

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y en el con-
tenido de la memoria.

- 5 DIC. 1978

(11) NUMERO	1468437	(10) A1
(22) FECHA DE PRESENTACION	1978	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
4120/77	1.4.77	SUIZA

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D21C	

(54) TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA PRODUCCION DE AZUCARES POR HIDROLISIS EN CON-
TINUO DE MATERIAS LIGNOCELULOSICAS.

(71) SOLICITANTE (S)

BATTELLE MEMORIAL INSTITUTE

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

7, route de Drize, 1227 CAROUGE, Suiza.

(72) INVENTOR (ES)

ALAIN REGNAULT, Ing., JEAN-PIERRE SACHETTO, Ing; HERVE TOURNIER, Ing.
THOMAS HAMM, JEAN-MICHEL ARMANET, Ing.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO

La presente invención se refiere a la hidrólisis ácida de materias lignocelulósicas en forma sólida, dividida.

A fin de que la producción de azúcares a partir de materias vegetales pueda realizarse por hidrólisis ácida con un rendimiento económicamente interesante, es conveniente asegurar en particular un excelente contacto líquido/sólido, una velocidad de reacción elevada, una buena transferencia de masa así como una solubilización rápida de los azúcares producidos y una extracción de los mismos disueltos.

Ahora bien, cuando se efectúa una hidrólisis ácida en una columna vertical, es bastante difícil hacer que la materia vegetal progrese (de poca densidad) a una velocidad regulable a lo largo de la columna de modo a poder regular la duración de la hidrólisis. La materia sólida tiene además tendencia a formar aguas arriba de la salida inferior de la columna, bovedas que deben eliminarse por medios mecánicos que de este modo complican la instalación auxiliar de la columna.

El empleo de columnas de hidrólisis verticales, según los procedimientos de hidrólisis conocidos, presenta además limitaciones importantes en cuanto a las dimensiones de las materias vegetales que puedan ser tratadas allí de forma satisfactoria y necesita en general una preparación previa de la materia vegetal antes de someterla a la hidrólisis, lo que en particular aumenta el costo global de los productos obtenidos por hidrólisis.

Las columnas de hidrólisis verticales pueden además presentar alturas muy importantes, lo que necesita una construcción reforzada relativamente costosa.

La finalidad de la presente invención es obviar estos inconvenientes y permitir efectuar una hidrólisis ácida en continuo de diferentes materias primas vegetales, en condiciones que puedan ser fácilmente reguladas y adaptadas a la materia vegetal a hidrolizar así como al tratamiento deseado en cada caso.

A este efecto, la presente invención tiene como finalidad un procedimiento de hidrólisis en continuo de materias lignocelulósicas, en forma sólida dividida, por contacto con ácido clorhídrico líquido concentrado, caracterizándose porque se sumerge la materia sólida a hidrolizar, de forma cíclica, en un baño del ácido concentrado, mientras que se retira y escurre una parte de la materia sólida entre sus inmersiones consecutivas en el baño, de modo que los azúcares formados por hidrólisis se disuelvan en el ácido del baño, y porque se repiten las inmersiones cíclicas de la materia sólida en el baño hasta que la concentración de azúcar en el ácido haya alcanzado un valor deseado.

La invención tiene además como finalidad un aparato para la realización de este procedimiento, aparato que se caracteriza porque comprende:

a) un reactor tubular rotativo agenciado a lo largo de un eje sensiblemente horizontal y accionado a una velocidad de rotación regulable alrededor de este eje,

b) una pared tubular que delimita el reactor rotativo y que tiene una superficie interna provista de una pluralidad de paletas que sobresalen radialmente y se reparte periférica y longitudinalmente a lo largo de esta superficie, de modo a poder levantar la materia sólida a hidrolizar durante la rotación del reactor tubular,

c) una pared transversal que delimita una extremidad de entrada del reactor tubular rotativo y que comprende una entrada central para la admisión de la materia sólida a hidrolizar, estando abierta la extremidad opuesta del reactor de modo a formar una salida libre del reactor,

d) un distribuidor de líquido que permite proporcionar en -
continuo una cantidad predeterminada de ácido líquido concentrado al me
nos en una zona de impregnación agenciada cerca de la extremidad de en-
trada y provista de una parte de las paletas;

5 e) un deflector helicoidal que sobresale hacia el interior
una distancia radial predeterminada a partir de la superficie interna
de la pared tubular y que delimita un canal helicoidal continuo que es
10 tá abierto enfrente del eje horizontal, que contiene una parte de las
paletas y que se extiende a lo largo de una zona de hidrólisis situada
entre la zona de impregnación y la salida libre del reactor tubular, de
modo que este deflector sea capaz de mantener un baño de ácido concen-
trado a lo largo de la parte inferior del reactor y hacer avanzar el áci
do de este baño, al mismo tiempo que la materias sólida, en dirección -
de la salida libre, como consecuencia de la rotación del reactor.

15 La realización práctica de la invención en un reactor tubu-
lar, horizontal, rotativo, permite efectuar la hidrólisis de forma par-
ticularmente simple y fácil de regular, y asegurar así las condiciones
de reacción requeridas para cada tratamiento deseado.

20 Cantidades regulables de la materia vegetal a tratar y del -
ácido concentrado necesario para el tratamiento deseado pueden proporci
narse respectivamente al reactor rotativo por medio de dispositivos de -
alimentación convencionales muy simples, tales como un tornillo transpor
tador a velocidad regulable para la materia sólida y una cabeza de riego
para el ácido concentrado.

25 El movimiento rotativo del reactor tubular horizontal, provis

to simplemente de paletas apropiadas, fijadas en su superficie interna, permite entonces asegurar muy fácilmente una impregnación completa de la materia vegetal mediante su puesta en contacto y su mezclado íntimo con el ácido concentrado del baño.

5 En efecto, la acción combinada de las paletas internas y del deflector helicoidal permite asegurar un mezclado muy íntimo al mismo tiempo que una progresión continua de la materia vegetal y del ácido que avanzan entonces en conjunto a lo largo del reactor merced a la acción del deflector helicoidal, mientras que se consigue un movimiento relativo vertical importante entre las fases sólida y líquida merced a la acción de las paletas internas que aseguran un accionamiento vertical y un escurrido de la materia sólida. Ahora bien, el ácido que se escurre de la materia sólida se desliza hacia abajo a la superficie interna del reactor y sufre así una percolación a través de la materia sólida situada por debajo, materia sólida que sufre así una acción de lavado mediante el ácido que se escurre.

10

15

Cada vez que la materia sólida escurrida alcanza el punto más alto de su carrera ascendente, cae en el baño de ácido concentrado formado entre las espiras del deflector helicoidal.

20 La materia sólida sigue así un camino helicoidal a lo largo del cual es arrastrada de una forma determinada con ayuda de las paletas y del deflector helicoidal que están agenciados de modo a retener en el reactor la materia sólida y el ácido a fin de hacerlos sufrir un mezclado íntimo prolongado con una cierta acción de mezclado hacia la parte posterior ("back-mixing") que está sin embargo limitada en cada espacio entre

25

dos espiras sucesivas del deflector helicoidal.

