra la configuración de la prueba de sedimentación AF y el tambor de sedimentación. La figura 1a ilustra la vista lateral (izquierda) del tambor, así como la vista superior (derecha). La figura 1b ilustra una vista lateral detallada del tambor de sedimentación y la diversa ubicación en la que se recogen las muestras y las fracciones.

20 La figura 2 ilustra las diversas cantidades de impurezas presentes en las muestras tomadas del proceso de purificación según la invención en relación con el tiempo de purificación. La figura 2a ilustra la cantidad de polietileno (PE), la figura 2b ilustra la cantidad de material sólido, la figura 2c ilustra la cantidad de fósforo (P), la figura 2d ilustra la cantidad de calcio (Ca) y la figura 2e ilustra la cantidad de nitrógeno (N).

25 La figura 3 ilustra el flujo de blanqueo de la grasa animal la semana 0 ("nolla") y la semana 5 ("vko 5"), muestras tomadas de la mitad del recipiente de sedimentación.

30 La figura 4 ilustra el flujo de blanqueo del lodo (ácido desgomado), lodo (tratado térmicamente y filtrado) y alimentación original AF832.

La figura 5 ilustra el esquema de flujo del proceso de desgomado ácido y blanqueo.

Definiciones

35 Las siguientes abreviaturas se utilizarán en la memoria descriptiva

PG	Fosfatidilgliceroles
PE	Fosfatidiletanolaminas
PI	Fosfatidilinositoles
PC	Fosfatidilcolinas
PA	Ácidos fosfatídicos
LPA	Ácidos lisofosfatídicos
LPC	Lisofosfatidilcolinas
SM	Esfingomielina
PHO	Fosfólidos
PGLY	Fosfatidilgliceroles
AF	Grasa animal

Descripción detallada

40 La presente invención se refiere a un método para purificar un material lipídico.

En concreto, la invención se refiere a un método para purificar material lipídico, **caracterizado** por que el método comprende las siguientes etapas;

- 45
- a) almacenar el material lipídico en un tanque de sedimentación a temperatura elevada,
 - b) permitir que las impurezas se depositen en el fondo del tanque de sedimentación para formar así una fase de

lodo oleoso,

c) separar la fase de lodo oleoso formado del resto del material lipídico,

d) procesar adicionalmente el material lipídico

e) purificar dicha fase de lodo oleoso separado de impurezas y, opcionalmente

5 f) devolver el aceite purificado de la etapa de purificación e) a dicho tanque de sedimentación, en el que el método se **caracteriza** por que la etapa e) comprende una etapa de tratamiento térmico que comprende las etapas de;

i. calentar dicha fase de lodo oleoso a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C,

10 ii. añadir disolvente polar a dicha fase de lodo oleoso para eliminar las impurezas de la fase oleosa, tal como por ejemplo, compuestos de fósforo o calcio, y

iii. separar y recuperar aceite purificado

15 El material lipídico que se utilizará en la presente invención es un material lipídico que se purificará en un material que puede servir como fuente de combustible de cualquier tipo. El factor importante es que el material lipídico purificado tiene que ser de tal calidad que pueda servir como combustible o usarse en procesos adicionales, tales como, por ejemplo, craqueo catalítico sin contener niveles de impurezas que pueden, por ejemplo, poner en peligro la funcionalidad completa de un motor o el envenenamiento de catalizadores u obstaculizar de otro modo cualquier otro proceso al que pueda estar sometido el material lipídico purificado. Dichos procesos adicionales pueden ser, por ejemplo, craqueo catalítico, craqueo termocatalítico, hidrot ratamiento catalítico, craqueo catalítico fluido, cetonzación catalítica, esterificación catalítica o deshidratación catalítica. El material lipídico purificado también puede procesarse en varios productos químicos, tales como productos químicos a granel (por ejemplo, polímeros, disolventes, componentes disolventes y lubricantes) o productos químicos especializados (por ejemplo, cosméticos y productos farmacéuticos).

25 En la técnica, existen varios métodos para la purificación del material lipídico para los fines mencionados en el presente documento. Sin embargo, el material lipídico que contiene un alto nivel de impurezas puede no ser factible o purificable mediante técnicas conocidas en la materia, de modo que el material lipídico purificado contenga bajos niveles de impurezas que permitan su uso como fuente de combustible. La presente invención resuelve este problema mediante el método que se desvela en el presente documento, permitiendo así el uso de un material lipídico que normalmente se consideraría poco económico o inadecuado para la purificación.

35 El material lipídico según la invención puede ser, pero sin limitación, cualquier lípido que contenga fósforo y/o metales y/o polímeros, tales como, por ejemplo, diversos plásticos. Los ejemplos de materiales lipídicos son alquitrán de aceite de sebo o la fracción de fondo residual de los procesos de destilación de aceite de sebo, aceites o grasas de origen animal, aceites o grasas vegetales, tales como, por ejemplo, aceite de palma de lodo y aceite de cocina usado o aceite usado para fritura profunda, aceites microbianos o de algas, ácidos grasos libres, aceites lubricantes usados o gastados u otros tipos de ceras. Otros ejemplos de material lipídico son los aceites vegetales, grasas vegetales, grasas animales y aceites animales, algas, aceites de levadura y moho. Debe entenderse que el material lipídico puede ser una mezcla de cualquiera de los ejemplos mencionados anteriormente de materiales lipídicos. Las materias primas biológicas adecuadas incluyen aceite de colza, aceite de canola, aceite de colza, aceite de sebo, aceite de girasol, aceite de soja, aceite de cáñamo, aceite de oliva, aceite de linaza, aceite de semilla de algodón, aceite de mostaza, aceite de palma, aceite de cacahuete, aceite de ricino, aceite de coco, grasas animales, tal como grasa de vaca, sebo, grasa de ballena, grasas alimenticias recicladas, materiales de partida producidos por ingeniería genética y materiales de partida biológicos producidos por microbios, tales como algas y bacterias.

El material lipídico de ejemplo incluye, pero sin limitación:

- Alquitrán de aceite de sebo (TOP), fracción de fondo residual del proceso de destilación de aceite de sebo,
- 50 • grasa animal (AF) de baja calidad, no aceptado para la calidad del producto (N muy alto, PE, metales, contenido de fósforo, etc.),
- Aceite de palma de lodo (SPO) con alto contenido de hierro. Los SPO son aceites usados recolectados de estanques de agua ubicados cerca de molinos de aceite de palma,
- 55 • Aceite de cocina usado (UCO), puede contener altos niveles de oligómeros y cloruros

60 El material lipídico utilizado en el proceso también puede estar basado en fósiles, tal como, por ejemplo, diversos aceites utilizados y producidos por la industria petrolera. Ejemplos no limitativos son varios productos derivados del petróleo, tales como, por ejemplo, fueloils y gasolina (petróleo). El término también abarca todos los productos usados en el proceso de refinado o, por ejemplo, aceites lubricantes usados, residuos de plástico, aceites de pirólisis y similares.

Estos materiales lipídicos deben purificarse para reducir el nivel de elementos conocidos que hacen que el material sea inútil para su uso final previsto.

65 Las impurezas presentes en el material lipídico pueden originarse del propio material lipídico o las impurezas pueden originarse en otro lugar, por ejemplo, del procesamiento anterior del material lipídico. La presente invención se puede

usar para eliminar cualquier impureza que se pueda separar del material lipídico mediante sedimentación.

