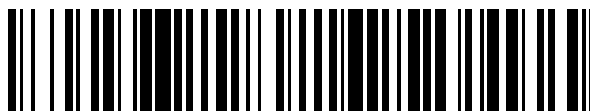


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 773 024**

51 Int. Cl.:

<b>C12P 19/00</b>	(2006.01)	<b>B01F 7/08</b>	(2006.01)
<b>B09B 3/00</b>	(2006.01)		
<b>C13K 1/02</b>	(2006.01)		
<b>C12M 1/33</b>	(2006.01)		
<b>C12M 1/00</b>	(2006.01)		
<b>B01J 19/18</b>	(2006.01)		
<b>B01F 7/00</b>	(2006.01)		
<b>B01F 13/10</b>	(2006.01)		
<b>B01F 3/06</b>	(2006.01)		
<b>B01F 7/04</b>	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.12.2014 E 18203340 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **29.01.2020 EP 3456835**

54 Título: **Reactor continuo para el tratamiento hidrotérmico de biomasa celulósica**

30 Prioridad:

**26.12.2013 JP 2013269373**  
**07.08.2014 JP 2014161541**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**09.07.2020**

73 Titular/es:

**KAWASAKI JUKOGYO KABUSHIKI KAISHA**  
**(100.0%)**  
**1-1, HIGASHIKAWASAKI-CHO 3-CHOME, CHUO-KU**  
**Kobe-shi, Hyogo 650-8670, JP**

72 Inventor/es:

**KUSUDA, HIROMASA;**  
**IZUMI, NORIAKI;**  
**TAJIRI, HIRONORI;**  
**TSUJITA, SHOJI y**  
**TSUZAWA, MASAKI**

74 Agente/Representante:

**DURAN-CORRETJER, S.L.P**

**ES 2 773 024 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**

Reactor continuo para el tratamiento hidrotérmico de biomasa celulósica

**5 Sector técnico**

La presente invención se refiere a un reactor continuo adecuado para su utilización en un aparato que produce una solución sacarificada hidrolizando biomasa celulósica en un estado supercrítico o un estado subcrítico, según la cláusula de caracterización previa de la reivindicación 1 de la Patente KR 2012 0088096 A.

10

**Estado de la técnica anterior**

Como parte de la utilización de la energía de la biomasa, se han realizado intentos de hidrolizar celulosa o hemicelulosa, que son componentes mayoritarios de las plantas, para producir una solución sacarificada y posteriormente obtener etanol a partir de la solución sacarificada mediante la fermentación alcohólica de los azúcares. El etanol obtenido de este modo se planea utilizar principalmente como combustible, para mezclarlo en un combustible de automóvil o como combustible alternativo a la gasolina.

15

En los últimos años, industrialmente, se utiliza una solución sacarificada obtenida mediante la sacarificación hidrolítica de celulosa o hemicelulosa para la fermentación ácido-láctica para producir ácido L-láctico, que posteriormente se polimeriza para producir ácido poliláctico, que es un tipo de polímero basado en biomasa. El ácido poliláctico está en el centro de atención como un plástico biodegradable.

20

Los componentes principales de las plantas incluyen celulosa (un polímero de glucosa que es un monosacárido C6 compuesto por seis átomos de carbono), hemicelulosa (un polímero de monosacáridos C5 y C6; un monosacárido C5 está compuesto de cinco átomos de carbono), lignina y almidón. El etanol se produce utilizando sacáridos como materias primas, tales como un monosacárido C5, un monosacárido C6 y un oligosacárido que es un complejo de estos sacáridos. El etanol se produce a través de la fermentación de microorganismos, tales como levaduras.

25

Para hidrolizar biomasa celulósica que contiene celulosa o hemicelulosa en sacáridos, existen los siguientes tres procedimientos posibles para su aplicación industrial: 1) un procedimiento para hidrolizar dicha biomasa utilizando el poder oxidante de un ácido fuerte, tal como el ácido sulfúrico; 2) un procedimiento para hidrolizar dicha biomasa utilizando una enzima; y 3) un procedimiento que utiliza el poder oxidante del agua supercrítica o subcrítica. Sin embargo, el procedimiento de acidólisis 1) requiere de manera indispensable un tratamiento para neutralizar el ácido añadido después de la hidrólisis de la celulosa o la hemicelulosa en sacáridos y antes de la fermentación de los sacáridos, ya que el ácido añadido actúa como un inhibidor contra las bacterias de fermentación, tales como las levaduras o las bacterias ácido-lácticas. El coste de este tratamiento hace que sea difícil poner este procedimiento en práctica, desde un punto de vista económico. Aunque el procedimiento de enzimólisis 2) se puede realizar mediante un tratamiento a una temperatura normal y presión constante, aún no se ha encontrado una enzima efectiva para el procedimiento, e incluso si se encontrara una enzima efectiva, la perspectiva para la realización a escala industrial del procedimiento aún no está clara, en términos de eficiencia de costes, ya que se espera que esta enzima genere un alto coste de producción de la misma.

30

35

40

Como ejemplos del procedimiento 3) de hidrolizar biomasa celulósica en sacáridos utilizando agua supercrítica o agua subcrítica, se dan a conocer procedimientos tales como el que se describe a continuación. La bibliografía de patentes 1 da a conocer un procedimiento para producir polisacáridos insolubles en agua, que se caracteriza por la hidrólisis de polvo de celulosa que se realiza al poner en contacto el polvo con agua caliente presurizada de 240 a 340 °C. La bibliografía de patentes 2 da a conocer un procedimiento que incluye: hidrolizar chips de biomasa durante un tiempo predeterminado con agua caliente presurizada a una presión de vapor saturada o superior de 140 a 230 °C, extrayendo de este modo la hemicelulosa; y posteriormente hidrolizar los chips de biomasa con agua caliente presurizada, calentada a una temperatura no inferior a la temperatura de hidrólisis de la celulosa, extrayendo de este modo la celulosa. La bibliografía de patentes 3 da a conocer un procedimiento para producir glucosa y/o celu-oligosacáridos solubles en agua, que se caracteriza por que la celulosa con un grado de polimerización promedio no inferior a 100 se hidroliza: poniendo la celulosa en reacción de contacto con agua supercrítica o agua subcrítica a una temperatura no inferior a 250 °C y no superior a 450 °C y a una presión no inferior a 15 MPa y no superior a 450 MPa durante un período de tiempo no inferior a 0,01 segundos y no superior a 5 segundos; enfriando posteriormente la celulosa; y posteriormente poniendo la celulosa en contacto con agua subcrítica a una temperatura no inferior a 250 °C y no superior a 350 °C y a una presión no inferior a 15 MPa y no superior a 450 MPa durante un período de tiempo no inferior a 1 segundo y no superior a 10 minutos.