Merced a la rotación del reactor tubular horizontal, la materia vegetal sólida es así sometida a la hidrólisis mediante un tratamiento cíclico que comprende las tres etapas sucesivas siguientes:

5 i) mezcla íntima y humectado completo de la materia vegetal - sólida mediante su inmersión repetida en un baño de ácido de volumen relativamente pequeño formado en el fondo del reactor,

10 ii) escurrido y lavado de la materia sólida que permite así - extraer los azúcares formados, disolver estos azúcares en el ácido que se escurre al descender hacia el baño, y favorecer así un ataque eficaz mediante el ácido durante la inmersión siguiente en el baño;

iii) retorno de la materia vegetal sólida escurrida y lavada hacia el baño de ácido a fin de sufrir allí la inmersión siguiente y comenzar de nuevo de este modo el ciclo.

15 Estas tres etapas se efectúan sucesiva y cíclicamente merced a la rotación del reactor tubular horizontal, mientras que la cantidad - total de ácido líquido utilizado puede reducirse en este caso al estricto mínimo necesario, por una parte, para formar un baño de ácido de poco volumen que permite las inmersiones repetidas y, por otra parte, para poder
20 disolver en este baño los azúcares así formados.

Las inmersiones repetidas cíclicamente permiten por tanto someter de forma continua porciones sucesivas de la materia sólida a un contacto muy íntimo con una cantidad relativamente importante de ácido durante cada inmersión en el baño, reduciendo al mismo tiempo la relación entre
25 las cantidades totales de ácido utilizado y de masa vegetal sólida -

tratada en el reactor.

El escurrido y lavado cíclicos de la materia vegetal sólida permiten además transferir continuamente los azúcares formados durante la hidrólisis, de la materia vegetal al conjunto del ácido que forma el baño. Esto asegura una transferencia de masa rápida, evitando toda acumulación notable de los azúcares, y también la disolución rápida de los mismos a medida que se forman durante la hidrólisis.

La cantidad de azúcar residual que deberá separarse ulteriormente del producto sólido de la hidrólisis es así reducida, siendo más fácil la extracción de los azúcares a partir de la fase líquida que a partir de la fase sólida.

El movimiento rotativo del reactor tubular horizontal asegura el desplazamiento longitudinal de la materia vegetal sólida y así una evacuación en continuo de los productos sólidos de la hidrólisis, con el ácido líquido que contiene los azúcares disueltos, mediante simple vertido en la extremidad de salida del reactor.

Este reactor horizontal rotativo presenta una construcción particularmente simple que permite asegurar la alimentación en continuo, el mezclado íntimo, el avance y la evacuación del conjunto de la materia sólida y del ácido líquido, y ello de forma predeterminada que se regula por mediación de la velocidad de rotación del reactor.

Además de las ventajas prácticas importantes ya descritas, dicho reactor rotativo evita de forma extremadamente simple la necesidad de utilizar dispositivos mecánicos que comprenden órganos móviles sujetos a una erosión más ó menos rápida debida a la presencia de materias abradi

vas tales como la sílice en la materia sólida a tratar, en tanto que la eliminación completa de dichas materias por tratamientos previos sería prohibitiva.

5 Dado además que la hidrólisis puede efectuarse a débiles presión y temperatura, dicho reactor horizontal rotativo puede fabricarse en un material ligero, poco costoso y químicamente inerte frente al ácido concentrado, en particular materiales plásticos tales como poliolefinas, PVC, poliésteres aromáticos, resinas epoxi reforzadas.

10 Además, la construcción y el método de funcionamiento de dicho reactor horizontal rotativo permiten tratar eficazmente en continuo una gran gama de materias sólidas divididas cuyos tamaños y formas físicas son muy diferentes, tales como por ejemplo: serrín, virutas, pedazos ó trozos de madera, escama, paja, etc.

15 Así pués, dicho reactor horizontal rotativo se presta perfectamente a una gran gama de aplicaciones y permite realizar además una reducción considerable de los gastos de preparación previa de la materia sólida destinada al tratamiento de hidrólisis.

20 Permite efectuar en continuo cualquier operación de hidrólisis deseada, y ello de forma selectiva y fácilmente regulable en función de la materia sólida a tratar y de los azúcares a conseguir.

25 En efecto, fácilmente se puede regular la alimentación del reactor horizontal rotativo, por una parte de materias sólida a tratar, y por otra de ácido líquido que tiene la concentración apropiada y basta para ello regular su velocidad de rotación de modo a conseguir una velocidad de avance correspondiente a una duración de estancia suficiente en

el reactor para asegurar todo tratamiento de hidrólisis deseado, antes que la materia se evacue con el ácido, por vertido en la extremidad de salida del reactor rotativo.

5 Así pués, por ejemplo, se puede efectuar ventajosamente una hidrólisis selectiva de la fracción semi celulósica de la materia sólida alimentando dicho reactor tubular rotativo alimentado de ácido clorhídrico que presenta una concentración inferior al 37 % en peso más particularmente dentro del umbral de 25 a 35 % a fin de producir pentosas y una fracción lignocelulósica en forma sólida que ha conservado sensiblemente la -
10 misma estructura que la materia vegetal sólida proporcionada ala entrada de este reactor.

Igualmente se puede efectuar una hidrólisis en dos etapas sucesivas en dos reactores tubulares rotativos, con una etapa de hidrólisis selectiva de la fracción semi celulósica de la materia vegetal sólida -
15 efectuada en un primer reactor tubular rotativo al que se proporciona en continuo esta materia sólida y ácido clorhídrico que tiene una concentración superior al 30 % e inferior al 37 % en peso. Se obtiene así a la salida de este primer reactor una mezcla heterogénea que comprende una fracción lignocelulósica, no hidrolizada, mezclada con el ácido concentrado -
20 que contiene los azúcares formados durante esta etapa de hidrólisis selectiva. A continuación se puede separarla fracción lignocelulósica así obtenida, lavarla con ácido clorhídrico que tiene una concentración en peso superior al 33 % e inferior al 37 % a fin de evitar la hidrólisis de la - fracción celulósica amorfa; a continuación puede proporcionarse a un segun
25 do reactor tubular rotativo alimentado al mismo tiempo de ácido clorhídrico

que tiene una concentración comprendida entre el 39 y el 41 %. Así pues se efectúa una etapa de hidrólisis completa de la fracción lignocelulósica y se obtiene entonces a la salida de este segundo reactor una suspensión de lignina en ácido concentrado que contiene los azúcares disueltos, formados durante esta etapa. Como variante, la fracción lignocelulósica obtenida después de la primera etapa de hidrólisis selectiva puede lavarse con ácido al 35 % y a continuación hidrolizarse con ácido al 37-39 % en otro reactor rotativo, de modo a hidrolizar selectivamente la fracción celulósica amorfa (facilmente accesible), lo que puede concernir hasta el 50 % de la fracción celulósica total. La fracción celulósica cristalina puede finalmente hidrolizarse con ácido al 39-41 % como se ha descrito.