5 El material lipídico a purificar puede contener impurezas que contienen metales y fósforo en forma de fosfolípidos, jabones o sales. Por otra parte, el material lipídico puede contener polímeros y específicamente polímeros en el contexto de plásticos. Cabe destacar que tales plásticos pueden ser, por ejemplo, polietileno (PE). Sin embargo, cualquier polímero plástico puede eliminarse de acuerdo con la invención. Los plásticos a modo de ejemplo pueden ser baquelita, poliestireno, cloruro de polivinilo, poli(metacrilato de metilo), caucho o caucho sintético, poliéster, tereftalato de polietileno, cloruro de polivinilideno, polipropileno, poliestireno de alto impacto, poliamidas, acrilonitrilo butadieno estireno, polietileno/acrilonitrilo butadieno estireno, policarbonato, policarbonato/acrilonitrilo butadieno estireno, poliuretanos. También debe entenderse que el término polímero puede comprender una mezcla de diferentes plásticos y/o cauchos.

15 Las impurezas metálicas que pueden estar presentes en el material lipídico pueden ser, por ejemplo, metales alcalinos o metales alcalinotérreos, tales como sales de sodio o potasio o sales de magnesio o calcio o cualquier compuesto de dichos metales. Las impurezas también pueden estar en forma de fosfatos o sulfatos, sales de hierro o sales orgánicas, jabones o, por ejemplo, fosfolípidos.

20 Las técnicas tradicionales para eliminar las impurezas de los lípidos o grasas consisten en desgomar y blanquear. En el desgomado, las impurezas se eliminan mediante la adición de ácido y agua, y la separación de impurezas se realiza mediante separación gravitacional, por ejemplo, centrifugación. Sin embargo, como se ha señalado en la técnica anterior, no se considera factible la sedimentación como parte de un método de purificación, ya que esto requiere una gran cantidad de tiempo, normalmente en el intervalo de varias semanas, tal como, por ejemplo, más de 5 semanas.

25 La presente invención tiene la ventaja de usar un método simple que comprende la sedimentación del material lipídico. Por otra parte, en el método según la invención, el material lipídico puede purificarse como tal sin la adición de ningún otro material durante el tratamiento térmico. Por lo tanto, el presente método proporciona un procedimiento simplificado pero efectivo que reduce la necesidad de añadir otros constituyentes o productos químicos que tradicionalmente pueden ser necesarios al purificar material similar. De forma notable, el método de purificación se puede completar en días.

30 La presente invención proporciona mejoras en la purificación del material lipídico al reducir la pérdida de material durante la purificación y al mejorar la pureza del material lipídico en el tanque. El lodo oleoso purificado y separado de la presente invención puede devolverse al tanque de sedimentación, mejorando así la pureza general del material lipídico en el tanque. Si el lodo oleoso no se purifica y permanece en el tanque como tal, las impurezas permanecen en el tanque de sedimentación aumentando la cantidad total de impurezas en el tanque.

40 De acuerdo con la invención, el proceso de purificación tiene lugar con calentamiento. En concreto, de acuerdo con la invención, la temperatura elevada y la sedimentación en las etapas a) y b) es tal que la temperatura es suficientemente alta para permitir que el material lipídico se purifique para convertirse en líquido. Por tanto, el material lipídico es de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 120 °C, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 110 °C, tal como, por ejemplo, aproximadamente 60 °C, aproximadamente 100 °C o aproximadamente 40 °C, aproximadamente 50 °C, aproximadamente 60 °C, aproximadamente 70 °C, aproximadamente 80 °C, aproximadamente 90 °C, aproximadamente 100 °C, aproximadamente 110 °C o aproximadamente 120 °C.

45 El tiempo durante el cual el material lipídico se calienta y se mantiene a la temperatura deseada es de aproximadamente 5 horas a aproximadamente 14 días, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 2 días a aproximadamente 10 días, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 3 días a aproximadamente 7 días, o aproximadamente 10 horas, aproximadamente 15 horas, aproximadamente 1 día, aproximadamente 2 días, aproximadamente 3 días, aproximadamente 4 días, aproximadamente 5 días, aproximadamente 6 días o aproximadamente 7 días.

50 Idealmente, el tiempo durante el cual se mantiene la temperatura deseada es de aproximadamente 5 horas, aproximadamente 10 horas, aproximadamente 15 horas, aproximadamente 1 día, aproximadamente 2 días, aproximadamente 3 días, aproximadamente 4 días, aproximadamente 5 días.

Cabe señalar que el proceso de sedimentación puede ejecutarse sin agitación ni removido. Sin embargo, se puede ejecutar una agitación o removido lento que no obstaculice la sedimentación.

60 Después de completar la etapa de sedimentación b), el material lipídico se separa del lodo oleoso formado. Este proceso puede comprender la decantación del material lipídico del lodo oleoso que puede formar una fase separada con el material lipídico.

65 El material lipídico se procesa luego en cualquier proceso dependiendo del uso previsto del material lipídico. El material lipídico puede procesarse adicionalmente como tal o después de más purificaciones. Tales procesos son, por ejemplo, hidrotreamiento o coprocesamiento. El lodo oleoso separado puede purificarse adicionalmente de cualquier impureza.

Por lo tanto, la purificación adicional del lodo oleoso puede comprender cualquier método adecuado tal como hidrólisis o, por ejemplo, filtración, centrifugación y/u otra eliminación mecánica de impurezas particuladas del lodo oleoso. Esta etapa de purificación como se describe en la etapa d) de la presente invención puede comprender calentamiento como parte de la etapa de purificación.

- 5 En general, la purificación del lodo oleoso puede implicar un proceso que comprende las etapas de
- i. calentar dicha fase de lodo oleoso,
 - 10 ii. añadir disolvente a dicha fase de lodo oleoso para eliminar las impurezas de la fase oleosa, tal como, por ejemplo, compuestos de fósforo o calcio, y
 - iii. separar y recuperar aceite purificado.

15 El calentamiento en la etapa i) está en el intervalo de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C, puede ser de aproximadamente 170 °C a aproximadamente 240 °C o de aproximadamente 200 °C a aproximadamente 250 °C o de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 200 °C. Preferentemente, el calentamiento está en el intervalo de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 200 °C.

20 El disolvente usado en la etapa ii) es un disolvente polar. Por ejemplo, el disolvente polar puede ser agua o cualquier otro disolvente polar adecuado, tal como, por ejemplo, un alcohol, tal como, por ejemplo, metanol, iso-propanol o cualquier combinación de los mismos. Por otra parte, el disolvente polar puede ser una combinación de agua con un alcohol adecuado o una mezcla de alcoholes.

25 El aceite purificado puede someterse adicionalmente a una etapa de filtración según sea necesario para eliminar cualquier residuo sólido, tal como, por ejemplo, impurezas metálicas formadas en la etapa ii). Sin embargo, se puede emplear cualquier método de separación adecuado, tal como, por ejemplo, centrifugación y/o extracción mecánica. También debe entenderse que se puede emplear una combinación de las técnicas mencionadas para la eliminación de impurezas.

30 El aceite purificado y separado también puede someterse a una etapa de blanqueo.

Opcionalmente, el aceite recuperado purificado y separado puede reciclarse nuevamente al tanque de sedimentación en la etapa a) de la invención.

35 Las impurezas que pueden eliminarse por el método de la invención son como se menciona en el presente documento. De forma notable, las impurezas son uno o más de polietileno, sales de calcio, sales de sodio o fósforo de cualquier tipo.

40 Con respecto al polietileno, el método de la invención elimina al menos aproximadamente el 90 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 95 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 97 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 98 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 99 % del contenido original de polietileno en el material lipídico. En consecuencia, el material lipídico purificado por el método de la presente invención tiene un contenido de polietileno de menos de aproximadamente 50 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 30 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 20 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 15 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 10 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 5 ppm. Lo mismo es válido para cualquiera de los plásticos mencionados en el presente documento.

50 Por lo tanto, el método de acuerdo con la invención proporciona un material lipídico purificado que es adecuado para su uso adicional, tal como, por ejemplo, una fuente de combustible o productos químicos, tales como productos químicos a granel o especialidades químicas.