45

50

55

60

La bibliografía de patentes 4 da a conocer un procedimiento para producir sacáridos, mediante el cual no solo se obtienen sacáridos obtenidos a partir de biomasa leñosa con alto rendimiento y alta eficiencia, sino que también se pueden recoger por separado sacáridos que contienen sacáridos C5 y C6 y sacáridos que contienen sacáridos C6. El procedimiento para producir sacáridos dado a conocer en la bibliografía de patentes 4 incluye: una primera etapa de calentamiento de la suspensión (S1) de la suspensión de tratamiento térmico que se prepara añadiendo agua a temperatura elevada y presión elevada a la biomasa leñosa; una primera etapa de separación (S2) para separar la

65

5 suspensión tratada térmicamente en un componente líquido y un componente sólido; una segunda etapa de calentamiento de la suspensión (S3) para añadir agua al componente sólido separado para formar la suspensión y tratar térmicamente la suspensión; una segunda etapa de separación (S4) para separar la suspensión tratada térmicamente en un componente líquido y un componente sólido; y una etapa de obtención del componente útil (S5) para eliminar el agua del componente líquido separado para obtener sacáridos. El procedimiento se caracteriza por obtener sacáridos eliminando el agua del componente líquido separado en la primera etapa de separación (S2), además de obtener sacáridos en la etapa de obtención de componentes útiles (S5).

10 La bibliografía de patentes 5 da a conocer un procedimiento para producir ácido L-láctico, procedimiento que incluye una etapa de cultivo de bacterias ácido-lácticas a partir de las cuales se produce el ácido L-láctico (pero excluyendo *Enterococcus mundtii* NITEBP-965) en un entorno (medio) que contiene, como sustrato, cualquiera seleccionado entre el grupo que comprende celobiosa, celu-oligosacáridos, xilosa, arabinosa y glucosa que se derivan de celulosa y/o hemicelulosa, obteniendo de este modo ácido L-láctico.

15 La bibliografía de patentes 6 da a conocer un equipo de tratamiento de sólidos que contiene líquido, en el que un sólido que contiene líquido descargado a través de un pasaje de tratamiento de un aparato de tratamiento se alimenta a través de una tubería a un separador sólido-líquido en el que se realiza la separación sólido-líquido. El equipo de tratamiento se caracteriza por estar configurado para suministrar parte de un líquido generado por la separación sólido-líquido en el pasaje de tratamiento del aparato de tratamiento. En el caso de hidrolizar biomasa a temperatura elevada y presión elevada para obtener de manera continua una solución sacarificada, en general, se utiliza un reactor continuo que incluye medios de transporte tales como un alimentador de tornillo. La bibliografía de patentes 6 utiliza un reactor continuo de este tipo.

20 La bibliografía de patentes 7 da a conocer un aparato de tratamiento de biomasa similar al equipo de tratamiento de la bibliografía de patentes 6. En el aparato de tratamiento de biomasa de la bibliografía de patentes 7, se pulveriza agua o una solución sacarificada en un reactor y, de este modo, se reduce la carbonización de una materia prima y el bloqueo causado por los carburos.

25 La bibliografía de patentes 8 da a conocer un procedimiento y un aparato para la sacarificación hidrolítica de biomasa celulósica. En el procedimiento y el aparato, la suspensión a temperatura elevada y presión elevada extraída de un recipiente a presión se evapora instantáneamente para evitar la hidrólisis excesiva de una solución sacarificada.

### 35 Lista de citas

#### Bibliografía de patentes

40 BPT 1: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2000-186102  
 BPT 2: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2002-59118  
 BPT 3: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2003-212888  
 BPT 4: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2010-81855  
 BPT 5: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2013-165719  
 BPT 6: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2006-68606  
 45 BPT 7: Publicación de la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública No. 2012-22  
 BPT 8: (PCT) Publicación Internacional No. WO 2008/050740

### Características de la invención

#### 50 Problema técnico

55 En el caso de hidrolizar biomasa celulósica en sacáridos, utilizando agua supercrítica o agua subcrítica, la eficiencia energética aumenta de acuerdo con un aumento en la concentración de biomasa (concentración de sólidos) de la suspensión de biomasa celulósica que se trata hidrotérmicamente, dado que aumenta la cantidad de biomasa que se puede calentar con la misma energía, de acuerdo con un aumento en la concentración de biomasa. Además, se puede reducir la carga de concentración en el momento de concentrar una solución sacarificada que se va a utilizar en una etapa de fermentación, si la concentración de biomasa es elevada, dado que la concentración de la solución sacarificada aumenta de acuerdo con un aumento en la concentración de biomasa. Por lo general, la concentración de sólidos de la suspensión de biomasa se ajusta para que quede dentro del 5 al 10 % en masa.

60 Sin embargo, si la concentración de sólidos de la suspensión de biomasa celulósica aumenta para aumentar la eficiencia energética, la fluidez de la suspensión disminuye, lo que dificulta el transporte de la suspensión mediante la utilización de tuberías. Este es un obstáculo importante para hidrolizar de manera continua la suspensión de biomasa mediante la utilización de un reactor continuo. Además, si la concentración de biomasa de la suspensión de biomasa celulósica aumenta, la conductividad térmica en un intercambiador de calor indirecto disminuye, lo cual es otro problema.

En el caso de tratar hidrotérmicamente la suspensión de biomasa de forma continua mediante la utilización de un reactor continuo, es necesario calentar suficientemente la suspensión de biomasa mediante la agitación suficiente de la suspensión con vapor a temperatura elevada, y también es necesario mover la suspensión calentada dentro del reactor como un flujo de pistón para mantener constante el tiempo de tratamiento hidrotérmico. En el caso de aumentar la concentración de la suspensión de biomasa, es necesario aumentar la intensidad de agitación en comparación con la técnica convencional. Sin embargo, si la intensidad de agitación simplemente aumenta, se perderá el flujo de pistón. Como resultado, la suspensión de biomasa que no ha reaccionado o los hidrolizados de sacáridos producidos por hidrólisis excesiva se descargan a la salida del reactor continuo. En consecuencia, la tasa de sacarificación disminuye.

En el equipo de tratamiento descrito en la bibliografía de patentes 6, una solución sacarificada se mezcla con la suspensión en la salida del reactor. Por consiguiente, se puede evitar el bloqueo a la salida del reactor. Sin embargo, el equipo de tratamiento no incluye ninguna configuración para permitir que la suspensión de biomasa de concentración elevada forme un flujo de pistón dentro del reactor. El aparato de tratamiento descrito en la bibliografía de patentes 7 tampoco incluye ninguna configuración para permitir que la suspensión de biomasa de concentración elevada forme un flujo de pistón dentro del reactor.

La suspensión de biomasa a temperatura elevada y presión elevada, después de ser sacada del reactor, debe enfriarse inmediatamente a una temperatura igual o inferior al estado subcrítico, de lo contrario los sacáridos se hidrolizarán excesivamente a ácidos orgánicos y, por lo tanto, disminuirá el rendimiento de los sacáridos. El procedimiento de sacarificación hidrolítica y el aparato de sacarificación hidrolítica descritos en la bibliografía de patentes 8 son de tipo por lotes. Sin embargo, los inventores de la presente invención han descubierto que en un caso en el que la concentración de sólidos de la suspensión de biomasa celulósica aumenta, una válvula reductora de presión dispuesta en la entrada de un tanque de evaporación instantánea tiende a obstruirse. De este modo, aumentar la concentración de sólidos de la suspensión de biomasa celulósica también provoca un problema en el caso de enfriar la suspensión a temperatura elevada y presión elevada mediante evaporación instantánea. Las publicaciones de patentes 6 y 7 no dan a conocer el enfriamiento de la suspensión a temperatura elevada y presión elevada mediante evaporación instantánea.

