



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 365 165**

51 Int. Cl.:

**C13K 1/02** (2006.01)

**C13K 1/04** (2006.01)

**C12P 7/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08773303 .6**

96 Fecha de presentación : **24.07.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2185734**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **19.05.2010**

54

Título: **Procedimiento y sistema de pretratamiento de material lignocelulósico.**

30

Prioridad: **25.07.2007 DK 2007 01087**  
**25.07.2007 DK 2007 01086**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**23.09.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**23.09.2011**

73

Titular/es: **HAARSLEV A/S**  
**Bøghensevej 85**  
**5471 Sønderso, DK**

72

Inventor/es: **Fosbol, Peder y**  
**Hansen, Palle**

74

Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 365 165 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

Procedimiento y sistema de pretratamiento de material lignocelulósico

**Técnica Anterior**

5 La invención se refiere a un procedimiento para pretratar material lignocelulósico mediante hidrólisis térmica, en particular con el fin de producir bioetanol, donde primero se mezcla el material con agua y/o líquido acuoso y luego se pasa a un reactor, donde el material empapado se somete a una temperatura elevada y alta presión hasta el punto que queda accesible para el posterior tratamiento con enzimas, después del cual el material tratado se separa en una parte líquida y una parte sólida, donde la parte líquida y la parte sólida se pueden utilizar posteriormente para la producción de bioetanol mediante enzimación y fermentación. Además la invención se refiere a un sistema para llevar a cabo el procedimiento.

10 La celulosa y la hemicelulosa, que se tratan con enzimas, se pueden descomponer mediante el presente procedimiento en azúcar C6 y C5, que se pueden utilizar posteriormente como un sustrato para microorganismos, para la producción de bioetanol.

15 A los efectos de que este material sea accesible a las enzimas, se pretrata, por ejemplo, mediante hidrólisis térmica, que es capaz de abrir la estructura del material.

20 Uno de los procedimientos conocidos de la hidrólisis térmica utiliza un reactor, en el cual se somete el material a una temperatura elevada y a alta presión. Después de un período de tiempo corto o extenso en estas condiciones, se descarga el material y está pronto para el uso. Generalmente, se somete el material a una presión en el intervalo de 6-30 bares. El tiempo de retención en el reactor generalmente es de 5 a 120 minutos, en función de la presión y la temperatura del reactor. El tratamiento en el reactor se realiza por lotes.

Por lo tanto, los procedimientos y sistemas conocidos requieren calentar el reactor y medios para agitar y transportar el material en forma de, por ejemplo, agitadores mecánicos y bombas. Esto implica altos costos para proporcionar y mantener las partes giratorias, los prensaestopas, las juntas, etc.

25 El documento WO 2007/009463 describe un sistema para la producción de bioetanol, que incluye una parte para el pretratamiento del material mediante hidrólisis térmica. En este sistema, el material del reactor se somete a una temperatura comprendida entre 170 y 230 grados C y a una presión suficientemente alta y el tiempo en el reactor, la presión y la temperatura se seleccionan de modo que una parte apropiada de la celulosa se mantenga en la fracción de fibra.

**Objeto de la invención**

30 La invención se refiere a un procedimiento para realizar la hidrólisis térmica del tipo que se mencionó anteriormente, en el cual se evitan completamente los medios de transporte mecánicos y los medios de sellado mecánico, los prensaestopas y los cojinetes.

35 Lo anterior se logra de conformidad con la invención mediante un procedimiento, en el cual se utiliza vapor exclusivamente para calentar, agitar y transportar el material a través de las etapas del pretratamiento, donde el material se mezcla con agua o líquido acuoso, se pasa al reactor a través de una compuerta, que se puede cerrar, después de lo cual se suministra vapor a la compuerta a una presión más alta que la presión dentro del reactor, después de lo cual el material del reactor se somete a vapor, que se introduce a través de boquillas, opcionalmente en varios niveles, después de lo cual el material acabado se separa en una parte sólida y una parte líquida en un separador, y donde la parte sólida se descarga para seguirla tratando, mientras que la parte líquida opcionalmente se recoge o se recircula. Mediante la presente, la producción se realiza como en un proceso continuo, lo que proporciona una gran eficiencia.