En un aspecto, la presente invención se refiere a los siguientes puntos:

- 55 1. Un método para purificar material lipídico, caracterizado por que el método comprende las siguientes etapas;
- a) almacenar el material lipídico en un tanque de sedimentación a temperatura elevada,
 - b) permitir que las impurezas se depositen en el fondo del tanque de sedimentación para formar así una fase de lodo oleoso,
 - 60 c) separar la fase de lodo oleoso formado del resto del material lipídico,
 - d) procesar adicionalmente el material lipídico
 - e) opcionalmente, purificar dicha fase de lodo oleoso separado de las impurezas y, opcionalmente
 - f) devolver el aceite purificado de la etapa de purificación d) a dicho tanque de sedimentación.
- 65 2. El método según el artículo 1, caracterizado por que dicha temperatura elevada en la etapa a) es de aproximadamente 40 ° C a aproximadamente 120 ° C.

3. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que la sedimentación en el tanque de sedimentación tiene lugar sin ninguna forma de agitación.
- 5 4. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que el tiempo durante el cual las impurezas en el material lipídico se dejan sedimentar en el fondo del tanque de sedimentación es de, por ejemplo, aproximadamente 5 horas, aproximadamente 10 horas, aproximadamente 15 horas, aproximadamente 1 día, aproximadamente 2 días, aproximadamente 3 días, aproximadamente 4 días, aproximadamente 5 días.
- 10 5. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que el material lipídico se origina a partir de material biológico.
6. El método de acuerdo con el punto 5, en el que el material lipídico se selecciona de, por ejemplo, aceite de cocina usado, aceites vegetales o de cualquier tipo o grasas animales de cualquier tipo o mezclas de los mismos.
- 15 7. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que el material lipídico se selecciona de cualquier aceite o producto procedente de fósiles, tal como, por ejemplo, diversos aceites utilizados y producidos por la industria petrolera, tal como, por ejemplo, fueloil y gasolina (petróleo), incluyendo todos los productos usados en el proceso de refinado, o, por ejemplo, aceites lubricantes usados, residuos de aceites de pirólisis plásticos y similares.
- 20 8. El método de acuerdo con el punto 1 o 2, caracterizado por que dicha etapa de separación en la etapa c) comprende separación de fases tal como, por ejemplo, por decantación, por lo que el material lipídico se separa del lodo oleoso.
- 25 9. El método de acuerdo con el punto 1 o 2, caracterizado por que dicha etapa de purificación d) comprende filtración, centrifugación y/u otra eliminación mecánica de impurezas particuladas del lodo oleoso.
- 30 10. El método de acuerdo con cualquiera de los elementos anteriores, caracterizado por que dicha etapa de purificación d) comprende una etapa de tratamiento térmico.
- 35 11. El método de acuerdo con el punto 10, caracterizado por que dicha etapa de tratamiento térmico en la etapa d) comprende las etapas de
- i. calentar dicha fase de lodo oleoso a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C,
 - ii. añadir disolvente polar a dicha fase de lodo oleoso para eliminar las impurezas de la fase oleosa, tal como por ejemplo, compuestos de fósforo o calcio, y
 - iii. separar y recuperar aceite purificado.
- 40 12. El método de acuerdo con el punto 11, en el que el calentamiento en la etapa i) se realiza durante un período de aproximadamente 5 a aproximadamente 60 minutos, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 50 minutos, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 40 minutos, tal como, por ejemplo, de aproximadamente 20 minutos a aproximadamente 30 minutos.
- 45 13. El método de acuerdo con el punto 11 o 12, en el que el calentamiento en la etapa i) es de aproximadamente 170 °C a aproximadamente 240 °C, preferentemente de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 200 °C.
- 50 14. El método de acuerdo con el punto 11, 12 o 13, en el que el disolvente polar es agua, metanol o etanol o cualquier combinación de los mismos.
- 55 15. El método de acuerdo con el punto 11, en el que el aceite purificado recuperado en la etapa ii) se somete a filtración y/o centrifugación y/o eliminación mecánica para eliminar las impurezas presentes en el lodo.
16. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que el aceite purificado separado y recuperado se somete adicionalmente a una etapa de blanqueo.
17. El método de acuerdo con cualquiera de los puntos anteriores, en el que las impurezas son uno o más de polietileno, sales de calcio, sales de sodio o sales de fósforo.
- 60 18. El método de acuerdo con cualquiera de los elementos anteriores en el que al menos aproximadamente 90 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 95 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 97 %, tal como, por ejemplo, al menos aproximadamente el 98 %, tal como, por ejemplo, se elimina al menos aproximadamente el 99 % del contenido original de polietileno en el material lipídico.
- 65 19. Un material lipídico purificado obtenible mediante el método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1-15, caracterizado por que el material lipídico purificado tiene un contenido de polietileno inferior a aproximadamente

50 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 30 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 20 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 15 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 10 ppm, tal como, por ejemplo, menos de aproximadamente 5 ppm.

- 5 20. Uso de un material lipídico purificado obtenible por el método de acuerdo con cualquiera de los elementos anteriores, como fuente de combustible o productos químicos, tal como, por ejemplo, productos químicos a granel o especialidades químicas.

Ejemplos

10

Ejemplo 1

Procedimiento de prueba de sedimentación

- 15 El objetivo de la prueba de sedimentación fue comprender y seguir la sedimentación de polietileno y otras impurezas en la grasa animal (FA) líquida.

20 La configuración de la prueba incluyó un tambor de 200 l con grasa animal homogeneizada. El tambor estaba equipado con 6 puntos de muestreo, 2 en la parte superior (1), 2 en la parte media (2) y 2 en la parte inferior (3). Se tomaron muestras de cada nivel desde el medio (S) y desde el lado (U) del tambor (véase la figura 1).

La AF sedimentó aproximadamente en 5 semanas a 60 °C sin agitación. Se tomaron muestras semanalmente y, por ejemplo, se analizaron PE, P, N, metales, PE, material sólido y recuento de partículas.

- 25 Se obtuvieron 4 fracciones al vaciar el tambor:

- F1 Grasa del producto principal de los grifos
- F2 Grasa de la grasa restante recuperada con bomba manual (después de que el nivel de grasa fue inferior al grifo más bajo)
- 30 • F3 Mezcla de lodo de grasa/material sólido vertido del tambor
- F4 Sedimento de material sólido raspado desde el fondo del tambor

Los resultados mostraron una excelente eliminación de PE y una buena eliminación de material sólido, Ca y Si. También se observó una eliminación de P y Mg bastante buena (tabla 1).

35

Tabla 1. Reducción de las impurezas en la grasa animal después de 5 semanas de reposo.

	Reducción (%)
N	-1,0
PE	>94,2
Fe	-9,1
Na	-14,6
Si	24,3
Ca	40,1
Mg	15,0
P	17,1
Material sólido	25,0

Ejemplo 2

- 40 Prueba de sedimentación 2

45 La configuración de prueba incluyó un tambor resistente al ácido de 200 l con aproximadamente 140 kg de grasa animal homogeneizada. Antes del ensayo, la grasa animal se fundió y se homogeneizó a 60 °C. Se tomaron muestras (1.000 ml) de siete puntos de muestreo: dos en la parte superior (1), dos en la parte media (2) y dos en la parte inferior (3). Se tomaron muestras de cada uno de estos niveles del medio (S) y del lado (U) del tambor. Se tomó una muestra del fondo del tambor. La grasa animal se sedimentó a 60 °C en la cámara de calentamiento sin agitar durante aproximadamente 1 semana. Las muestras fueron tomadas al punto cero, después de 5 h y después de 1, 2, 3, 6 y 8 días.

Se analizaron P, N, metales, PE, H₂O y materiales sólidos a partir de las muestras.