Un objetivo de la presente invención es dar a conocer un reactor continuo para el tratamiento hidrotérmico de una suspensión de biomasa celulósica en un estado supercrítico o un estado subcrítico. Se da a conocer, además, un procedimiento para producir una solución sacarificada, en la que la suspensión sacarificada se obtiene tratando hidrotérmicamente la suspensión de biomasa celulósica en un estado supercrítico o un estado subcrítico mediante un reactor continuo. El procedimiento, al tiempo que mantiene el mezclado uniforme de la suspensión con respecto a una sección transversal perpendicular a un eje de mezclado y mantiene un flujo de pistón en la dirección axial, reduce el riesgo de que una válvula reductora de presión se obstruya cuando la suspensión a temperatura elevada y presión elevada se evapora instantáneamente después de tratarse hidrotérmicamente. Otro objetivo de la presente invención es dar a conocer un aparato para producir una solución sacarificada, siendo el aparato adecuado para ejecutar el procedimiento de producción de la solución sacarificada.

### **Solución al problema**

Son necesarias una cierta temperatura (estado supercrítico o estado subcrítico) y humedad para una reacción de sacarificación de la suspensión de biomasa, y la reacción de sacarificación requiere un mezclado intenso de materia prima de biomasa triturada, vapor y humedad. En el caso de aumentar la concentración de sólidos de la suspensión de biomasa, es necesaria una agitación más intensa.

Con el objeto de resolver los problemas descritos anteriormente, los inventores de la presente invención realizaron estudios diligentes. Como resultado de los estudios, prestaron atención al hecho de que, en un caso en el que la suspensión de biomasa celulósica, cuya concentración de sólidos se ha ajustado a no menos del 15 % en masa y no más del 50 % en masa, se trata hidrotérmicamente en un estado supercrítico o en un estado subcrítico, parte de la biomasa se solubiliza a medida que avanza la reacción de sacarificación y, por lo tanto, disminuye la viscosidad de la suspensión. Los inventores de la presente invención también se dieron cuenta del siguiente hecho: al triturar en trozos la materia sólida contenida en la suspensión sacarificada (es decir, la materia sólida tal como un material adherido formado en el reactor continuo) cuya concentración de sólidos es mayor que en la técnica convencional, mediante un aparato de trituración, tal como una bomba de corte, se reduce el riesgo de que la válvula reductora de presión se obstruya, incluso si la suspensión sacarificada se evapora instantáneamente. Como resultado, los inventores de la presente invención llegaron a la presente invención, que es un reactor continuo para el tratamiento hidrotérmico de una suspensión de biomasa celulósica en un estado supercrítico o un estado subcrítico, según la reivindicación 1.

La parte delantera constituye de 1/4 a 1/2 del reactor continuo en un lado de entrada.

En el reactor continuo, según la presente invención, preferentemente, los tornillos biaxiales, las paletas biaxiales, las palas ovaladas biaxiales, o los amasadores biaxiales de la parte delantera, y las aletas de clavija o las aletas de placa de la parte trasera, se proporcionan en el mismo o los mismos ejes rotativos.

Preferentemente, el reactor continuo, según la presente invención, incluye dos ejes rotativos que son paralelos entre sí.

## 5 Efectos ventajosos de la invención

Según la presente invención, la suspensión de biomasa celulósica puede tratarse hidrotérmicamente de manera continua mediante el reactor continuo de manera estable, e incluso si la suspensión sacarificada se enfría rápidamente por evaporación instantánea, es menos probable que se obstruya la válvula reductora de presión. En la presente invención, se puede tratar una suspensión de biomasa celulósica cuya concentración de sólidos se ha ajustado para que no sea inferior al 15 % en masa y no superior al 50 % en masa.

## Descripción breve de los dibujos

15 La figura 1 es un diagrama esquemático que muestra un aparato productor de solución sacarificada del ejemplo comparativo 1.  
 La figura 2 es un diagrama esquemático que muestra un aparato de producción de solución sacarificada de un ejemplo de trabajo.  
 La figura 3 muestra otro ejemplo de un reactor continuo.  
 20 La figura 4 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo de un aparato de trituración.  
 La figura 5 es un diagrama esquemático que muestra un aparato productor de solución sacarificada del ejemplo comparativo 2.

## Descripción de las realizaciones

25 A continuación, se describe una realización de la presente invención con referencia a los dibujos. La presente invención no queda limitada por la realización descrita a continuación.

[Ejemplo comparativo 1/Prueba preliminar]

30 Se utilizó paja de arroz como biomasa celulósica. En primer lugar, se molió la paja de arroz con un molino para tener un diámetro promedio de 100 a 200  $\mu\text{m}$ . Se añadió agua y se mezcló con la paja de arroz molida, y de ese modo se preparó una suspensión de materia prima de biomasa con una concentración de sólidos del 7 % en masa. La suspensión de materia prima se suministró a una entrada 43 de un reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto 41 (fabricado por Kawasaki Heavy Industries, Ltd.) mediante la utilización de una bomba de presión elevada. La temperatura y la presión en el interior del reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto 41 se ajustaron a una temperatura de 180 °C y una presión de 2 MPa. La figura 1 es un diagrama esquemático que muestra un aparato productor de solución sacarificada del ejemplo comparativo 1. Aunque se proporciona un tubo de calentamiento de la suspensión 42 dentro del reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto 41, no se proporciona ningún dispositivo de agitación dentro del reactor 41. La suspensión que se había sacarificado se sacó de una salida 44 del reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto 41, y se suministró a un tanque de evaporación instantánea 8 a través de un pasaje 6 y una válvula reductora de presión 7.

45 Transcurridas 24 horas desde el inicio de la prueba, aumentó gradualmente la pérdida de presión en el reactor. Posteriormente, después de 72 horas desde el inicio de la prueba, se hizo difícil que el reactor siguiera funcionando. En ese momento, la operación se detuvo, y el reactor se abrió e inspeccionó. Se confirmó en la inspección que se había producido un bloqueo dentro del reactor debido a los depósitos. Se obtuvieron sustancialmente los mismos resultados también en un caso en el que la concentración de sólidos de la suspensión de materia prima se ajustó al 3 % en masa.

50 Sobre la base de lo anterior, se ha llegado a la conclusión de que son necesarios dentro del reactor medios de agitación (un agitador) para eliminar los depósitos, y que es necesaria una trituradora para triturar los depósitos (es decir, los materiales solidificados formados cuando la materia sólida contenida en la suspensión de materia prima se calcina) que se hayan separado del reactor en el lado de salida o en el lado corriente abajo del reactor. También se ha concluido que la configuración anterior es aún más necesaria en el caso de aumentar la concentración de sólidos de la suspensión de materia prima en comparación con la técnica convencional.

[Ejemplo de trabajo]

60 Se utilizó la misma paja de arroz que en la prueba preliminar para preparar una suspensión de materia prima cuya concentración de sólidos era del 30 % en masa. Con la utilización de la suspensión de materia prima, se produjo una solución sacarificada mediante un aparato productor de solución sacarificada que se muestra en la figura 2. La suspensión de materia prima se suministró a una entrada 2 de un reactor continuo 21. También se suministró vapor a la entrada 2 del reactor continuo 21, y se utilizó para calentar la suspensión de materia prima.