40 En este proceso, se utiliza vapor exclusivamente para transportar, agitar y calentar. La descarga y el transporte de un elemento a otro se producen mediante las diferencias de presión entre los compartimentos de los elementos. Así, el sistema no tiene elementos mecánicos, como bombas, prensaestopas o cojinetes, y no tiene calentamiento externo. Una cantidad considerable de la energía se recupera del vapor usado mediante un economizador. El vapor se puede utilizar directamente en la compuerta mencionada para introducirlo en el reactor, como se establece en las reivindicaciones 2 y 3.

45 El procedimiento puede ser incluso más efectivo utilizando un reactor de oxidación entre el reactor y el economizador, como se establece en la reivindicación 4.

50 Además, el procedimiento se puede hacer económico y efectivo realizándose en dos etapas, si se utiliza un reactor adicional y un economizador adicional, como se establece en las reivindicaciones 5 y 6. El material, que se acaba

en el reactor final, se suministra al reactor adicional desde el economizador, donde se lo vuelve a tratar. El material de este se descarga luego en el economizador adicional, desde el cual se lo vuelve a separar en una parte sólida y una parte líquida. La parte sólida se retira para seguirla tratando en el proceso (con enzimas).

5 Además, la invención se refiere a un sistema para llevar a cabo el procedimiento con los componentes que se establecen en las reivindicaciones 7-10.

### **Dibujos**

A continuación se explicará la invención en mayor detalle en referencia a los dibujos, en los cuales

la fig. 1 muestra esquemáticamente un sistema de conformidad con la invención, en el cual ocurre el proceso en una etapa,

10 la fig. 2 muestra esquemáticamente un sistema en el cual el proceso ocurre en dos etapas.

### **Descripción de realizaciones ejemplares**

Las reivindicaciones 1 y 7 son las que mejores describen la invención.

15 En la figura 1 se muestra esquemáticamente un sistema para realizar el procedimiento en una etapa. Se agrega agua al material lignocelulósico en un recipiente 1. La mezcla 15 se transporta al reactor 3 del sistema a través de una compuerta de entrada 2. La compuerta se aísla del recipiente 1 después de recibir la mezcla 15. El líquido recirculado 21 del proceso se puede suministrar opcionalmente desde un contenedor de recolección 6 a la compuerta 2, a la cual se agrega además vapor residual 16 desde un economizador 4. Entonces, se aplica el vapor 14 desde un generador de vapor (no se muestra) a una presión que es 1-5 bares más alta que la presión en el reactor 3. Una vez obtenida la presión deseada, se inyecta el material en el reactor 3.

20 Se introduce el vapor 17 en el reactor 3 a través de boquillas dispuestas en el fondo y opcionalmente en diferentes niveles a lo largo del reactor. El reactor es vertical y el producto se mueve hacia abajo, preferentemente como flujo de pistón. El producto tratado 18, 20 se descarga del reactor 3 al economizador 4 del sistema. La presión en el economizador es al menos 1 bar más baja que la presión en el reactor, de modo que esta diferencia de presión posibilita la descarga. Dentro del economizador 4 se dispone un separador 5, en el cual se separa el líquido 21. El líquido 21 se descarga del economizador 4 hacia un contenedor de recolección 6, desde el cual se lo puede volver a utilizar opcionalmente. Luego, la parte sólida 22 se descarga del sistema para continuar su tratamiento.

25 El proceso se repite entonces con un nuevo lote de material.

La presión en el reactor 3 generalmente estará en el intervalo de los 6 - 30 bares, la temperatura generalmente está en el intervalo de los 159 - 233 grados C y el tiempo de retención entre 5 y 120 minutos.

30 La parte sólida 22 generalmente contiene un 10 - 40 % de materia seca. El porcentaje relativamente alto de material seco reduce la necesidad de energía para el secado opcional. De manera concordante, la parte líquida contiene un 2 - 8% de materia seca.

Si fuera ventajoso, se podría agregar ácido o base a la materia prima constituyente.

El oxígeno 19 se puede agregar al reactor 3 o a un contenedor de reacción separado 7.

35 En la mayoría de los casos, las partes sólidas descargadas 22 se deben enfriar a los efectos de poder seguirlas tratando en las siguientes etapas del proceso, que incluyen enzimación y fermentación. Esto se puede realizar de un modo simple mediante refrigeración al vacío enfriando las partes a una temperatura que es óptima para la siguiente etapa del proceso. Si es posible utilizar vapor a baja temperatura, se logrará además un modo muy efectivo de reutilización de la energía agregada. El vapor a baja temperatura se puede utilizar en un evaporador, en el cual se pueden concentrar por ejemplo, fluidos líquidos, que se sacan del sistema. Por ejemplo, el producto se puede sacar del refrigerador mediante una bomba positiva. El refrigerador de vacío puede tener una temperatura de funcionamiento de 50 – 80 grados C, lo cual resulta en una recuperación considerable del vapor de expansión instantánea. El refrigerador de vacío se puede utilizar hasta una temperatura de 25 grados C.