Se tomaron muestras de 1.000 ml de cada punto de muestreo. El día 8, el nivel de aceite disminuyó por debajo de los grifos S1 y U1 y solo se recuperó la muestra U1. (véase la Fig. 1b)

5

Se obtuvieron 3 fracciones al vaciar el tambor:

F1	42 kg	grasa procedente de debajo del grifo de muestreo 2
F2	47 kg	grasa recuperada del grifo de muestreo 3
F3	50 kg	grasa recuperada del grifo de muestreo del fondo (P)
F4	No se obtuvo sedimento	

Resultados de la prueba de sedimentación 2

10

Los resultados después de sedimentar durante 8 días se compararon con los resultados promedio de 0 días. Las muestras de fondo no se tuvieron en cuenta. Se observó una excelente eliminación de PE, buena eliminación de material sólido de Ca, Si y Fe y una eliminación bastante buena de P y Mg (Tabla 2).

15

Tabla 2

	Reducción (%)
N	-1
PE	93
P	23
Al	0
Fe	38
Na	-4
Si	41
Ca	45
Mg	28
Mn	0
Material sólido	63

Se observó excelente eliminación de PE (93 % en peso), buena eliminación de material sólido (63 % en peso) y metales como Ca (45 % en peso), Si y Fe, eliminación bastante buena de P (23 % en peso) y Mg. La concentración de PE fue mayor en la parte superficial del tambor que dentro del tambor. El PE, así como material sólido, P y los metales se concentran en la parte inferior derecha después del segundo día, drásticamente el tercer día y se reduce después de ello. Casi todo el PE se eliminó el día 8. Véase en las figuras 2a-2e los resultados respectivos en una representación gráfica.

20

Ejemplo 3

25

Prueba de sedimentación n.º 3

El objetivo era la sedimentación de grasa animal (AF) con un despegue continuo de la válvula inferior. La prueba se realizó en un tanque de alimentación resistente a ácidos de aproximadamente 200 l con dos puntos de muestreo, uno en el fondo y uno desde el centro del tanque. El tanque estaba equipado con un cable calefactor circulante y otras partes externas estaban selladas. Se fundieron 6 botes de 30 l de grasa animal en la cámara de calentamiento a 60 °C y se retiraron al tanque de alimentación mediante una bomba de transferencia (alimentación). A continuación, la grasa se homogeneizó reciclándola desde el fondo hacia la parte superior con una bomba de transferencia durante 1,5 horas y burbujeando nitrógeno desde el fondo. Después de esto, la grasa se sedimentó durante 6 días sin agitar a 60 °C. La temperatura de sedimentación utilizada se midió desde el lado y desde el interior del recipiente. La grasa fundida se drenó continuamente desde la válvula inferior y se usó la bomba prominente para mantener el flujo constante (-0,8 ml/min) durante la sedimentación. Los tiempos de muestreo fueron: punto cero, después de 5 horas, 1, 2, 3 y 6 días.

30

35

40

Se analizaron P, N, metales, PE y material sólido. Los resultados presentan el promedio de cada tiempo de muestreo. Además fosfolípidos y H₂O de las muestras de simulación.

ES 2 816 004 T3

Tabla 3 Resultados del análisis de muestras tomadas del centro del recipiente

			punto 0, fondo	0-5 h, fondo	5-24 h, fondo	24-48 h, fondo	48-72 h, fondo	72-144 h, fondo
	Tiempo	Min	0	300	1157	1445	1525	
	Caudal	g/min	0	0,91	0,62	0,74	0,75	
	Muestra	g	1826	272,1	720,9	1071	1140	
ISO 6656	PE Nofalab	mg/kg	141	109	781	2155	712	90
ISO 6656	PE aceite de Neste	peso-ppm	nd	nd	nd	nd	949	861
ASTMD 4629	N	mg/kg	470	470	500	550	490	460
ENISO 12937	H ₂ O	mg/kg	850	nd	nd	nd	nd	390
ISO 663	Material sólido	% en peso	0,09	0,1	0,42	0,67	0,26	0,08
ASTMD 5185	Al	mg/kg	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	0,3	0,3
ASTMD 5185	Fe	mg/kg	1,3	1,7	3,4	8,5	3,2	1,3
ASTMD 5185	Na	mg/kg	60	58,1	64	60,2	60,8	54,8
ASTMD 5185	Si	mg/kg	0,9	6,4	3,7	5,5	2,7	0,9
ASTMD 5185	Ca	mg/kg	40,2	40,1	116	297	109	36,7
ASTMD 5185	Mg	mg/kg	4,3	4,3	9,4	19	8,2	4
ASTMD 5185	P	mg/kg	65,9	64,9	104	239	114	64,3
ASTMD 5185	Mn	mg/kg	<0,3	<0,3	<0,3	0,4	<0,3	<0,3

Tabla 4 Resultados del análisis de muestras tomadas del centro del recipiente.

			punto 0, fondo	0-5 h, fondo	5-24 h, fondo	24-48 h, fondo	48-72 h, fondo	72-144 h, fondo
	Tiempo	Min	0	300	1157	1445	1525	
	Caudal	g/min	0	0,91	0,62	0,74	0,75	
	Muestra	g	1872	1818	1172	1728	1735	
ISO 6656	PE Nofalab	mg/kg	132	121	101	6	<1	3
ISO 6656	PE aceite de Neste	peso-ppm	176	nd	nd	nd	nd	16

(continuación)

			punto 0, fondo	0-5 h, fondo	5-24 h, fondo	24-48 h, fondo	48-72 h, fondo	72-144 h, fondo
ASTMD 4629	N	mg/kg	470	460	470	470	460	460
ENISO 12937	H ₂ O	mg/kg	880	nd	nd	nd	nd	380
ISO 663	Material sólido	% en peso	0,12	0,1	0,11	0,08	0,07	0,06
ASTMD 5185	Al	mg/kg	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	0,3	0,3
ASTMD 5185	Fe	mg/kg	1,3	1,3	1,3	1,1	1	1
ASTMD 5185	Na	mg/kg	56,7	57,3	57,3	53,4	52,9	53,7
ASTMD 5185	Si	mg/kg	0,9	0,9	1	0,8	0,7	0,7
ASTMD 5185	Ca	mg/kg	40,1	40	39,1	30,4	27,6	26,2
ASTMD 5185	Mg	mg/kg	4,3	4,2	4,1	3,7	3,5	3,5
ASTMD 5185	P	mg/kg	67,5	64,5	64,5	61,8	57,5	57,4
ASTMD 5185	Mn	mg/kg	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3	<0,3

5 Se observó una excelente eliminación de PE y una buena eliminación de material sólido mediante sedimentación. Se observó bastante buena eliminación de Ca, Si, Fe, Mg y P. PE, así como material sólido, P y metales se concentraron en el fondo entre el primer y el tercer día.

Ejemplo 4

Blanqueo de las AF sedimentadas

10 El flujo de blanqueo de la grasa animal sedimentada del Ejemplo 1 (muestra del medio del recipiente de sedimentación después de 5 semanas) mejoró en comparación con el alimento original. El resultado de la purificación de grasa fue similar en ambos casos, sin embargo, la grasa sedimentada tenía <10 ppm de PE (02995810) en comparación con 17 ppm en el alimento original blanqueado (02932479), véase la figura 3

Ejemplo 5

Tratamiento de lodos

20 La fracción de lodo del Ejemplo 1 se analizó para contener una mayor cantidad de fósforo, metales y polietileno (Tabla 5). Sin embargo, esta fracción contiene también una gran cantidad de aceite, que podría volver al proceso después de un tratamiento.

Tabla 5. Impurezas en la alimentación de grasa animal (0 semanas de sedimentación), muestra de la mitad del recipiente de sedimentación y lodo (5 semanas de sedimentación) de la prueba de sedimentación.