La relación entre la materia sólida y el ácido concentrado - que se proporciona en continuo al reactor tubular rotativo, es decir la relación sólido/líquido, puede elegirse ventajosamente entre 1 : 5 y 1 : 10 en peso, en particular en el caso de una materia sólida de poca densidad tal como la paja, ó bien entre 1 : 3 y 1 : 10 en el caso de una materia más densa tal como serrin de madera. Esto permite una economía importante en ácido utilizado para efectuar la hidrólisis deseada en cada caso. Sin embargo, se puede utilizar eventualmente, una proporción más importante de líquido, por ejemplo una relación sólido/líquido que vá hasta 1 : 20.

Además se puede reciclar ventajosamente en el reactor tubular rotativo al menos una parte del ácido concentrado que ha servido para la hidrólisis, y ello de modo a aumentar la concentración en azúcar del ácido hasta un valor predeterminado que permite asegurar una economía adicional en ácido, así como en energía consumida para la recuperación ulterior de

los azúcares obtenidos.

Los azúcares formados por hidrólisis en el reactor tubular rotativo, y evacuados con el ácido que sale en continuo del reactor, pueden recuperarse directamente por medio de un evaporador de cualquier tipo apropiado. A este efecto, la mezcla evacuada en continuo del reactor tubular -
5 rotativo se seca preferentemente por su contacto directo con una corriente de gas caliente suministrada al evaporador, a fin de recuperar una mezcla pulverulenta que comprende la lignina y los azúcares formados por hidrólisis. Los azúcares pueden separarse entonces de la mezcla pulverulenta así
10 recuperada poniendo esta mezcla en agua.

La materia lignocelulósica a hidrolizar puede ser proporcionada al reactor tubular rotativo en cualquier forma dividida apropiada que -
le permita imprimir un movimiento giratorio apropiado, pero será preferentemente dividida en fragmentos cuya mayor dimensión es a lo sumo igual a la
15 octava parte del diámetro interno del reactor tubular. Eventualmente, se puede considerar un corte previo a groso modo de esta materia.

Merced a la construcción demasiado simplificada del reactor horizontal rotativo y a su forma de funcionamiento regulable, resulta así posible obviar en una gran medida, de un modo muy simple, los inconvenientes y limitaciones prácticas mencionadas más arriba, que generalmente son
20 inherentes a los reactores de hidrólisis utilizados hasta ahora.

En efecto, la posibilidad de someter diferentes materias vegetales a un tratamiento de hidrólisis fácilmente regulable en un reactor horizontal rotativo, aumenta considerablemente el campo de las aplicaciones que pueden ser tenidas en cuenta en la realización práctica de la -
25

presente invención, que presenta así un mínimo de esfuerzos técnicos ó económicos.

5 La descripción detallada que sigue permite ilustrar las diversas ventajas de la presente invención, que será explicada a continuación de forma más detallada, a título de ejemplo, con ayuda del dibujo anexo, - en el que:

La figura 1 muestra esquemáticamente una sección longitudinal, vertical de un reactor tubular, horizontal rotativo según una forma de ejecución de un aparato para la realización práctica de la invención.

10 La figura 2 muestra un esquema de una instalación de hidrólisis que comprende un reactor según la figura 1.

La figura 3 muestra un esquema de una instalación de hidrólisis que comprende dos reactores según la figura 1 y que sirve para efectuar una hidrólisis en dos etapas.

15 El reactor rotativo 1 representado esquemáticamente en sección longitudinal vertical en la figura 1 comprende una pared tubular 2 que gira alrededor de un eje horizontal 3 y que delimita una cámara de reacción cilíndrica rotativa 4 que tiene una extremidad de entrada y otra de salida situadas respectivamente a la izquierda y a la derecha en la figura 1. Una -
20 pared transversal 5 provista de una abertura de entrada axial 6 se dispone en la extremidad de entrada de la cámara 4, estando la extremidad opuesta de ésta completamente abierta y constituyendo una abertura de salida libre 7 que desemboca en una cámara de evacuación cilíndrica 8, montada fija en prolongación de la cámara rotativa 4 y unida a ésta por un dispositivo de estanquidad convencional 9. Este reactor 1 se monta horizontalmente en rodillos
25 externos 10 asociados a un dispositivo de accionamiento M a velocidad regulable de tipo convencional.

rar así toda materia sólida que pueda adherirse sobre esta superficie fija, a fin de asegurar una evacuación completa de todo el residuo sólido.

El reactor rotativo descrito es alimentado en continuo, de materias sólida divida a tratar, a través de la abertura de entrada axial 6 y puede asociarse a este efecto a un primer dispositivo de alimentación - de cualquier tipo convencional apropiado, que se representa en la figura 1 únicamente por un conducto de alimentación fijo 18 unido a la entrada axial 6 por mediación de un dispositivo de estanquidad 19. Este primer dispositivo de alimentación sirve para proporcionar en continuo una cantidad regulable de la materia sólida a tratar, que puede además presentar cualquier forma dividida apropiada para que pueda transportarse en continuo y en cantidad regulable a partir de una fuente apropiada cualquiera, por ejemplo por gravedad con ayuda de un simple distribuidor regulable, ó por medios de transportes regulables, mecánicos ó neumáticos, tales como se les utiliza corrientemente para transportar materias sólidas a granel.

El reactor rotativo descrito está además alimentado en continuo de ácido líquido que tiene una concentración predeterminada y procede de una fuente de ácido apropiada. A este efecto, puede asociarse a un segundo dispositivo de alimentación de cualquier tipo convencional apropiado, que comprende un distribuidor de líquido unido a la fuente y constituido en este caso por una tubería de riego fija 20 provista de una válvula 21 de regulación de caudal de líquido proporcionado en continuo al reactor. Esta tubería de riego fija 20 está agenciada en este caso en la parte superior del reactor y comprende una serie de orificios de pulverización 22 dirigidos hacia arriba. Así pues, una parte del líquido inyectado cae directamen

La superficie interna 11 de la pared tubular 2 del reactor está revestida de una pluralidad de paletas radiales 12 cada una de las cuales se extiende longitudinalmente en una porción del reactor y sobresale radialmente de esta superficie 11 en una superficie radial r12. Como surge de la figura 1, estas paletas 12 están repartidas longitudinal y periféricamente de modo que constituyen varias filas circulares sucesivas y se reparten al tresbolillo en dos zonas sucesivas del reactor, es decir una zona de impregnación I y otra de hidrólisis H.