65

El reactor continuo 21 incluye en su interior dos tipos de dispositivos de agitación. Los ejes rotativos 3 de estos dispositivos de agitación son impulsados por un motor M1. Un dispositivo de agitación 4, que es un dispositivo de agitación delantero, está formado por tornillos, paletas, cuchillas ovaladas o amasadoras. Un dispositivo de agitación 22, que es un dispositivo de agitación trasero, está formado por aletas de clavija o aletas de placa. La figura 2 muestra solo un eje rotativo. Sin embargo, de hecho, se proporcionan dos ejes giratorios paralelos entre sí horizontalmente, y cada uno de los ejes giratorios está provisto del dispositivo de agitación 4 y el dispositivo de agitación 22. Es decir, tanto el dispositivo de agitación 4 como el dispositivo de agitación 22 que se muestran en la figura 2 son de tipo biaxial.

La suspensión de materia prima que se alimenta a través de la entrada 2 del reactor continuo 21 se mezcla intensamente con el vapor mediante el dispositivo de agitación delantera 4, y se mueve hacia la salida 5 (hacia la derecha en la figura 2) mientras que la suspensión de materia prima se calienta a una temperatura predeterminada y se presuriza. Una vez que la suspensión de materia prima se ha convertido en una suspensión de temperatura elevada y presión elevada, a la vez que la suspensión de materia prima se mueve hacia la parte trasera del reactor continuo 21, parte de la celulosa o hemicelulosa contenidas en la suspensión se hidroliza en sacáridos, y la viscosidad de la suspensión disminuye (es decir, la suspensión sacarificada). Si se intenta transportar la suspensión sacarificada a la salida 5 mediante el dispositivo de agitación 4, la suspensión sacarificada cerca del dispositivo de agitación 4 se desplaza hacia la salida 5, pero la suspensión sacarificada cerca de la pared interior del reactor continuo 21, es decir, la suspensión sacarificada distante del dispositivo de agitación 4, se desplaza hacia atrás. En consecuencia, se perderá el flujo de pistón de la suspensión sacarificada.

Cuando el flujo del pistón se pierde de este modo, el tiempo de tratamiento hidrotérmico de la suspensión sacarificada cerca del dispositivo de agitación 4 se vuelve más corto que un tiempo predeterminado, y la hidrólisis de la celulosa o hemicelulosa en sacáridos resulta insuficiente. Por otra parte, el tiempo de tratamiento hidrotérmico de la suspensión sacarificada cerca de la pared interna del recipiente de reacción se hace más largo que el tiempo predeterminado, y los sacáridos obtenidos a partir de la hidrólisis de la celulosa o la hemicelulosa se hidrolizan excesivamente en hidrolizados, tales como ácidos orgánicos.

Por consiguiente, el reactor continuo 21 está provisto con las aletas de clavija o aletas de placa que sirven como el dispositivo de agitación posterior 22. En el caso en el que las aletas de clavija o aletas de placa sirvan como el dispositivo de agitación posterior 22, la fuerza de propulsión del material agitado es menor que en el caso de que tornillos, paletas, cuchillas ovaladas o amasadores sirvan como el dispositivo de agitación posterior 22. Por lo tanto, en este caso, incluso si la velocidad de rotación de los ejes rotativos aumenta con el motor M1 para mezclar intensamente la suspensión de materia prima y el vapor mediante el dispositivo de agitación delantera 4, es menos probable que se pierda el flujo de pistón de la suspensión sacarificada. Como resultado, se pueden obtener las siguientes ventajas: se puede controlar fácilmente el tiempo de tratamiento hidrotérmico de la suspensión sacarificada transportada a través de la parte trasera del reactor continuo 21; y se puede mejorar el rendimiento de sacarificación. Preferentemente, la velocidad periférica del dispositivo de agitación trasero 22 se ajusta a 0,5 m/s o más.

La suspensión sacarificada a temperatura elevada y presión elevada que se saca de la salida 5 del reactor continuo 21 a menudo contiene depósitos que se han desprendido del reactor. Además, cuanto mayor sea la concentración de sólidos de la suspensión de materia prima, mayor será la concentración de sólidos y la viscosidad de la suspensión sacarificada. Por consiguiente, si se intenta suministrar directamente la suspensión sacarificada al tanque de evaporación instantánea 8 y evaporar instantáneamente la suspensión sacarificada, la válvula reductora de presión 7 (generalmente una válvula de ángulo) tiende a obstruirse con los depósitos y/o la materia sólida. Por lo tanto, en la presente invención, preferentemente, parte de una solución sacarificada que se obtiene a partir de la separación sólido-líquido de la suspensión sacarificada en una etapa posterior se mezcla con la suspensión sacarificada para diluir la suspensión sacarificada para una mayor reducción de su viscosidad, y posteriormente la materia sólida contenida en la suspensión sacarificada diluida se tritura en pedazos utilizando un aparato de trituración 23.

La figura 3 muestra otro ejemplo de la estructura del reactor continuo. En el caso de aumentar la capacidad requerida del reactor continuo, es preferente adoptar una estructura en la que se proporcionen por separado una parte delantera 51 y una parte trasera 55. En la figura 3, cada una de la parte delantera 51, que incluye el dispositivo de agitación 4, y la parte trasera 55, que incluye el dispositivo de agitación 22, es una carcasa independiente, y estas partes delantera y trasera 51 y 55 forman un reactor continuo 56. Los ejes rotativos 3 del dispositivo de agitación 4 se accionan mediante un motor M1a, y el eje/ejes rotativos 57 del dispositivo de agitación 22 se accionan mediante un motor M1b.

Las funciones de la parte delantera 51 y la parte trasera 55 son las mismas que las de la parte delantera y la parte trasera del reactor continuo 21 que se muestran en la figura 2. La suspensión de materia prima alimentada a través de la entrada 2 de la parte delantera 51 se mezcla intensamente con vapor mediante el dispositivo de agitación 4, y se desplaza a una salida 52 mientras que la suspensión de materia prima se calienta a una temperatura predeterminada y se presuriza. La suspensión de materia prima que se ha convertido en una suspensión de temperatura elevada y

presión elevada se suministra a una entrada 54 de la parte trasera 55 a través de un pasaje de transferencia 53. El pasaje de transferencia 53 es una línea cerrada.

5 En el reactor continuo 56, es preferente que el volumen interno de la parte trasera 55 sea mayor que el volumen interno de la parte delantera 51. El dispositivo de agitación 22 de la parte trasera 55 puede ser de tipo biaxial o monoaxial.

10 La figura 4 es un diagrama esquemático que muestra un ejemplo del aparato de trituración 23. El aparato de trituración 23 incluye una cámara de mezclado 31, una cuchilla de trituración 25 y un tamiz 24. La cámara de mezclado 31 incluye un dispositivo de agitación 32. Un eje rotativo 33 del dispositivo de agitación 32 se acciona mediante un motor M2. La cuchilla trituradora 25 también está conectada al eje rotativo 33. La tubería de suministro de la suspensión sacarificada 28 está conectada a una entrada de la suspensión sacarificada 34, y la suspensión sacarificada que se saca de la salida 5 del reactor continuo 21 se suministra a la entrada de la suspensión sacarificada 34. La tubería de suministro de solución sacarificada 27 está conectada a una entrada de la solución sacarificada 35, y parte de una solución sacarificada que se obtiene a partir de un separador sólido-líquido, descrito a continuación, se suministra a la entrada de solución sacarificada 35. La entrada de la suspensión sacarificada 34 y la entrada de la solución sacarificada 35 pueden integrarse juntas.