(mg/kg)	Alimentación	Muestra S2 (5 semanas)	Lodos (5 semanas)
Aceite	02932411	02949755	02965160
Fe	1,1	1,3	13,5
Na	53,4	57,5	123
Ca	42	22,9	535
Mg	4,4	3,7	30,2
P	67	52,4	412
Zn	1	-	-
N	480	500	500
PE	166	<10	5409
PHO	595	554	987

El lodo se trató de las siguientes maneras:

- 5 El lodo se trató mediante desgomado con ácido que pudo eliminar grandes cantidades de impurezas (muestra 02965166), sin embargo, no todo el polietileno, lo que dio como resultado problemas en la siguiente prueba de blanqueo. Solo se pudieron filtrar aproximadamente 50 g en el dispositivo Dahlman antes de que se obstruyera el filtro (muestra 02965844). Por lo tanto, el resto de la grasa se centrifugó después del tratamiento de adsorción en lugar de la filtración Dahlman (muestra 02967121), pero el PE no se elimina completamente en la centrifugación. Los resultados se presentan en la Tabla 6.
- 10

Tabla 6. Lodos tratados con desgomado ácido seguido de blanqueo.

	Lodos de alimentación	AT-W-C	AT-W-C + AT-W-A-F	AT-W-C + AT-W-A-C
		1000 ppm aproximadamente + 3 % de agua/70 C (PEB)	800 ppm aproximadamente + 0,2 % de agua + 0,7 % de Tonsil (PEB)	800 ppm aproximadamente + 0,2 % de agua + 0,7 % de Tonsil (PEB)
Aceite	02965160	02965166	02965844	02967121
Fe	13,5	0,7	<0,1	
Na	123	2,4	<1	
Ca	535	17,6	0,8	
Mg	30,2	1,4	<0,3	
P	412	30,6	3,8	
N	500	380	350	-
PE	5409	1100	N.D.	469

Filtración

- 15 La filtración ha sido efectiva para la eliminación de PE de la grasa animal de alimentación (<1-2 ppm de PE en muestras), por lo tanto, este podría ser un posible tratamiento para el lodo para no obstruir la unidad de blanqueo.

- 20 La filtración del lodo fue posible a través de un papel de filtro de 2 µm y 0,45 µm. Se recogió una gran cantidad de precipitado marrón en el papel de 2 µm. La gran cantidad de precipitado hizo que la filtración fuera bastante lenta.

El tratamiento térmico (en un reactor a presión de 240 ° C/30 min) del lodo resultó en una filtración algo más rápida. Aquí, el precipitado también se acumulaba en el papel de 2 µm.

- 25 La cantidad de precipitado fue en ambos casos de aproximadamente el 3,5 % del lodo original, por tanto, el 96,5 % del lodo podría ser devuelto a, por ejemplo, blanqueo.

Parece que la sedimentación elimina los fosfatos de la alimentación original, sin embargo, no tan efectivamente los fosfolípidos. También se encuentran proteínas y polietileno en el precipitado recogido en el filtro. El precipitado del

lodo tratado térmicamente no contenía proteínas ni fosfolípidos, que han sido degradados por el calentamiento.

Tabla 7. Resultados del análisis de precipitados recogidos en papel de filtro.

	Precipitado de la filtración del lodo original	Precipitado de la filtración del lodo tratado con calor
Aceite	02996372	02996373
Precipitado en el filtro (% de lodo original)	3,2	3,7
IR	Gran cantidad de fosfato de calcio. Mucha proteína y polietileno (sin embargo, enmascarados por cadenas largas de glicéridos).	Gran cantidad de fosfato de calcio (sin embargo, menos que en el precipitado de lodo original). Sin proteínas. Mucho polietileno (sin embargo, enmascarado por cadenas largas de glicéridos).
EDS	C 56-84 %, O 19-30 %, Ca 3 %, P 2 %, Na <1 %, Mg <1 % ja K <1 %.	C 55-82 %, O 21-31 %, Ca 3 %, P 2 %, Na <1 %, Mg <1 %, K <1 % y Zn <1 %.
PGLY (mg/kg)	<0,5	<0,5
PE (mg/kg)	<0,5	<0,5
PI (mg/kg)	1040	<0,5
PC (mg/kg)	500	<0,5
PA (mg/kg)	200	<0,5
LPA (mg/kg)	1600	<0,5
LPC (mg/kg)	1200	<0,5
SM (mg/kg)	1000	<0,5
PHO (mg/kg)	5520	<0,5
otro PHO (mg/kg)	480	<0,5
fosfolípidos de P total (PHO/P) %	1,2*	<0,5
Ácidos grasos totales (GC)	57	75
* Calculado basado en el 4,3 % de P en PHO, P en la muestra basada en análisis EDS. (EDS= espectrometría de energía de dispersión).		

5 Los resultados para las muestras de aceite filtrado se presentan en la Tabla 8. La filtración podría eliminar más sodio, fósforo y cinc del lodo tratado térmicamente que del original. Lamentablemente, el polietileno no se analizó debido al tamaño de muestra demasiado pequeño.

10 El blanqueo del lodo filtrado y tratado térmicamente podría eliminar todos los metales y solo quedaron 1,2 ppm de P después de la filtración Dahlman (sin pulido) (Tabla 8). El flujo de blanqueo se presenta en la Figura 4.

Tabla 8. Filtración de lodos originales y tratados térmicamente.

	Lodos de alimentación	Tratamiento térmico	Filtración	Filtración 0,45 um + AT-W-A-F	
			0,45 um/85 C	800 ppm aprox. + 0,2 % de agua + 0,7 % de Tonsil (filtr. 100 C)	
Aceite	2965160	Sin tratamiento térmico (lodo original)	02981183		
Fe	13,5		2,2		
Na	123		59,7		
Ca	535		21,7		
Mg	30,2		3,6		
P	412		52,4		
Zn	-		59,1		
N	500		390		
PE	5409		N.D.		-
Aceite	2965160		Tratamiento térmico en Parr 240 C/30 min		2981181
Fe	13,5	1		<0,1	
Na	123	23,1		<1	
Ca	535	26		<0,3	
Mg	30,2	3,1		<0,3	
P	412	24,4		1,2	
Zn	-	7		<0,5	
N	500	410		430	
PE	5409	N.D.		<1	

5 La sedimentación de AF que contiene PE se puede utilizar para eliminar > 97 % de PE y adicionalmente algunos metales, especialmente calcio y fósforo. El flujo de blanqueo de la grasa mejoró con la sedimentación de PE y parte de las impurezas.

10 El lodo sedimentado puede tratarse posteriormente mediante filtración (o tratamiento térmico y filtración) para eliminar grandes cantidades de fosfato de calcio y polietileno que contiene. Aproximadamente el 96 % de grasa se puede separar del lodo, que se puede volver al proceso y purificar, mediante, por ejemplo, blanqueamiento. Por lo tanto, el tratamiento térmico de los lodos seguido de filtración y blanqueamiento produce grasa pura, que contiene solo 1,2 ppm de P y nada de PE.