En la Figura 2 se muestra esquemáticamente el procedimiento y el sistema en un proceso en dos etapas.

45 En el proceso en dos etapas, se utiliza un reactor adicional 8, al cual se suministra el material 24 desde el economizador 4 en la primera etapa. Se pueden retirar partes líquidas del sistema entre los dos reactores 3, 8, mediante lo cual se reduce el contenido de sales e inhibidores.

Se aplica vapor 23 al economizador 4 a una presión que es 1-5 bares más alta que la presión en el reactor adicional

(reactor 8), después de lo cual se inyecta el material dentro del reactor 8 únicamente por la diferencia de presión. Se introduce el vapor 26 en el reactor 8 a través de boquillas dispuestas en el fondo y opcionalmente en diferentes niveles. El producto se inyecta en un economizador adicional 9 del mismo modo que en la primera etapa, en la cual la presión es al menos 1 bar más baja que en el reactor 8. Además el economizador 9 tiene un separador 10 para separar la parte sólida de la parte líquida.

La presión en el reactor 3 generalmente estará en el intervalo de 6 – 20 bares, mientras que la presión en el reactor 8 generalmente se mantiene entre 6-30 bares. La presión en el reactor 8 generalmente será de 1 - 20 bares más alta que la presión en el reactor 3.

La presión en el economizador 4 es al menos 1 bar más baja que la presión en el reactor 3. Hay un separador 5, 10, en el cual se separa el líquido, se incluye internamente en el economizador 4, 9. El líquido 28, 33 se descarga desde el economizador 4 y 9 al contenedor 11 y 12. El vapor 23 se aplica a una presión que es de 1 - 5 bares más alta que la presión en el reactor 8. Una vez alcanzada la presión deseada en el economizador 4, el producto 24 se inyecta dentro del reactor 8, mientras que el vapor residual 34, si lo hubiera, se suministra al economizador 9.

En la mayoría de los casos, las fases sólidas descargadas se deben enfriar a los efectos de poder seguir las tratando en las siguientes etapas del proceso, que incluyen enzimación y fermentación. Esto se puede realizar de un modo simple mediante un refrigerador por vacío 13 que enfría las partes a una temperatura que es óptima para la siguiente etapa del proceso. Si es posible utilizar vapor de baja temperatura, se logrará además un modo muy efectivo de reutilización de la energía agregada. El vapor a baja temperatura se puede utilizar en un evaporador, en el cual se pueden concentrar por ejemplo, fluidos líquidos, que se sacan del sistema. Por ejemplo, el producto 27 se puede retirar del refrigerador 13 como un sólido 35 mediante una bomba positiva. En la fig. 2 se muestra un sistema de refrigeración tal como opción para el proceso en dos etapas. El refrigerador de vacío 13 puede tener una temperatura de funcionamiento de 50 - 80 grados C, lo cual resulta en una recuperación considerable del vapor de expansión instantánea 29. El refrigerador de vacío 13 se puede utilizar ventajosamente hasta una temperatura de 25 grados C. Una solución de refrigerador de vacío de este tipo se puede establecer de igual modo en relación a un sistema de una etapa que se muestra en la fig. 1.

Si se utiliza adición de oxígeno, preferentemente tendrá lugar en el reactor 3, como se muestra en la fig.1, o en un reactor de oxidación entre el reactor 8 y el economizador 9.

Las ventajas del procedimiento y el sistema se pueden resumir de la siguiente manera:

El proceso de conformidad con la invención se lleva a cabo en un sistema en el cual la presión se establece mediante la adición directa de vapor. La presión en el sistema varía de modo que todo el transporte se establece mediante diferencias de presión, lo cual simplifica considerablemente el sistema en comparación con realizaciones tradicionales.

Por lo tanto, se evitan las superficies de calentamiento y por consiguiente los procedimientos de limpieza. La agitación se establece por inyección directa de vapor, pero de tal modo que el proceso de hidrólisis se produce hacia abajo a lo largo del reactor, a medida que el producto avanza preferentemente como flujo de pistón. De este modo se evitan los dispositivos mecánicos para agitar y transportar, y los cojinetes y prensaestopas son innecesarios.