20 La suspensión sacarificada y la solución sacarificada suministradas a la cámara de mezclado 31 se agitan conjuntamente mediante el dispositivo de agitación 32 y, de este modo, se diluye la suspensión sacarificada. Preferentemente, el dispositivo de agitación 32 es un tornillo o paletas. La suspensión diluida sacarificada circula entre la cámara de mezclado 31 y el tamiz 24 mientras su material sólido se tritura por la cuchilla de trituración 25. Preferentemente, la cuchilla de trituración 25 tiene forma de cortador o tiene una forma similar a la de un molino de piedra. Al establecer el espacio entre la cuchilla de trituración 25 y el tamiz 24 para que esté en el intervalo de 0,05 a 0,5 mm, se puede permitir que el tamiz 24 doble como una cuchilla fija.

25 La suspensión diluida sacarificada cuya materia sólida ha sido suficientemente triturada para que la suspensión pueda pasar a través del tamiz 24, se saca de una salida 36 a un pasaje 26. El tamiz 24 está fabricado de un metal, tal como acero inoxidable, y el diámetro de cada abertura del tamiz de malla es, preferentemente, de 1 a 5 mm.

30 La suspensión sacarificada diluida extraída al pasaje 26 se suministra al tanque de evaporación instantánea 8 a través de la válvula reductora de presión 7. En el mismo, la suspensión sacarificada diluida se evapora instantáneamente en el tanque de evaporación instantánea y se enfría rápidamente a una temperatura a la que no se produce una hidrólisis excesiva de sacáridos. En la presente invención, preferentemente, la suspensión sacarificada que se evapora instantáneamente se diluye con la solución sacarificada para que la concentración de sacárido de la suspensión sacarificada no se reduzca, y la materia sólida contenida en la suspensión sacarificada sea triturada por el aparato de trituración 23. Al diluir la suspensión sacarificada mediante la solución sacarificada, incluso si la concentración de sólidos de la suspensión de materia prima es mayor que en la técnica convencional, es menos probable que la válvula reductora de presión 7 se obstruya con la materia sólida.

40 El vapor del evaporador instantáneo se lleva a un pasaje de evaporación instantánea 9 y su calor se recupera según sea necesario. La suspensión sacarificada que se ha enfriado se saca a un pasaje 10 y se suministra a un separador sólido-líquido 11 a través del pasaje 10. Entre los ejemplos del separador de sólidos y líquidos 11 se incluyen un decantador, un filtro de tambor, un filtro de banda, un filtro de disco y una prensa de filtro. La solución sacarificada resultante se suministra a un concentrador, tal como un dispositivo de membrana de ósmosis inversa o un dispositivo de destilación, según sea necesario. Después de que el concentrador aumente la concentración de sacáridos, la solución sacarificada se suministra a un aparato de fermentación en el que se realiza una etapa de fermentación, tal como la fermentación alcohólica o la fermentación ácido-láctica.

50 En el mismo, parte de la solución sacarificada que se saca del separador sólido-líquido 11 se suministra, tal como se ha mencionado anteriormente, a la entrada de solución sacarificada 35 del aparato de trituración 23 a través de la tubería de suministro de solución sacarificada 27. Dado que la solución sacarificada se utiliza como diluyente para la suspensión sacarificada, incluso cuando la suspensión sacarificada se diluye, la concentración de sacáridos de la misma no se reduce, y se puede suprimir el aumento de la carga en el concentrador (en la etapa de concentración).  
55 Al comienzo de la operación, no hay ninguna solución sacarificada que pueda utilizarse para diluir la suspensión sacarificada. En este caso, preferentemente, no se utiliza como diluyente agua, sino una solución acuosa de sacáridos adecuada para utilizar en la etapa de fermentación.

60 La suspensión de materia prima que se había preparado y vapor (200 °C, 1,45 MPa) se suministraron (una cantidad de suministro de 235 kg/hora) al reactor continuo (con un volumen total de 200 l y un volumen efectivo de 90 l) y el interior del reactor se mantuvo a 165 °C y 0,9 MPa. El dispositivo de agitación delantera del reactor continuo estaba formado por 46 paletas, y el dispositivo de agitación trasero estaba formado por 80 aletas de clavija. La velocidad periférica de cada dispositivo de agitación fue de 0,7 m/s. La concentración de sólidos de la suspensión de materia prima después de mezclarse con el vapor de vapor se ajustó al 25 % en masa. En estas condiciones, se mantuvieron estables el mezclado uniforme de la suspensión de materia prima (suspensión sacarificada) con respecto a una sección transversal perpendicular a un eje de mezclado y un flujo de pistón en la dirección axial

durante 24 horas o más sin pulverizar agua o solución sacarificada en el reactor continuo, y no se observó carbonización de la suspensión de materia prima ni bloqueo debido a los carburos. La tasa de sacarificación fue del 70 % del valor planificado.

5 La suspensión sacarificada que se había extraído del reactor continuo se suministró (una cantidad de suministro de 1.175 kg/hora) al aparato de trituración, que incluía: la cámara de mezclado con un volumen de 3 l; una hélice que servía como cuchilla de trituración, la hélice incluía cuatro cuchillas; paletas que servían como dispositivo de agitación; y el tamiz con una malla de diámetro de apertura de 3 mm. La suspensión sacarificada se mezcló con la solución sacarificada cuya cantidad era cinco veces mayor que la cantidad de la suspensión sacarificada. La velocidad de rotación del motor M2 se ajustó a 100 rpm. La suspensión sacarificada diluida que se había retirado del aparato de trituración se suministró al tanque de evaporación instantánea que tenía un volumen interno de 1,8 m<sup>3</sup> a través de la válvula reductora de presión (válvula de ángulo, conexión de tubería 25A) y se evaporó mediante evaporación instantánea. En estas condiciones, no se observó ningún bloqueo de la válvula reductora de presión, incluso después de transcurridas 24 horas.

15 [Ejemplo comparativo 2]

Un reactor continuo 1 de un aparato para producir solución sacarificada, que se muestra en la figura 5, es un reactor ordinario que incluye tornillos biaxiales como dispositivo de agitación 4, y los ejes rotativos 3 del reactor continuo 1 son impulsados por un motor M. Las dimensiones del reactor continuo 1 son las mismas que las del reactor continuo 21 utilizado en el ejemplo de trabajo.

Se realizó una prueba con trazador, en la que se suministró un líquido de simulación que simulaba la suspensión de materia prima y un líquido de tinción, y se mezclaron juntos en el reactor continuo 1 a una temperatura normal sin suministro de vapor. Se confirmó en la prueba que, debido al dispositivo de agitación 4, el reactor estaba en el estado de tanque de mezclado completo, y que se perdió el flujo del pistón.

[Ejemplo comparativo 3]

30 La operación se realizó de la misma manera que en el ejemplo de trabajo, excepto por que no se utilizó el aparato de trituración 23 y no se diluyó la suspensión sacarificada con la solución sacarificada. Se alimentó glucosa de forma intermitente durante la operación constante y se realizó un análisis de flujo del interior del reactor continuo 21. Como resultado, se mantuvo un flujo de pistón correspondiente a cuatro tanques, en términos del modelo completo de filas de mezcla, y la tasa de sacarificación alcanzó el 70 % del valor planificado.