En la zona de hidrólisis H que ocupa una mayor parte de la cámara de reacción 4, la pared tubular 2 está protegida de una parte de las paletas 12 y, además, de un deflector helicoidal interno 13 que sobresale radialmente de la superficie interna 11 en una distancia radial r13 y que delimita un canal helicoidal continuo 14 que se abre en dirección del eje 3, presenta una altura radial igual a r13 y se extiende a lo largo de toda la zona H de hidrólisis. Esta zona H comprende además, dos filas de deflectores oblicuos internos 15 que se disponen al tresbolillo aguas arriba de la salida 7 y sobresalen radialmente de la superficie interna 11 de la pared 2, estando los deflectores de la última fila inclinados hacia abajo en dirección de la abertura de salida 7 del reactor, todo el conjunto de modo a producir un chorreo de líquido según un camino tortuoso dirigido hacia abajo en dirección de la salida 7 del reactor, a fin de favorecer un vertido en la cámara de evacuación fija 8, cuyo fondo comprende un conducto colector vertical 16. Un rascador móvil interno 17 se fija además en la pared giratoria 2 de modo que presente una sección de rascado agenciada de modo a secar la superficie cilíndrica interna de la cámara de evacuación fija 8, y reti-

te en el fondo de la cámara⁴, mientras que otra parte del líquido se desliza hacia abajo sufriendo un chorreo a lo largo de la superficie interna 11 siguiendo así un camino tortuoso alrededor de las paletas 12.

5 El conjunto del líquido proporcionado por la tubería 20 descien-
de así de una forma ó de otra bajo la acción de la fuerza de la gravedad -
y forma un baño de líquido L (ver figura 1) en el fondo de la cámara rota-
tiva 4, merced a la presencia del deflector helicoidal 13 que retiene el
líquido de este baño haciéndolo a la vez avanzar progresivamente a lo lar-
go del fondo del reactor rotativo según el principio de Arquímedes.

10 El método de funcionamiento del reactor tubular rotativo des-
crito anteriormente y representado en la figura 1, puede explicarse del -
siguiente modo:

15 La materia sólida dividida introducida en continuo por la en-
trada axial 6 en la zona de impregnación I, se sumerge en el baño L de lí-
quido a partir del cual es arrastrada hacia arriba con ayuda de las pale-
tas 12 describiendo un movimiento giratorio de modo que sufra una inmersión
cíclica en este baño de líquido formado en el fondo de la cámara rotativa 4.
Durante este movimiento giratorio, la materia sólida dividida es por tanto
evacuada cíclicamente del baño y sufre así un escurrido.

20 El líquido procedente de este escurrido y el líquido reciente -
procedente de la tubería de riego 20, ejercen así una acción de lavado efi-
caz sobre el conjunto de la superficie interna 11 de la pared tubular y, -
por consiguiente, sobre la materia sólida que se encuentra en contacto con
esta superficie. La rotación del reactor permite por tanto efectuar inmer-
25 siones repetidas cíclicamente con escurrimientos y lavados intermedios, que

producen un mezclado muy íntimo entre el conjunto de la materia sólida dividida y el líquido del baño, que avanzan progresivamente a lo largo del reactor con ayuda de la acción conjugada de las paletas 12 dispuestas al tresbolillo y del deflector helicoidal 13. El contacto y el mezclado íntimos así obtenidos de forma muy simple durante la rotación del reactor tubular horizontal, permiten asegurar un ataque muy eficaz y rápido del conjunto de la materia sólida mediante el líquido del baño.

Resulta así posible asegurar una impregnación muy rápida y completa de toda la materia sólida en la primera zona I del reactor, y ello eligiendo simplemente y de forma adecuada la relación líquido/sólido, la disposición de las paletas 12 en esta zona de impregnación I, la longitud de esta zona y la velocidad de rotación del reactor tubular horizontal, a fin de asegurar una duración de estancia que permita una impregnación completa de toda la materia sólida proporcionada al reactor, antes de que llegue a la entrada de la zona de hidrólisis H del reactor.

Merced a la combinación de esta impregnación completa previa en la zona I del propio reactor rotativo con el mezclado muy íntimo que resulta de las inmersiones repetidas y de los escurrimientos y lavados intermedios durante la rotación del reactor, el conjunto de la masa sólida dividida puede ser sometido al tratamiento deseado en condiciones óptimas, mientras progresa a lo largo de la zona principal de hidrólisis H del reactor.

El tiempo de estancia en esta zona H, que corresponde a la duración del tratamiento principal en el reactor rotativo, evidentemente depende, por una parte, de la velocidad de avance longitudinal durante el tratamiento, y por otra parte, de la longitud de la zona H en la que la rotación

del reactor permite imprimir a la materia sólida dividida un movimiento gí-
ratorio a lo largo de un camino helicoidal cuya longitud es mucho mayor que
la longitud axial del reactor. Ahora bién, la velocidad de rotación del reac-
tor determina evidentemente el número de vueltas de la materia sólida efec-
5 túa; por unidad de tiempo en su camino helicoidal y, consecuentemente, el nú-
mero de ciclos de inmersión a los que está sometida en el reactor. Así pués,
ajustando la velocidad de rotación del reactor, se puede fácilmente regular
el tiempo de estancia, y en particular el número de ciclos de tratamiento -
por inmersiones repetidas en el baño de líquido, de tal modo que la materia
10 sólida pueda sufrir el tratamiento deseado en la zona H, antes de ser evacua-
da del reactor.

La construcción y el método de funcionamiento del reactor hori-
zontal rotativo no presentan prácticamente ninguna limitación en cuanto a la
naturaleza, forma ó tamaño de la materia sólida dividida a tratar se refiere,
15 en tanto permita efectuar el movimiento helicoidal descrito y que su veloci-
dad de rotación se eliga en función del tratamiento deseado en cada caso.

La figura 2 representa a título de ejemplo el esquema de una ins-
talación destinada a efectuar un tratamiento completo de hidrólisis ácida -
que permite producir simultáneamente todos los azúcares que puedan obtenerse
20 a partir de la materia lignocelulósica a tratar, y ello en un reactor hori-
zontal rotativo del tipo descrito más arriba y representado en la figura 1.

La materia sólida dividida a tratar es proporcionada en continuo
al reactor por un primer dispositivo de alimentación 23 que comprende, en -
este caso, una tolva 24 de almacenamiento provista de una banda dosificado-
25 ra 25 dispuesta aguas arriba del conducto de alimentación 18 del reactor 1.

El ácido líquido concentrado es además proporcionado en continuo al reactor por un segundo dispositivo de alimentación 26, que comprende, en este caso, la tubería de riego 20, un dispositivo 27 de acondicionamiento del ácido a fin de conferirle la concentración deseada, y una fuente 28 de ácido líquido reciente de ajuste.

El reactor rotativo 1 es accionado por medio de un motor eléctrico M a velocidad regulable conectado a los rodillos 10, como se indica esquemáticamente en la figura 2. La banda dosificadora 25 y la válvula de ácido 21 sirven además para regular respectivamente la alimentación del reactor en materia sólida a tratar y de ácido destinado al tratamiento.