REIVINDICACIONES

1. Un método para purificar material lipídico, **caracterizado por que** el método comprende las siguientes etapas;
 - 5 a) almacenar el material lipídico en un tanque de sedimentación a temperatura elevada,
 - b) permitir que las impurezas se depositen en el fondo del tanque de sedimentación para formar así una fase de lodo oleoso,
 - c) separar la fase de lodo oleoso formado del resto del material lipídico,
 - d) procesar adicionalmente el material lipídico
 - 10 e) purificar dicha fase de lodo oleoso separado de impurezas y, opcionalmente
 - f) devolver el aceite purificado de la etapa de purificación e) a dicho tanque de sedimentación, en donde el método se **caracteriza por que** la etapa e) comprende una etapa de tratamiento térmico que comprende las etapas de;
 - 15 i. calentar dicha fase de lodo oleoso a una temperatura de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 300 °C,
 - ii. añadir disolvente polar a dicha fase de lodo oleoso para eliminar las impurezas de la fase oleosa, tal como por ejemplo, compuestos de fósforo o de calcio, y
 - 20 iii. separar y recuperar aceite purificado
 - y, en donde dicha temperatura elevada en la etapa a) es de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 120 °C.
2. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la sedimentación en el tanque de sedimentación tiene lugar sin ninguna forma de agitación.
- 25 3. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo durante el cual las impurezas en el material lipídico se dejan sedimentar en el fondo del tanque de sedimentación es de aproximadamente 5 horas, aproximadamente 10 horas, aproximadamente 15 horas, aproximadamente 1 día, aproximadamente 2 días, aproximadamente 3 días, aproximadamente 4 días, aproximadamente 5 días.
- 30 4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material lipídico se origina a partir de material biológico.
5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material lipídico se selecciona de entre aceite de cocina usado, aceites vegetales o de cualquier tipo o grasas animales de cualquier tipo o mezclas de los mismos.
- 35 6. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que el material lipídico se selecciona de cualquier aceite o producto procedente de fósiles, diversos aceites utilizados y producidos por la industria petrolera, fueloil y gasolina, incluidos todos los productos usados en el proceso de refinado o aceites lubricantes usados, residuos de aceites de pirólisis plásticos y similares.
- 40 7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha etapa de separación en la etapa c) comprende separación de fases por decantación, por lo que el material lipídico se separa del lodo oleoso.
- 45 8. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el calentamiento en la etapa i) se realiza durante un período de aproximadamente 5 a aproximadamente 60 minutos o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 50 minutos, de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 40 minutos, de aproximadamente 20 minutos a aproximadamente 30 minutos.
- 50 9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el calentamiento en la etapa i) es de aproximadamente 170 °C a aproximadamente 240 °C, preferentemente de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 200 °C.
- 55 10. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente polar es agua, metanol o etanol o cualquier combinación de los mismos.
- 60 11. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite purificado recuperado en la etapa iii) se somete a filtración y/o centrifugación y/o eliminación mecánica para eliminar las impurezas presentes en el lodo.
12. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el aceite purificado separado y recuperado se somete adicionalmente a una etapa de blanqueo.
- 65 13. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que las impurezas son uno o más de polietileno, sales de calcio, sales de sodio o sales de fósforo.

14. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que se elimina al menos aproximadamente el 90 % o al menos aproximadamente el 95 %, al menos aproximadamente el 97 %, al menos aproximadamente el 98 %, al menos el 99 % del contenido original de polietileno en el material lipídico.