35 Sin embargo, en el caso de una operación continua durante 24 horas o más, la válvula reductora de presión 7 se obstruyó con frecuencia, causando serios problemas para la utilización práctica.

#### 40 **Aplicabilidad industrial**

El procedimiento y el aparato dados a conocer para producir una solución sacarificada utilizando biomasa como materia prima, y el reactor continuo, según la presente invención, son útiles en los sectores de la bioenergía y los productos bioquímicos como un procedimiento y un aparato para producir una solución sacarificada mediante la hidrólisis de biomasa celulósica.

#### 45 **Lista de símbolos de referencia**

- 1, 21: reactor continuo
- 2: entrada del reactor continuo (puerto de alimentación)
- 50 3, 33: eje giratorio
- 4: dispositivo de agitación (tornillo)
- 5: salida del reactor continuo (puerto de salida)
- 6, 10, 26: pasaje
- 7: válvula reductora de presión
- 55 8: tanque de evaporación instantánea
- 9: pasaje de evaporación instantánea
- 11: separador sólido-líquido
- 22: dispositivo de agitación (aleta de clavija)
- 23: aparato de trituración
- 60 24: tamiz
- 25: cuchilla de trituración
- 27: tubería de suministro de solución sacarificada
- 28: tubería de suministro de suspensión sacarificada
- 31: cámara de mezclado
- 65 32: dispositivo de agitación
- 34: entrada de suspensión sacarificada



## ES 2 773 024 T3

- 35: entrada de solución sacarificada
- 36: salida del aparato de trituración
- 37: elemento de soporte del eje rotativo
- 41: reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto
- 5 42: tubo de calentamiento de la suspensión de materia prima
- 43: entrada del reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto (puerto de alimentación)
- 44: salida del reactor tubular con carcasa de calentamiento indirecto (puerto de salida)
- 45: entrada de vapor
- 46: salida de agua de condensación
- 10 51: parte delantera
- 52: salida de la parte delantera
- 53: pasaje de transferencia
- 54: entrada de la parte trasera
- 55: parte trasera
- 15 56: reactor continuo
- 57: eje giratorio
- M, M1, M1a, M1b, M2: motor

**REIVINDICACIONES**

1. Reactor continuo (56) para el tratamiento hidrotérmico de una suspensión de biomasa celulósica en un estado supercrítico o un estado subcrítico, comprendiendo el reactor continuo:

5 una parte delantera (51) que incluye tornillos biaxiales, paletas biaxiales, cuchillas ovaladas biaxiales, o amasadores biaxiales, siendo adecuada la parte delantera para mezclar la suspensión de biomasa celulósica y vapor; y una parte trasera (55) que incluye aletas de clavija o aletas de placa, siendo adecuada la parte trasera para mover la suspensión mezclada con el vapor hacia una salida como un flujo de pistón en dirección axial, mientras la

10 suspensión se mezcla uniformemente con respecto a una sección transversal perpendicular a un eje de mezclado, **caracterizado por que**

los tornillos biaxiales, las paletas biaxiales, las cuchillas ovaladas biaxiales, o los amasadores biaxiales de la parte delantera, y las aletas de clavija o las aletas de placa de la parte trasera, se proporcionan en el mismo o los mismos ejes de rotación, y

15 la parte delantera constituye de 1/4 a 1/2 del reactor continuo en un lado de entrada del mismo.

2. Reactor continuo (56), según la reivindicación 1, que comprende dos ejes de rotación (3, 57) que son paralelos entre sí.