Los productos de la hidrólisis se consiguen, en este caso, en forma de suspensión de lignina en una solución de ácido que contiene los azúcares disueltos formados durante la hidrólisis y el conducto colector vertical 16 sirve para evacuar esta suspensión que constituye los productos de hidrólisis hacia un receptáculo tampón 29 que comunica con la entrada de una bomba 30 que sirve para la circulación de esta suspensión, uniéndose la salida de esta bomba mediante un conducto 31 a una entrada de una válvula 32 de cuatro vías que comprende tres salidas. Una primera salida de esta válvula 32 se une a un conducto de reciclado 33 que sirve para llevar una parte de la suspensión a la entrada del reactor, una segunda columna se une mediante un conducto 34 a un evaporador 35 que recibe una segunda parte de la suspensión, y la tercera salida se une al receptáculo tampón 29 mediante un conducto 36 de retorno que le lleva el resto de la suspensión impulsada por la bomba 30. Esta válvula 32 constituye así una válvula de distribución que permite efectuar el reciclado directo de una parte predeterminada de la suspen-

sión producida mediante la hidrólisis, en tanto que otra parte se envía al evaporador 35 que sirve para separar los azúcares formados por la hidrólisis.

5 El evaporador 35 toda la suspensión que llega a través del conducto 34 en contacto directo con una corriente de gases calientes que son proporcionados por un conducto de admisión 37 provisto de una válvula de regulación 38 y unido a un generador 39 de gases calientes, de un tipo convencional. Este evaporador 35 proporciona una mezcla pulverulenta seca - en suspensión en una fase gaseosa a un conducto de admisión 40 de un ciclón 10 41 que sirve para separar la mezcla pulverulenta que comprende los azúcares formados por hidrólisis y la lignina. Esta mezcla pulverulenta seca procedente del ciclón 41 es almacenada en un receptáculo ó tanque 42, mientras la fase gaseosa es así evacuada por un conducto 43 que la proporciona en 15 continuo al dispositivo 27 de acondicionamiento de ácido, que sirve para procurar en continuo ácido líquido concentrado a la tubería de riego 20 - por mediación de otra tubería de alimentación 44 y de la válvula 21 de regulación.

20 El dispositivo de acondicionamiento 27 comprende medios de tratamiento que permiten recuperar el ácido clorhídrico de la fase gaseosa procedente del ciclón 41, medios de mezclado del ácido así recuperado con el ácido de ajuste procedente de la fuente 28, de modo a producir ácido clorhídrico líquido con una concentración predeterminada, cuyo valor es del 40 % aproximadamente en este caso, y medios de evacuación de los subproductos de los tratamientos de hidrólisis y de evaporación, tales como: agua, ácido acético, 25 ácido fórmico, gases inertes, etc.

El funcionamiento de la instalación descrita según la figura 2 puede explicarse de la siguiente manera:

Se ajusta la banda dosificadora 25 y la válvula de ácido 21 - de forma que la materia sólida a tratar y el ácido clorhídrico líquido al 40 % aproximadamente sean proporcionados al reactor 1 en una relación sólido/líquido predeterminada S/L cuyo valor óptimo puede ser fácilmente establecido por algunos ensayos previos, por ejemplo una relación ponderal de 1 : 5 cuando la materia vegetal tratada es la paja.

La velocidad del motor M se ajusta al mismo tiempo de modo que el reactor 1 sea accionado a una velocidad de rotación predeterminada, que corresponde a un tiempo de estancia suficiente de la materia sólida y del ácido en el reactor, antes de que los productos de hidrólisis sean evacuados del reactor al tanque tampón 29.

La bomba 30 funciona entonces en continuo y la posición de la válvula 32 es ajustada de modo que corresponda a una relación de reciclado predeterminada X, es decir la relación ponderal entre la cantidad de suspensión reciclada a la entrada del reactor 1 por el conducto 33 y la cantidad total de la suspensión evacuada del reactor y suministrada por la bomba 30.

La válvula 38 de alimentación del evaporador 35 se ajusta entonces de modo a suministrar la cantidad de gases calientes necesaria para la evaporación del ácido y del agua contenidos en la suspensión suministrada por la válvula 32 al evaporador 35. El dispositivo 27 de acondicionamiento de ácido es ajustado además para proporcionar en continuo la cantidad de ácido líquido L requerida para la hidrólisis en el reactor 1.

El funcionamiento de la instalación descrita según la figura 2

puede ser controlado así por medios técnicos convencionales, relativamente simples 25, 21, 32, 38, m, de modo a poder realizar el mejor rendimiento del conjunto de la instalación, con una economía máxima de energía y de ácido fresco consumido.

5 El reciclado del ácido líquido a lo largo del circuito en bucle cerrado 1 - 29 - 30 - 32 - 1 permite asegurar una reutilización directa y continúa de una mayor parte del ácido líquido utilizado para la hidrólisis y presenta así varias ventajas importantes:

10 La combinación del reactor horizontal rotativo con el bucle de reciclado cerrado permite una hidrólisis muy eficaz, reduciendo a la vez considerablemente la cantidad de líquido necesaria para el tratamiento, - lo que se explica mediante el funcionamiento eficaz del reactor rotativo con un baño de ácido de poco volumen mientras que el reciclado permite - transferir al líquido una cantidad máxima de azúcares, asegurando así una
15 utilización óptima de este líquido antes de recuperar con ello los azúcares formados por hidrólisis.

Así pues se obtiene una reducción importante de la cantidad - total de ácido utilizado en la instalación, de la energía térmica consumi-
da para separar el ácido de los azúcares y de los gastos de acondicionamien-
to del ácido.
20

Estas ventajas se consiguen mediante una combinación particular de medios técnicos relativamente simples y poco onerosos que son fáciles de regular y necesitan un mínimo de entretenimiento.

La figura 3 representa además a título de ejemplo otra instala-
ción destinada a efectuar una hidrólisis con dos etapas sucesivas que son -
25

puestas en funcionamiento respectivamente en dos reactores rotativos 1A y 1B del mismo tipo que el reactor ya descrito en la figura 1. El segundo reactor 1B se asocia además a una instalación, representada a la derecha en la figura 3, que es prácticamente idéntica a la instalación según la

5 figura 2.

En este caso, un solo dispositivo de acondicionamiento 27 A, B se dispone de modo a proporcionar ácido líquido a dos concentraciones diferentes, por una parte al 32-35 % en la tubería 44 A de alimentación del reactor 1A y por otra al 40 % aproximadamente en la tubería de alimentación

10 44B del reactor 1B.

La materias sólida lignocelulósica a hidrolizar es proporcionada en continuo por el dispositivo 23A al primer reactor 1A alimentado de ácido líquido al 32-35 % y destinado a efectuar una etapa de hidrólisis selectiva que sirve para formar los azúcares del tipo C5 (pentosas) a partir de la semi-celulosa contenida en la materia lignocelulósica tratada.