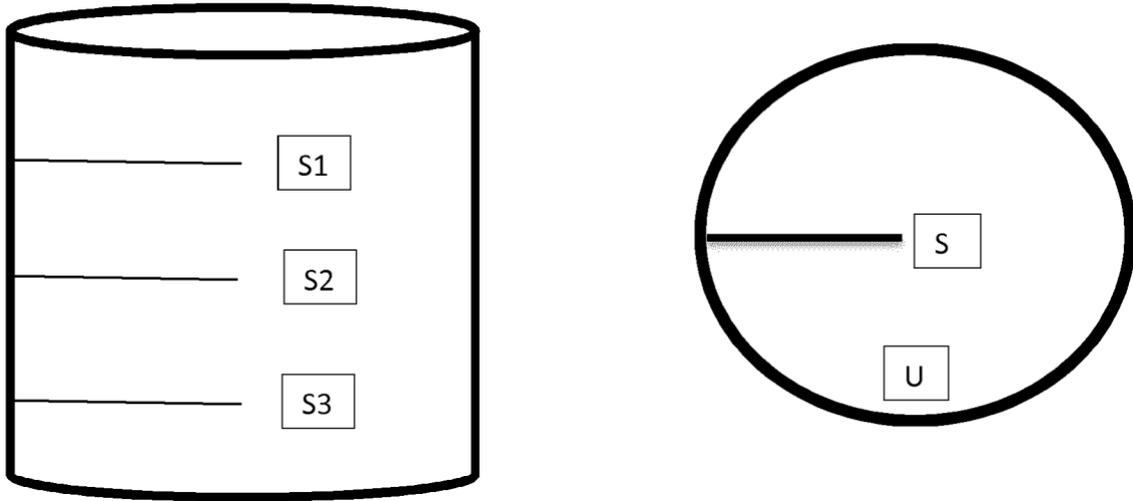


Fig. 1a

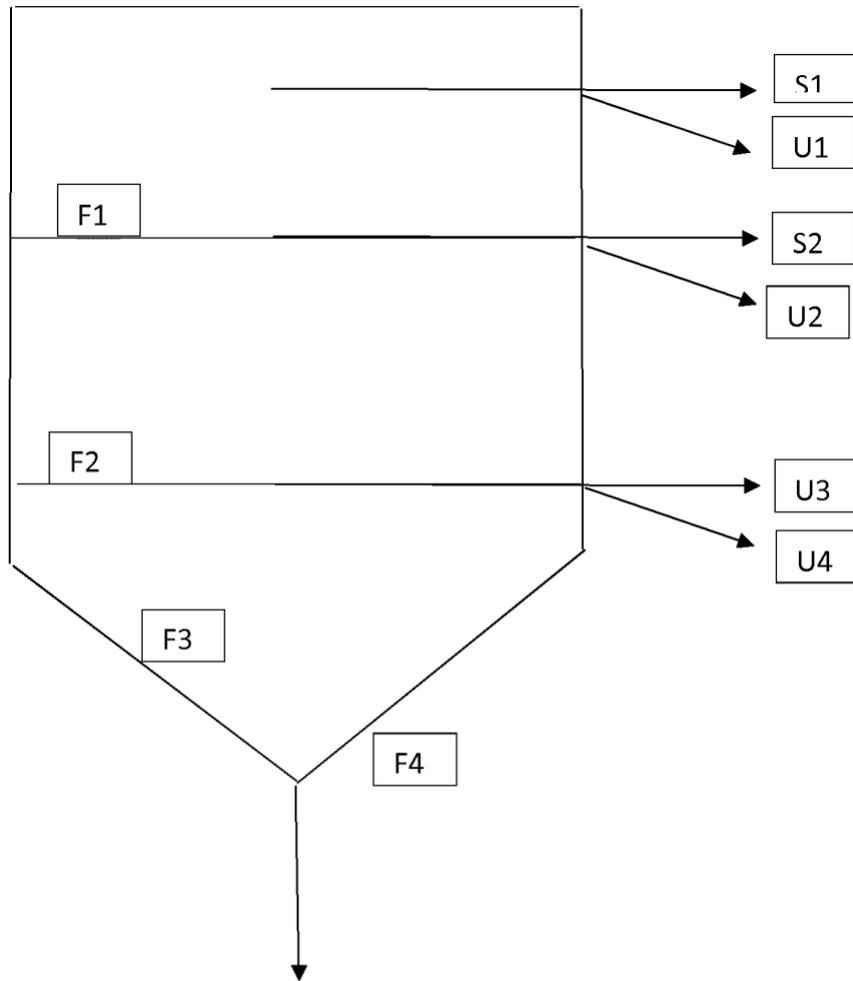


Fig. 1b

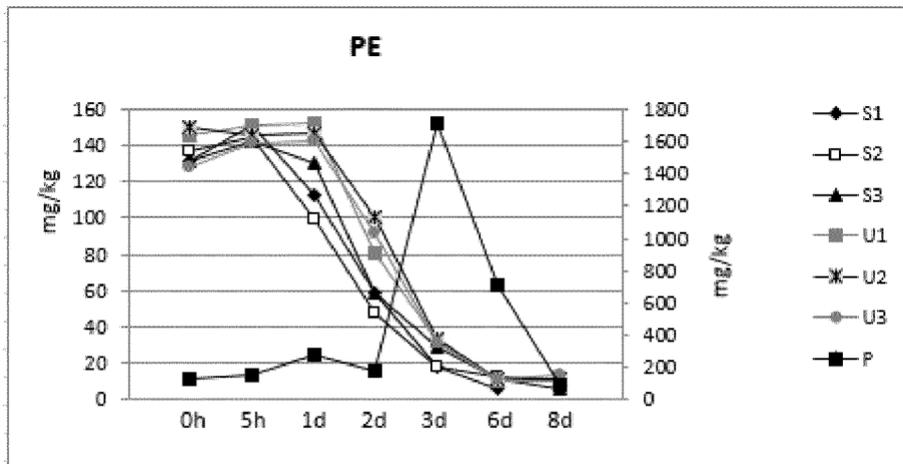


Fig. 2a

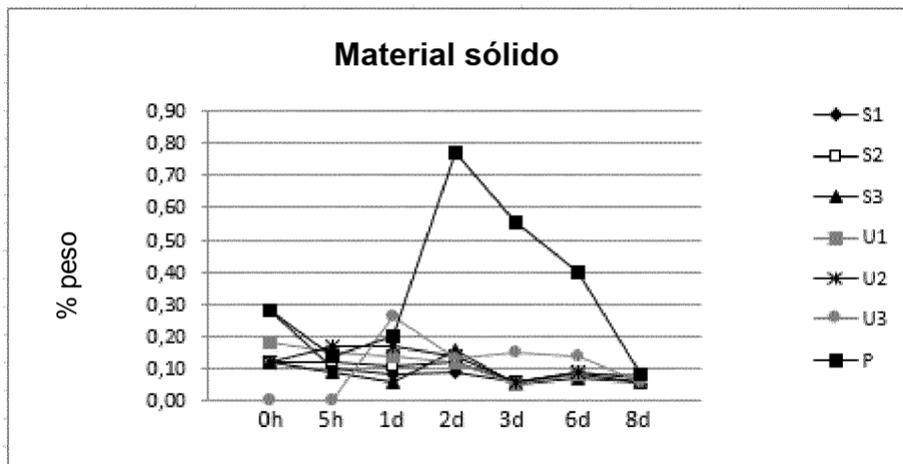


Fig. 2b

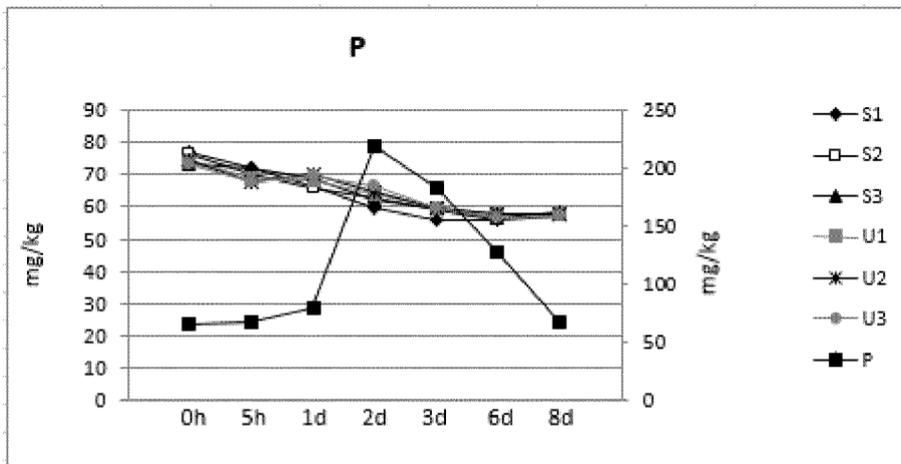


Fig. 2c