Se puede separar y extraer líquido de los economizadores del sistema. Se puede recircular una parte mayor o menor a la materia prima constituyente. Por lo tanto, mediante esta separación se pueden separar sales e inhibidores. Cuando el sistema se construye como un proceso en dos etapas, se pueden retirar líquidos del sistema a una presión de vapor relativamente alta y relativamente baja. Además, el proceso de hidrólisis se puede regular de modo que la intensidad se pueda controlar mediante la variación en parte de la presión/temperatura en las etapas de dos reactores, y en parte del tiempo de retención en las presiones fijas.

El sistema hace posible utilizar el vapor residual y, por lo tanto, se reduce el consumo total de vapor en comparación con sistemas sin un economizador.

El sistema permite la adaptación a procesos alternativos, por ejemplo hidrólisis mediante la adición de ácido o la oxidación húmeda alcalina, todo combinado con una explosión de vapor final.

Además el sistema permite que la parte sólida, que se extrae del sistema, se enfríe de un modo simple mediante refrigeración de vacío a una temperatura que sea apropiada para la siguiente etapa del proceso.

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para pretratar material lignocelulósico mediante hidrólisis térmica en particular con el fin de producir bioetanol, donde primero se mezcla el material con agua y/o líquido acuoso y luego se pasa a un reactor, en el cual el material empapado se somete a una temperatura elevada y a alta presión hasta el punto que queda accesible para el posterior tratamiento con enzimas, después del cual el material tratado se separa en una parte líquida y una parte sólida, la parte líquida y la parte sólida se pueden utilizar posteriormente para la producción de bioetanol por enzimación y fermentación, que se caracteriza por utilizar vapor exclusivamente para calentar, agitar y transportar el material a través de las etapas del pretratamiento, donde todo el transporte se establece mediante diferencias de presión, el material (30) se mezcla con agua o líquido acuoso, se pasa al reactor (3) a través de una compuerta (2), que se puede cerrar, después de lo cual se suministra vapor (31) a la compuerta (2) a una presión más alta que la presión dentro del reactor (3), después de lo cual el material en el reactor se somete a vapor (17, 26) el cual se introduce a través de boquillas, opcionalmente en varios niveles, después de lo cual el material acabado se separa en una parte sólida (22, 29) y una parte líquida (21, 28) en un separador (5) y la parte sólida se descarga para seguirse tratando, mientras que la parte líquida se recoge opcionalmente o se recircula.
2. Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1, que se caracteriza porque la separación se lleva a cabo en un economizador (4) en el cual la presión es más baja que la presión en el reactor (3).
3. Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 1 y 2, que se caracteriza porque el vapor residual (16, 34, 36) del economizador (4, 9) pasa a la compuerta (2) y al economizador (9) después de descargar la parte sólida.
4. Un procedimiento de conformidad con las reivindicaciones 1-3, que se caracteriza porque el material pasa del reactor (3) a un reactor de oxidación (7) y desde allí al economizador (4), y porque la presión en el reactor de oxidación (7) se mantiene más baja que la presión en el reactor (3), respectivamente la presión en el economizador (4) se mantiene más baja que la presión en el reactor de oxidación (7).
5. Un procedimiento de conformidad con las reivindicaciones 1-4, que se caracteriza porque el pretratamiento se lleva a cabo en dos etapas, a medida que la parte sólida (24) del economizador (4) se transporta hasta un reactor adicional (8) y allí es tratada, después de lo cual pasa al economizador adicional (9) desde donde se descarga para seguirlo tratando, y porque la presión en el reactor adicional (8) es más baja que la presión en el economizador (4), respectivamente la presión en el economizador adicional (9) es más baja que la presión en el reactor adicional (8), de modo que el material puede transportarse únicamente por la diferencia de presión.
6. Un procedimiento de conformidad con la reivindicación 5, que se caracteriza porque el oxígeno se agrega al reactor adicional (8) o a un reactor de oxidación entre el reactor adicional (8) y el economizador adicional (9).
7. Un sistema para llevar a cabo el procedimiento de conformidad con las reivindicaciones 1-6, que se caracteriza porque, secuencialmente, comprende medios para agregar agua y/o líquido acuoso al material (15, 30), una compuerta (2), al menos un reactor (3, 8) que puede aislarse de la compuerta (2), medios para suministrar vapor (17, 26) a alta presión y a una alta temperatura al reactor a través de boquillas, opcionalmente en varios niveles, un economizador (4, 9), un separador (5, 10) en el economizador para separar el material en una parte sólida y una parte líquida, y medios para descargar la parte sólida (27), las condiciones de presión en estos elementos disminuyen constantemente en dicha secuencia, y donde el transporte o descarga se realiza únicamente por la diferencia de presión entre los elementos individuales.
8. Un sistema de conformidad con la reivindicación 7, que se caracteriza por comprender adicionalmente un reactor (8) y un economizador (9) dispuesto secuencialmente después del economizador (4).
9. Un sistema de conformidad con la reivindicación 7 u 8, que se caracteriza por comprender adicionalmente un reactor de oxidación (7) dispuesto después del reactor (3) o del reactor adicional (8).
10. Un sistema de conformidad con la reivindicación 7, que se caracteriza por comprender adicionalmente un refrigerador de vacío (13) para enfriar el sólido (27) y recuperar así la energía en forma de vapor de expansión instantánea (29).