15

Los productos de esta hidrólisis selectiva se evacuan en continuo del reactor 1A en forma de una mezcla heterogénea sólido/líquido que comprende el producto sólido previamente hidrolizado PPH, formado en particular de celulosa y de lignina, y el ácido líquido que contiene los azúcares C5 en solución. Esta mezcla es transferida en continuo del primer reactor 1A a un separador-lavador 45 que es alimentado de ácido de lavado al 32-35 % que procede del dispositivo de acondicionamiento 27A, B, por la tubería 44A y que presenta tres conductos de salida 46, 47 y 48. El conducto de salida 46 sirve para conducir el ácido líquido separado del producto sólido a una

20

25 entrada de una válvula 49 con tres vías, de las cuales una primera salida -

se conecta a la entrada del reactor 1A mediante un conducto de reciclado -
50. El conducto de salida 47 sirve para evacuar el ácido líquido al 32-35 %
que ha servido para el lavado y para conducirlo a la tubería de riego 20A
del primer reactor 1A. El conducto de salida 48 sirve finalmente para eva-
5 cuar el producto sólido que ha sufrido la separación y el lavado, y para
conducirlo a la tolva de alimentación 24B de donde es proporcionado en con-
tínuo por la banda dosificadora 25B a la entrada del segundo reactor 1B.

La válvula 49 de tres vías constituye una válvula de distribu-
ción que permite reciclado de una parte predeterminada del líquido separa-
10 do proporcionado por el conducto de salida 46 y la bomba 30A, siendo envia-
do el resto de este líquido por la tubería 34A al evaporador 35A asociado al
ciclón 41A, a fin de recuperar los azúcares C5 formados por la hidrólisis
selectiva en el reactor 1A y almacenados en el tanque 42A.

El separador-lavador 45 que se representa de forma muy esquemá-
15 tica en la figura 3 puede ser agenciado a semejanza de un filtro-prensa con
bandas móviles con una parte de separación seguida de otra de lavado. Quede
bién entendido que los conductos de salida 47 y 48 pueden asociarse a medios
de transporte (no representados) tales como una bomba para la circulación -
del ácido de lavado por el conducto 47. Cuando el conducto de salida 48 pue-
20 da disponerse por encima de la tolva 24B, el producto sólido previamente hi-
drolizado puede ser transferido a ésta por gravedad, pero ha de quedar bién
entendido que cualquier medio de transporte apropiado puede asociarse al con-
ducto 48 a fin de asegurar la transferencia continua a esta tolva 24B.

Ahora bién, la instalación asociada al segundo reactor rotativo
25 1B está agenciada y funciona del mismo modo como se ha descrito con referen-

cia a la figura 2, salvo que este segundo reactor 1B sea alimentado de -
producto sólido prehidrolizado que sirva para efectuar una segunda etapa
de hidrólisis.

5 El método de funcionamiento de la instalación descrita según
la figura 3 puede explicarse del siguiente modo:

La alimentación continua del primer reactor 1A de ácido al 32-
35 % permite producir en primer lugar únicamente los azúcares C5 y recuperar
los así directamente en el tanque 42A. La regulación del reactor 1A y de -
su instalación anexa (MA, 25A, 21A, 49, 38A) se efectúa más ó menos del mis-
10 mo modo como en la instalación según la figura 2, a fin de obtener sensible-
mente las mismas ventajas ya descritas.

Sin embargo ha de quedar bien entendido que el tiempo de reacción
necesario para efectuar la etapa de hidrólisis selectiva será más corto que
para la hidrólisis completa, de modo que la longitud del reactor 1A y la -
15 capacidad de su instalación anexa podrán reducirse consiguientemente, lo que
puede constituir una ventaja particularmente importante en el caso de una
instalación para hidrólisis de grandes cantidades de materia vegetal.

La alimentación en continuo del segundo reactor 1B en ácido al
40 % aproximadamente sirve entonces para tratar únicamente el producto sólido
20 do prehidrolizado a fin de producir los azúcares C6 (azúcares de seis áto-
mos de carbono, ó hexosas) y recuperarlos de este modo directamente, con la
lignina, en el tanque 42B. La regulación de este reactor 1B y de su instala-
ción se efectúa entonces de forma similar con vistas a conseguir las mismas
ventajas mencionadas más arriba.

25 Los azúcares C6 así obtenidos en el tanque 42B pueden separarse
de forma bastante fácil de la lignina, solubilizándolos en un disolvente -

apropiado, tal como agua por ejemplo.

La hidrólisis efectuada así en la instalación descrita según la figura 3 permite por tanto la producción de los diferentes azúcares C5 y C6 en dos etapas distintas, obviando así la necesidad de efectuar una separación ulterior de estos azúcares, además de las ventajas técnicas y económicas ya señaladas.

Los ejemplos siguientes ilustran diferentes formas de realización de la invención con ayuda de las instalaciones descritas anteriormente con respecto a las figuras 1 a 3.

Ejemplo 1

Se efectúa la hidrólisis en un reactor rotativo según la figura 1 que tiene un diámetro de 60 cm y una longitud de 205 cm, y que forma parte de una instalación según la figura 2. Se proporciona al reactor rotativo 10 kg/h de materia lignocelulósica a tratar, que está constituida en este caso por paja al 10 % de humedad.

La hidrólisis total se efectúa en este caso con ayuda de ácido clorhídrico líquido al 40 % y a 30°C (densidad aproximadamente 1,2) del que se proporcionan 49 l/h al reactor 1 de modo que la relación en peso sólido/líquido sea 1 : 6 aproximadamente (comprendido 1 kg de agua de la paja). El reactor rotativo 1 es accionado por el motor a razón de una vuelta por minuto en este caso.

La zona de impregnación I a la entrada del reactor rotativo comprende en este caso dos filas de ocho paletas 12 (figura 1) repartidas en una longitud de 60 cm. El tiempo de estancia de la paja en esta zona I es aproximadamente de 20 a 25 minutos, lo que asegura una impregnación completa

de la paja por el ácido y la disolución de una parte de la semi-celulosa y de la celulosa allí contenidas en el ácido del baño L.

5 La zona de hidrólisis H del reactor presenta en este caso una longitud de 145 cm y comprende 36 paletas 12 repartidas entre cuatro espiras y media de un deflector helicoidal 13 cuya altura radial es de 8 cm en este caso. Dado que el baño de ácido está formado en el fondo del reactor a lo largo de las zonas I y H merced a la presencia del deflector helicoidal 13, la profundidad máxima de este baño será igual a la altura radial de este deflector (es decir 8 cm) de modo que el volumen del baño de ácido sea -
10 entonces inferior a 50 litros aproximadamente.

La zona de impregnación I produce una mezcla que avanza lentamente a una velocidad constante de 300cm/h aproximadamente a lo largo de la zona de hidrólisis H. El tiempo medio de estancia y de tratamiento en el reactor rotativo 1 es aproximadamente de 1 hora en este caso.

15 Se obtiene así a la salida del reactor el producto de la hidrólisis en forma de un lodo líquido de residuos sólidos, insolubles (lignina, compuestos minerales tales como la sílice) en suspensión en el ácido que contiene los azúcares disueltos formados por hidrólisis, con una proporción en azúcares relativamente elevada (126 g/l), proporción que ya es bastante
20 interesante para la recuperación de los azúcares en el evaporador 35 y el ciclón 41 (ver figura 2).