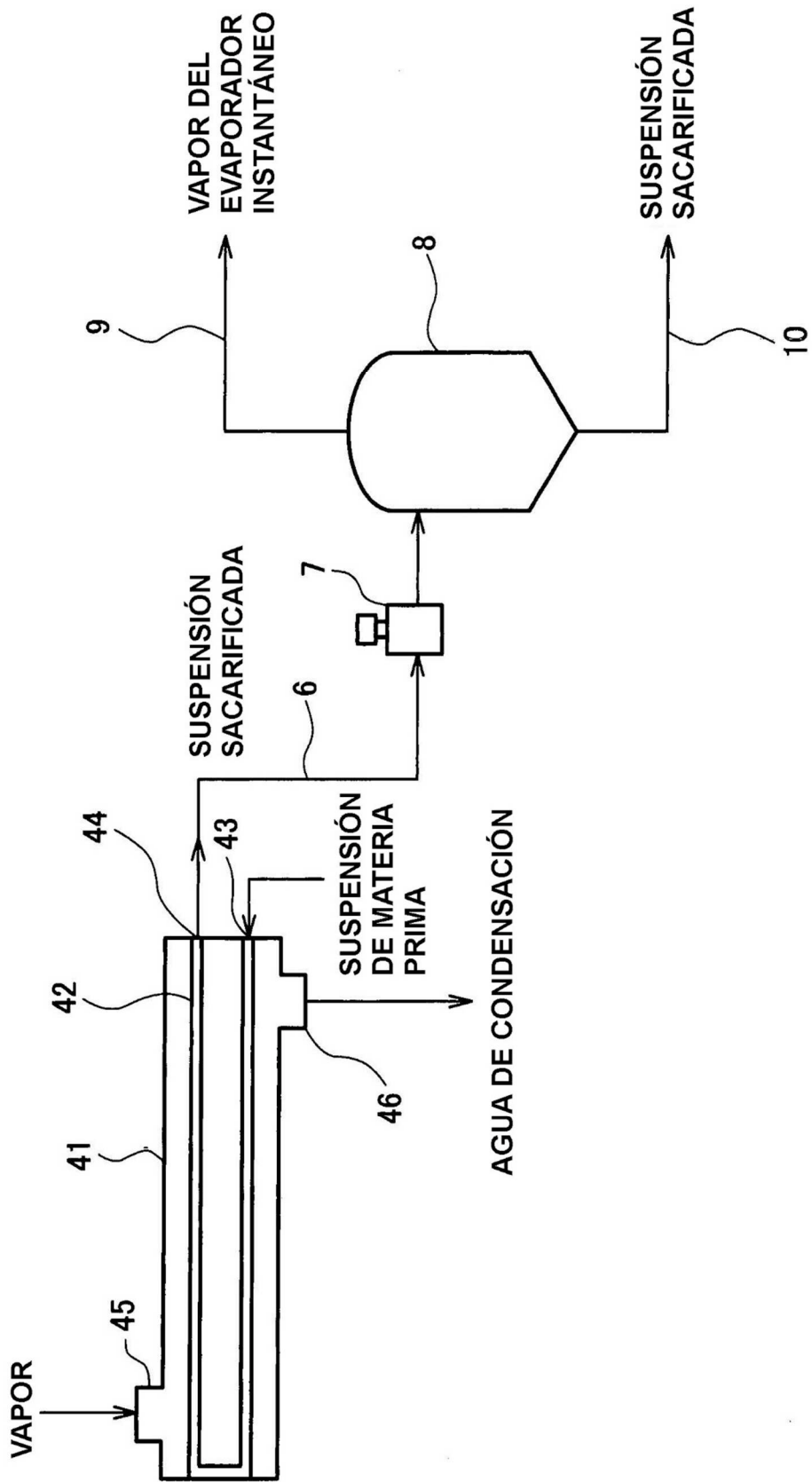
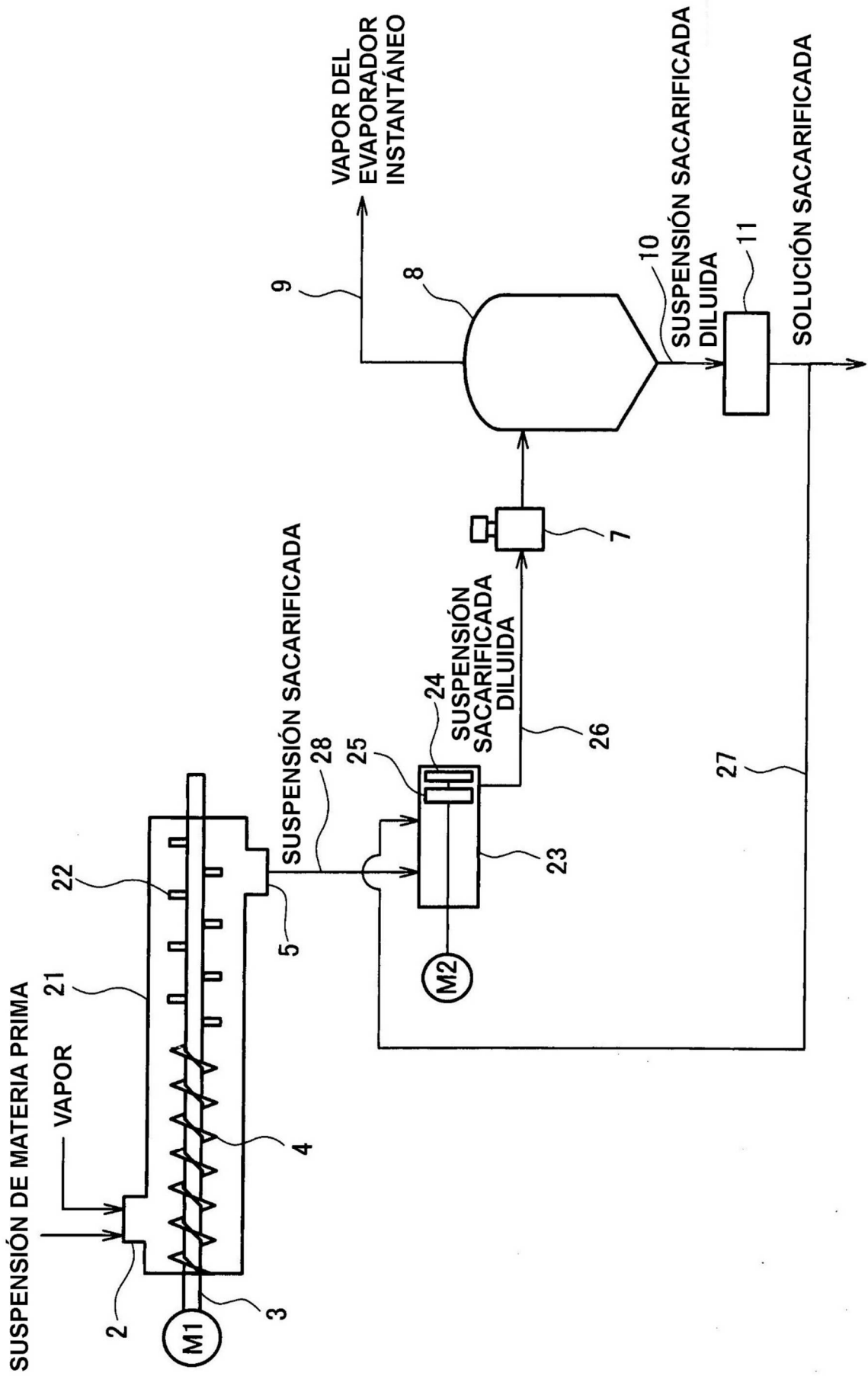