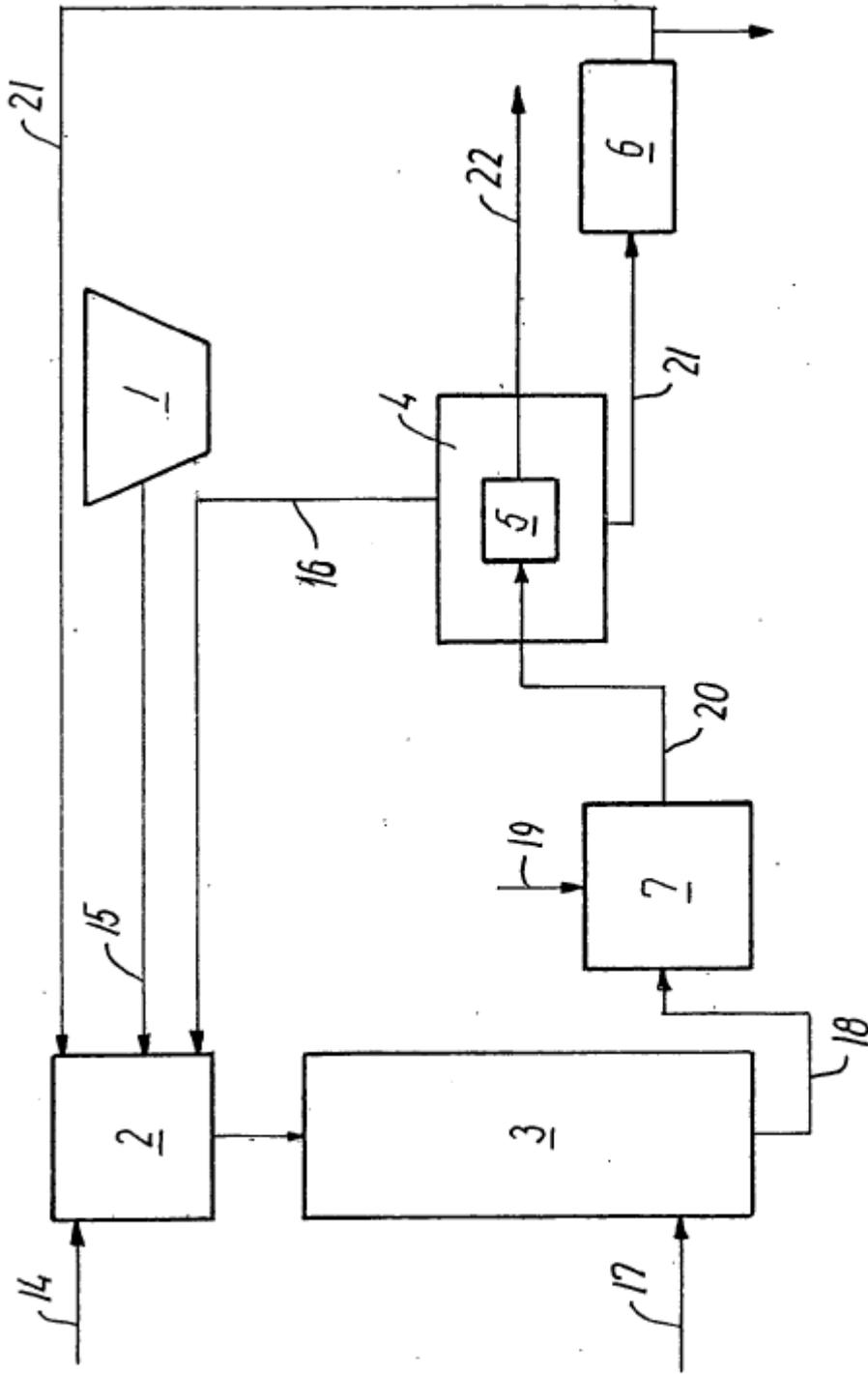


FIG.1