Sin embargo, a fin de mejorar la rentabilidad de la instalación, una parte del lodo de hidrólisis se recicla en el reactor a fin de aumentar su proporción en azúcares a un valor predeterminado, siendo entonces mantenida la cantidad total del ácido líquido proporcionado al reactor, constan-
25

te, reduciendo la cantidad de ácido fresco proporcionado por la tubería de riego 20, siendo por tanto esta reducción igual a la cantidad de ácido líquido reciclado por medio del lodo. Así pues, en este caso, un reciclado directo del 50 % en peso de la suspensión que sale del reactor, es decir -
5 aproximadamente 30 kg/h de ácido, permite aumentar la proporción del mismo en azúcar disuelto hasta 250 g/l. La concentración del ácido contenido - en el reactor sigue siendo siempre superior al 39 % a fin de asegurar la - hidrólisis completa. Este reciclado permite así reducir mediante un factor de aproximadamente 2 la cantidad de calor a procurar al evaporador 35, por
10 unidad de peso de azúcares recuperados, para evaporar el agua y el ácido.

Ejemplo 2

Se efectúa una hidrólisis en dos etapas en una instalación según la figura 3.

Se proporciona al primer reactor 1A 10 kg/h de paja al 10 % de
15 humedad, que se somete a un tratamiento de prehidrólisis efectuado con ayuda de ácido clorhídrico líquido al 33 % (densidad 1,16) del que se proporcionan 49 l/h. La relación sólido/líquido en el reactor 1A es aproximadamente de 1 : 6 en peso (comprendido 1 kg de agua de la paja). Este reactor es accio
20 nado a razón de una vuelta por minuto. La duración de estancia y de tratamiento de la paja por el ácido en el reactor 1A es entonces igualmente de una hora aproximadamente.

El reactor 1A proporciona aproximadamente 70 kg/h de productos de la prehidrólisis en forma de una mezcla sólido/líquido que comprende por una parte el residuo sólido de la paja previamente hidrolizada (celulosa, -
25 lignina, compuestos minerales), y por otra parte el ácido líquido que contie

ne los azúcares disueltos (pentosanos) formados durante la prehidrólisis en el reactor 1A. La mezcla de prehidrólisis así obtenida es enviada en continuo al separador-lavador 45 (figura 3) que separa 6 kg/h de paja previamente hidrolizada sólida (conteniendo 6 litros de ácido líquido) la cual es enviada en continuo a la tolva de alimentación 24B del segundo reactor 1B.

5

El separador-lavador 45 comprende por una parte medios de separación, en este caso una centrifugadora-escurridora, que proporciona 44 l/h de ácido líquido separado de la mezcla de prehidrólisis a la válvula 49 por la bomba 30A y el conducto 46. Comprende además medios de lavado que proporcionan ácido líquido al 37 % aproximadamente que ha servido para el lavado, en la tubería de riego 20A del primer reactor 1A.

10

La cantidad total de ácido evacuado del reactor y separada de la mezcla de prehidrólisis, es decir 44 litros de ácido por hora, se recicla por la tubería 50 durante el arranque, siendo entonces la cantidad de ácido proporcionada por la tubería de riego 20A de 5 l/h a fin de conseguir el ajuste necesario para que la alimentación del reactor 1A en ácido sea mantenida a razón de 49 l/h, y que la relación sólido/líquido se mantenga allí al mismo valor de 1 : 6 en peso (comprendido 1 kg de agua de la paja). La relación de reciclado de ácido en el reactor 1A corresponde por tanto a $44/50 = 0,88$ durante el arranque.

15

20

La concentración inicial de los azúcares (pentosas) en el ácido que sale del reactor 1A corresponde entonces a 59 g/l, conteniendo la paja a hidrolizar en este caso 26 % en peso de pentosanos (semicelulosa). ahora también, el reciclado total del ácido (44 l/h) que sale del reactor, hace aumentar rápidamente la concentración de azúcar en el ácido, a saber de 59 hasta

25

150 g/l durante los tres primeros ciclos después del arranque.

A continuación se pasa al funcionamiento del reactor 1A en régimen permanente, reduciendo la relación de reciclado de 0,88 a 0,6 aproximadamente, a fin de mantener la concentración de azúcar en el ácido a este valor de 150 g/l. Se recicla así aproximadamente 30 l/h de ácido en el reactor 1A, mientras que el ajuste de ácido hasta 49 l/h se obtiene por medio de 19 l/h de ácido proporcionado por la tubería de riego 20A.

Es conveniente entonces proporcionar únicamente 14 l/h de ácido no reciclado al evaporador 35A, reduciendo así los gastos de recuperación de los azúcares mediante un factor de 2,54 merced a dicho reciclado.

Sin embargo, se puede considerar aumentar la concentración de azúcar bien más allá del valor de 150 g/l indicado anteriormente a título de ejemplo, a fin de realizar una economía todavía más importante.

Ahora bien, a fin de mantener la concentración del ácido en el primer reactor 1A al 33 %, el ácido de ajuste que es suministrado a este reactor por la tubería de riego 20A después de haber servido para el lavado en el separador-lavador 45, es procurado por el dispositivo 27A, B de acondicionamiento de ácido a una concentración del 37 % aproximadamente permitiendo compensar la dilución ulterior del ácido mediante el agua transferida de la paja al 10 % de humedad durante su tratamiento en el reactor 1A.

El tratamiento de prehidrólisis y del lavado tal como se describe permite obtener 2,1 kg/h de azúcares de tipo C5 (pentosas) en el tanque 42A.

La paja prehidrolizada y lavada así obtenida, que contiene 70% en peso de celulosa y un litro de ácido (al 37 % aproximadamente) por kg,

es a continuación suministrada en continuo (6kg/h) por la tolva de alimentación 24B del reactor 1B en el que se somete a un tratamiento que sirve - para hidrolizar la celulosa con ayuda de ácido al 39 % aproximadamente. A este efecto, se suministran 18 l/h de ácido clorhídrico al 40 % y 30°C procedente del dispositivo 274, B.

5

El reactor 1B recibe así, por una parte 6 kg/h de paja prehidrolizada, y por otra parte 18 l/h de ácido líquido al 40 %, lo que permite - mantener la concentración del ácido en este reactor a un valor superior al 39 % y asegurar así la hidrólisis de la celulosa.

10

La relación sólido/líquido en este reactor es entonces aproximadamente de 1 : 5 en peso y permite la hidrólisis completa de la celulosa - (70 % en peso) contenida en la paja prehidrolizada, lo que equivale a 4,2 - kg/h de azúcares C6 (hexosas) que se disuelven en 24 litros de ácido, es decir una concentración de al menos 175 g/l, que es bastante interesante para una recuperación económica de los azúcares con ayuda del evaporador 35B.

15

El método de funcionamiento de este reactor 1B y de la instalación allí asociada (a la derecha en la figura 3) es en este caso aproximadamente similar al método ya descrito en el ejemplo 1 con referencia a la figura 2.