Fig. 1



A LA ETAPA DE FERMENTACIÓN

Fig. 2

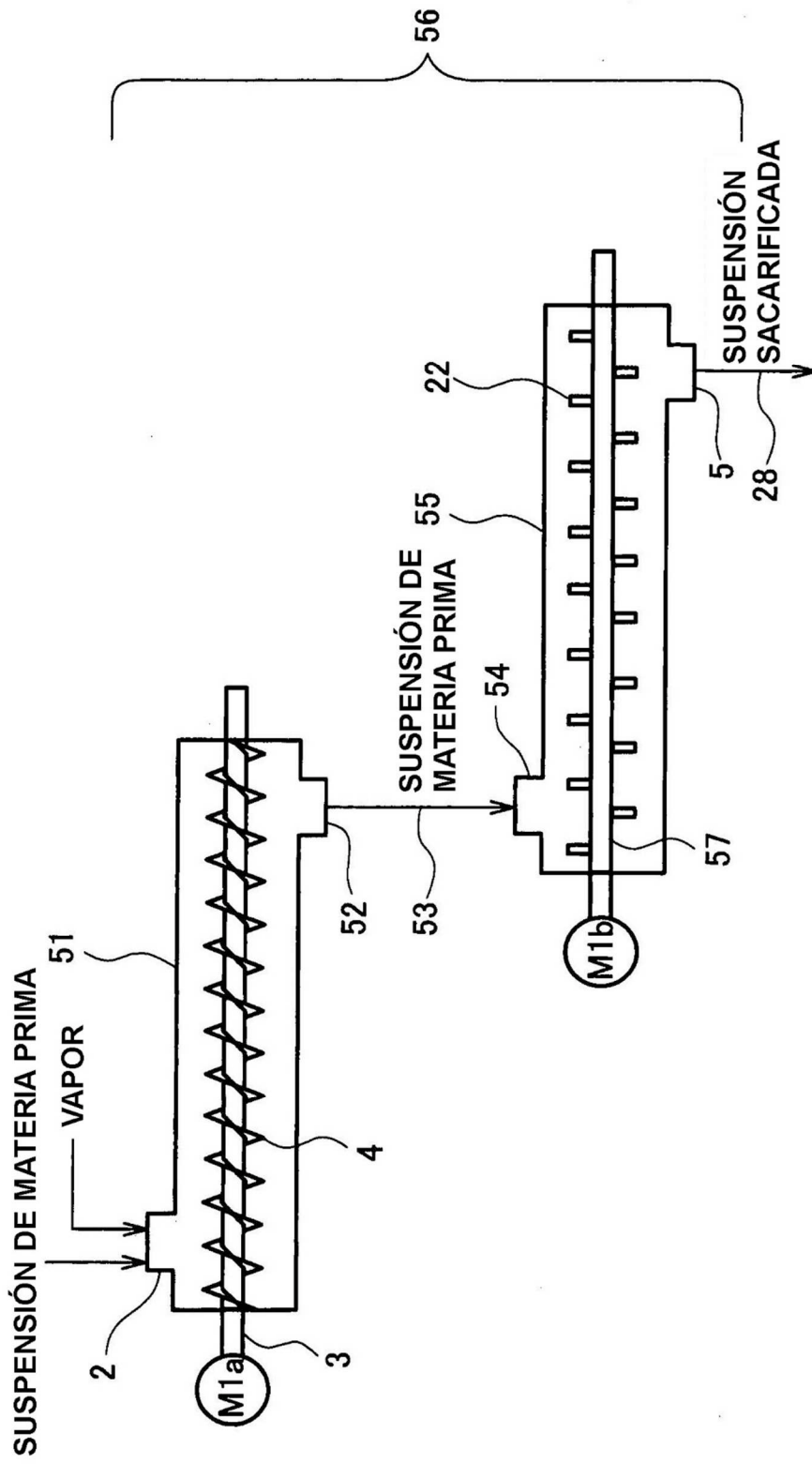


Fig. 3

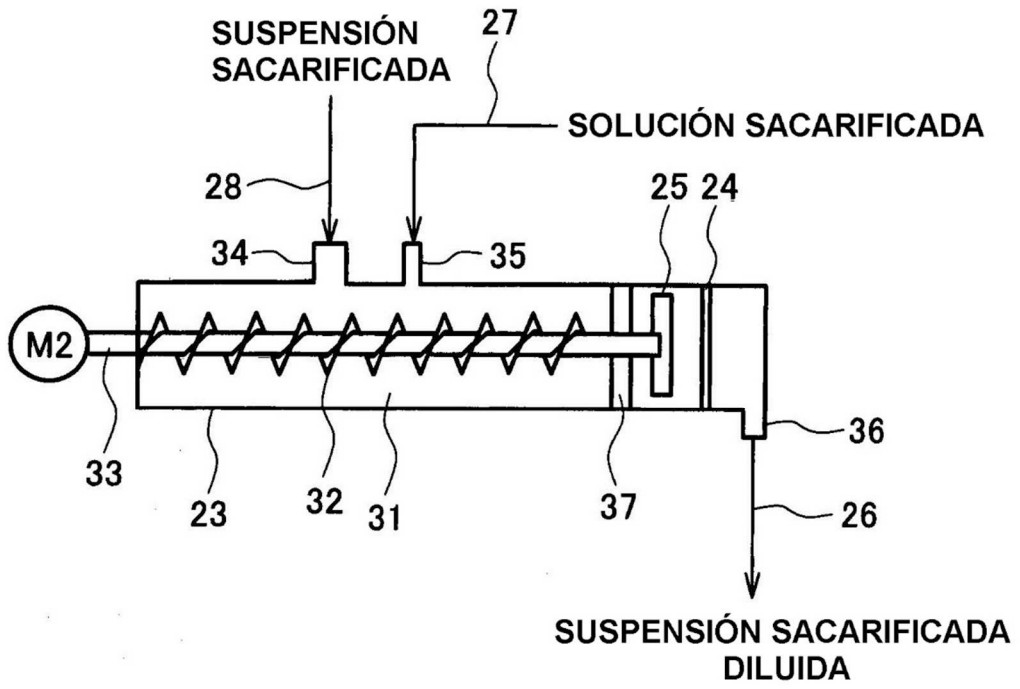


Fig. 4

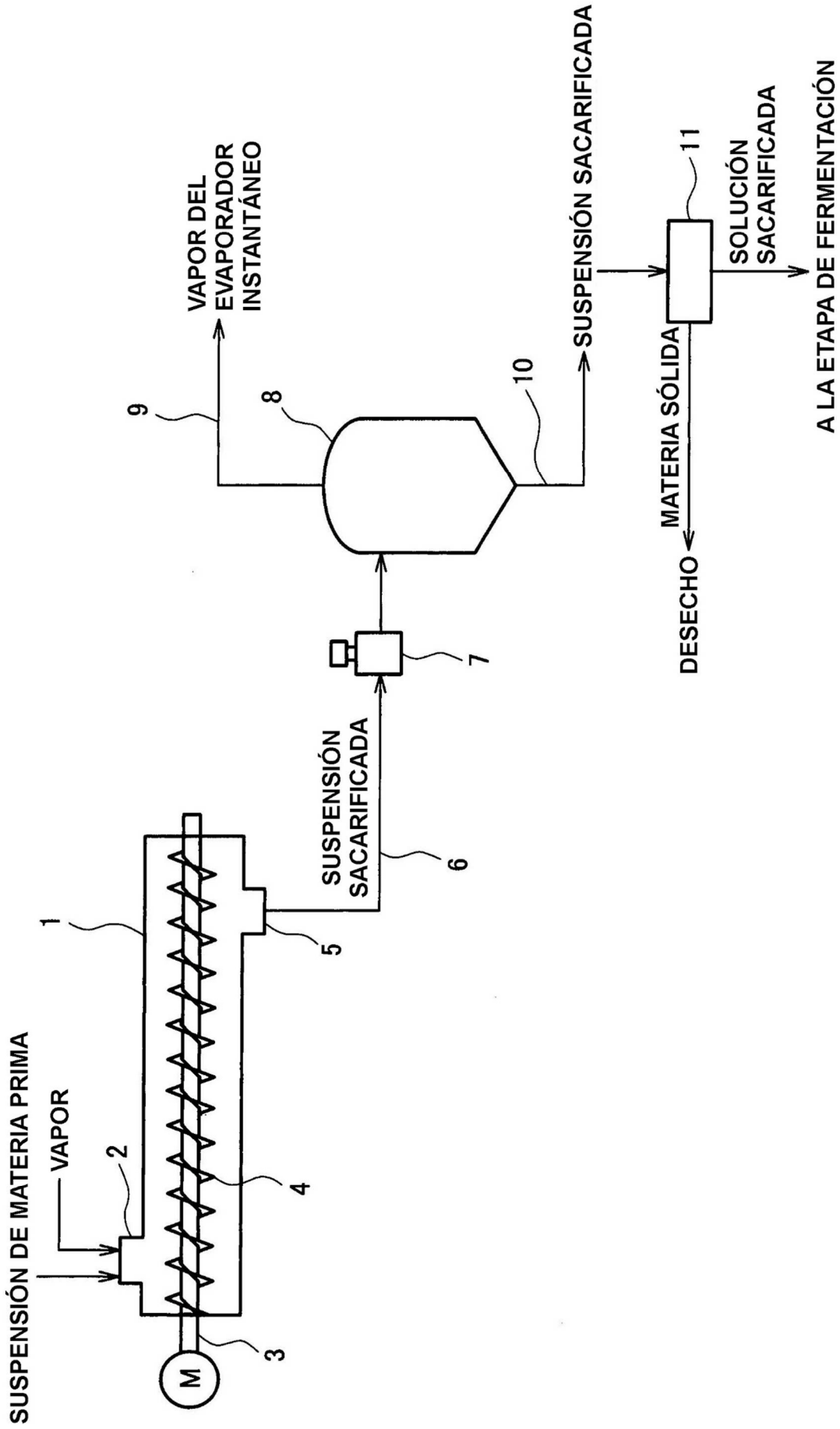


Fig. 5

**REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN**

*Esta lista de referencias citada por el solicitante es únicamente para mayor comodidad del lector. No forman parte del documento de la Patente Europea. Incluso teniendo en cuenta que la compilación de las referencias se ha efectuado con gran cuidado, los errores u omisiones no pueden descartarse; la EPO se exime de toda responsabilidad al respecto.*

5

**Documentos de patentes citados en la descripción**

- KR 20120088096 A
- JP 2000186102 A
- JP 2002059118 A
- JP 2003212888 A
- JP 2010081855 A
- JP 2013165719 A
- JP 2006068606 A
- JP 2012000022
- WO 2008050740 A