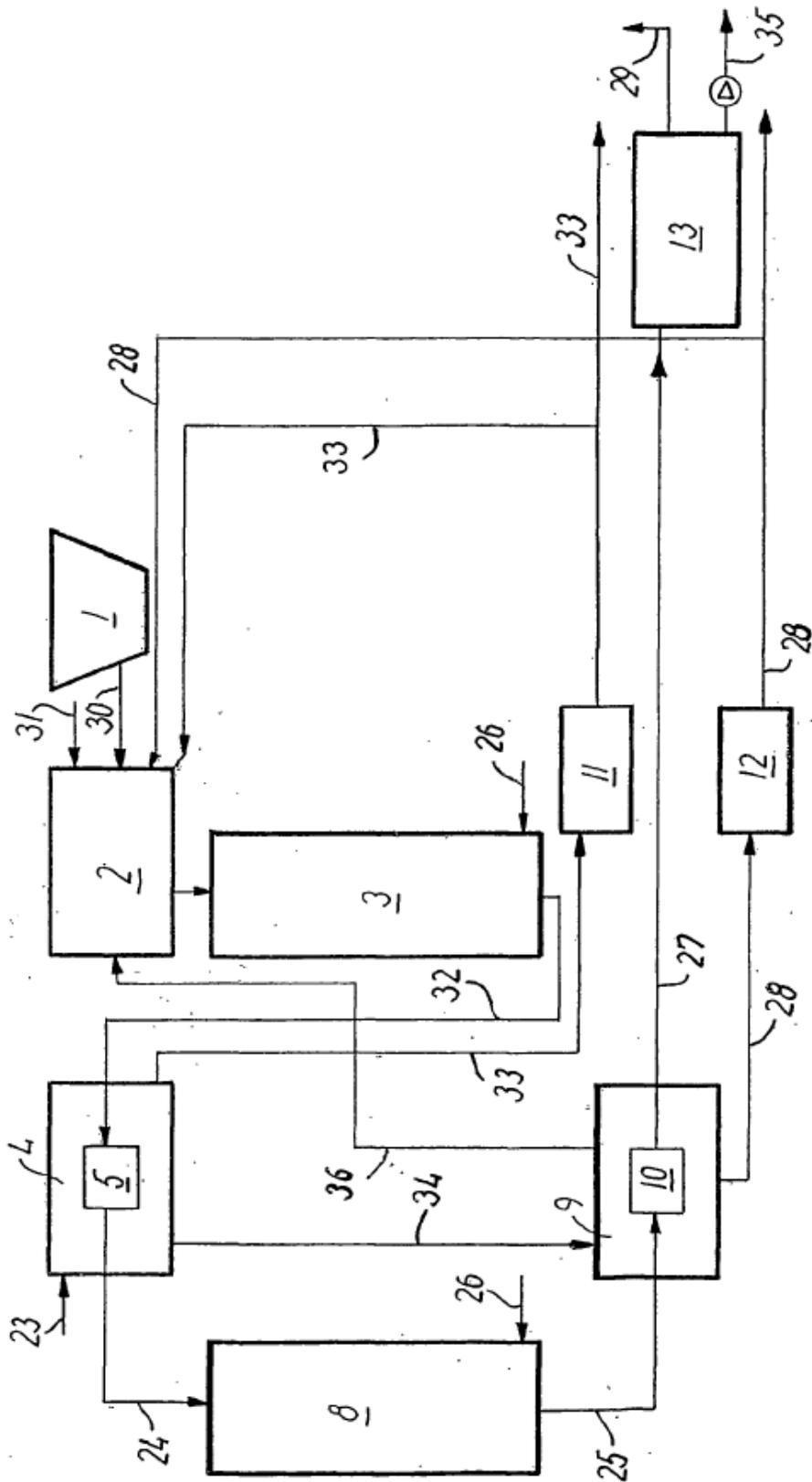


FIG. 2