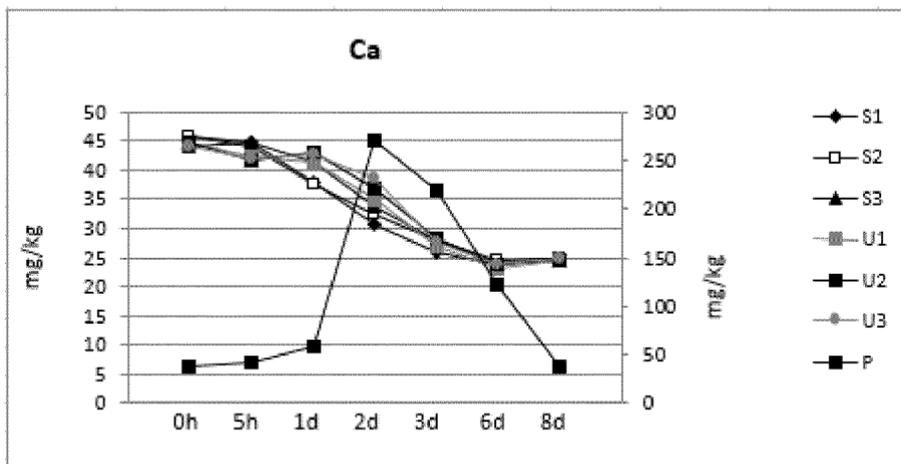


Fig. 2d

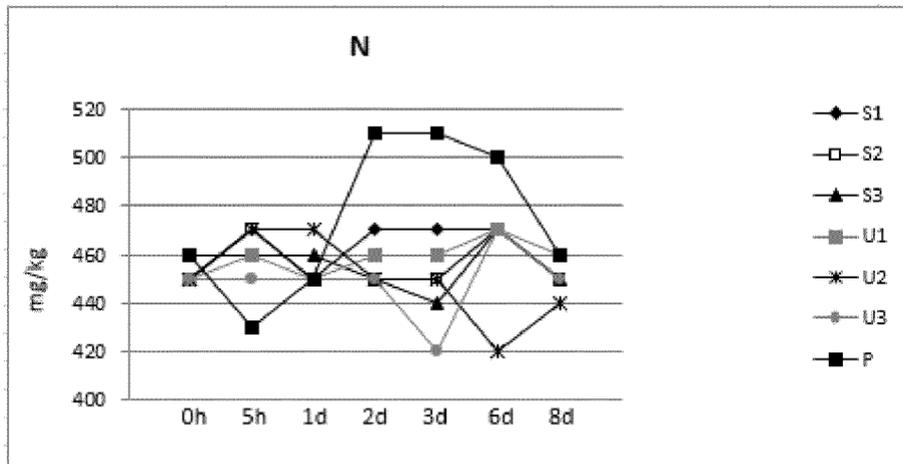


Fig. 2e

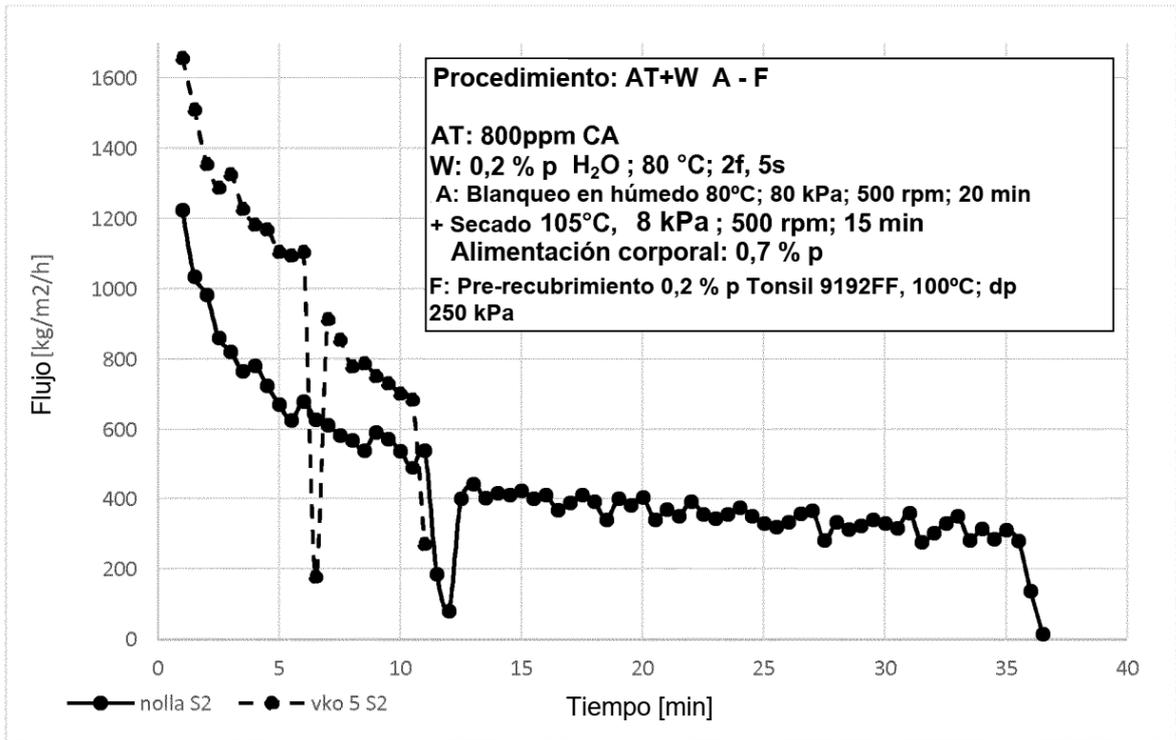


Fig. 3

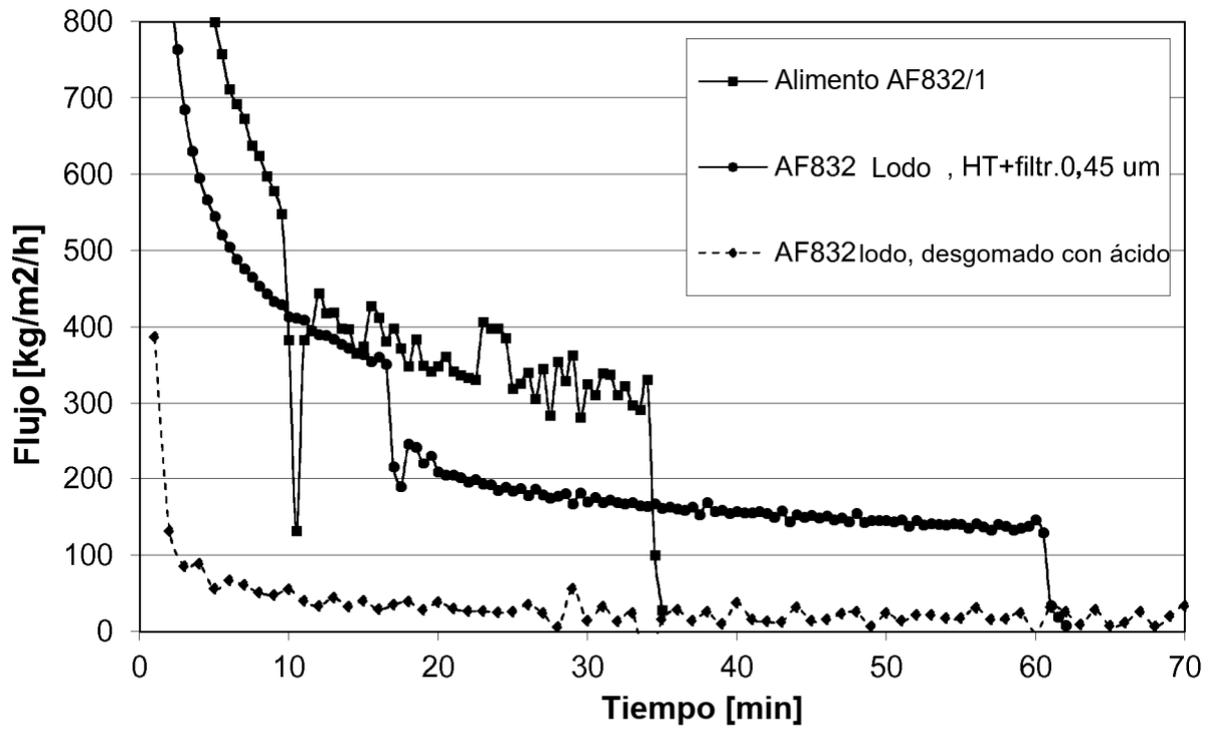


Fig. 4

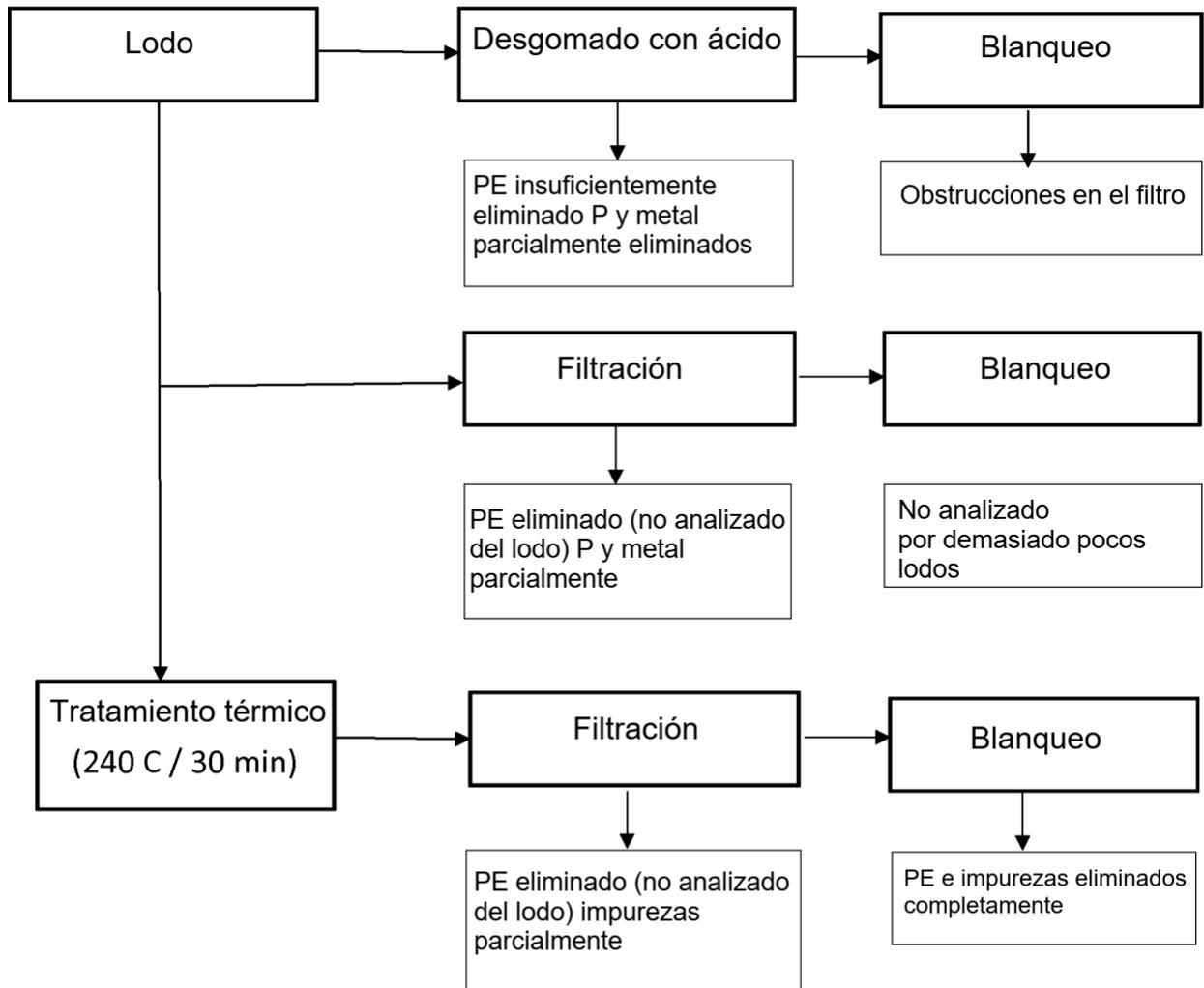


Fig. 5