20

A fin de aumentar más la concentración de los azúcares C6 en el ácido hasta un valor de 262 g/l, se hace sin embargo reciclar el lodo de - hidrólisis de la forma ya descrita en el ejemplo 1, y ello con una relación de reciclado del 33 %.

25

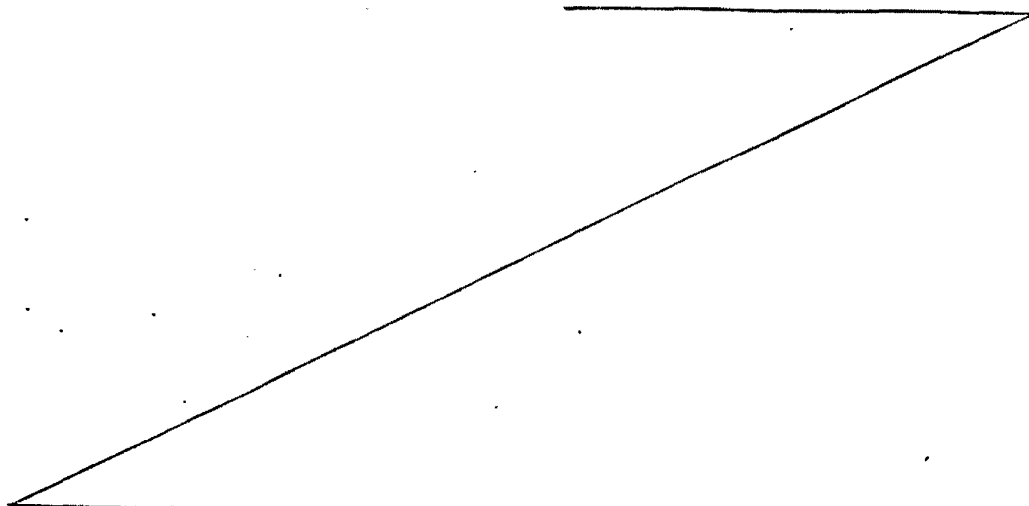
En este caso se consiguen 4,2 kg/h de azúcares C6 disueltos en el lodo de hidrólisis llevado hacia el evaporador 35B, donde se produce una

mezcla pulverulenta de azúcares y de lignina.

Quede bien entendido que un reactor tubular rotativo tal como se ha descrito a título de ejemplo puede presentar cualquier diámetro apropiado, que puede ir desde algunos decímetros a algunos metros, pudiendo alcanzar eventualmente su longitud de 10 a 20 metros. Asimismo, un reactor similar puede ser accionado a una velocidad de rotación regulable comprendida entre una gama relativamente grande, por ejemplo de 1 a 10 vueltas/minuto, e incluso más.

Debe quedar además entendido que pueden considerarse diversas modificaciones respecto de las formas de ejecución y de las condiciones operatorias descritas más arriba a título de ejemplo, obteniendo a la vez sensiblemente las mismas ventajas durante la realización práctica de la presente invención.

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento y aparato para la producción de azúcares por hidrólisis en continuo de materias lignocelulósicas, en forma sólida dividida, por contacto con ácido clorhídrico líquido concentrado, ca-
5 racterizándose el procedimiento porque se sumerge la materia sólida de forma cíclica en un baño del ácido concentrado, mientras se retira y es-
curre una parte de la materia sólida entre sus inmersiones consecutivas en el baño, de modo que los azúcares formados por hidrólisis se disuelven en el ácido del baño, y porque se repiten las inmersiones cíclicas de la
10 materia sólida en el baño hasta que la concentración de azúcar en el ácido ha alcanzado un valor deseado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se proporciona en continuo cantidades predeterminadas de la materia
15 sólida a hidrolizar y del ácido clorhídrico líquido concentrado a una extremidad de entrada de un reactor tubular rotativo agenciado a lo largo de un eje sensiblemente horizontal, de tal modo que un baño del ácido concen-
trado se forme a lo largo de la parte inferior del reactor, y que la ro-
tación del reactor a una velocidad regulable alrededor de este eje produz-
ca un movimiento giratorio de la materia sólida, su inmersión cíclica en
20 el baño, y un desplazamiento longitudinal de la materia sólida giratoria y del ácido del baño, a una velocidad regulable, a lo largo del reactor tubular; porque se mantiene la materia sólida giratoria en una zona de
impregnación adyacente a la extremidad de entrada del reactor durante un
tiempo suficiente para asegurar su impregnación completa mediante inmer-
siones repetidas en el baño de ácido; porque se desplaza en continuo la
25



materia sólida giratoria impregnada y el ácido del baño a lo largo de una zona de hidrólisis durante un tiempo suficiente para asegurar la hidrólisis deseada de las materias sólida en el reactor mediante inmersiones repetidas de esta materia en el baño de ácido; porque se evacua
5 en continuo del reactor los residuos solidos y el ácido líquido que llegan a la extremidad de salida del reactor, permitiendo su vertido por gravedad fuera del reactor.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se recicla en el reactor tubular rotativo al menos una parte del
10 ácido concentrado que ha servido para la hidrólisis, de modo a aumentar la concentración de azúcar del ácido hasta un valor predeterminado.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 ó 3, caracterizado porque se proporciona en continuo al reactor tubular rotativo la materia sólida a hidrolizar y el ácido concentrado en una relación sólido/líquido comprendida entre 1 : 5 y 1: 10 en peso.
15

5.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se efectúa una hidrólisis selectiva de la fracción semi-celulósica de la materia sólida en el reactor tubular rotativo, suministrando en continuo a este reactor ácido clorhídrico que presenta una concentración
20 inferior al 37 % en peso, de modo a conseguir a la salida del reactor una fracción lignocelulósica que ha conservado sensiblemente la misma forma física que la materia lignocelulósica proporcionada a la entrada de este reactor.


6.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se efectúa una hidrólisis en dos etapas sucesivas en dos reactores
25

tubulares rotativos.

5 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque se efectua una etapa de hidrólisis selectiva de la fracción semi-celulósica de la materia sólida en un primer reactor tubular rotativo al que se proporciona en continuo esta materia sólida y ácido clorhídrico con una concentración comprendida entre el 30 y el 37 % en peso, de modo a evacuar a la salida de este primer reactor una mezcla heterogénea que comprende una fracción lignocelulósica sólida, no hidrolizada, mezclada al ácido concentrado que contiene los azúcares formados durante esta etapa de hidrólisis selectiva; porque se separa la fracción lignocelulósica así obtenida, se la lava con ácido clorhídrico al 33-37 % en peso, y se la proporciona a un segundo reactor tubular rotativo, al que se procura al mismo tiempo ácido clorhídrico con una concentración comprendida entre el 39 y el 41 % en peso, de modo a efectuar una etapa de hidrólisis completa de esta fracción lignocelulósica y a obtener así, a la salida de este segundo reactor, una suspensión de lignina en ácido concentrado que contiene los azúcares disueltos, formados durante esta etapa de hidrólisis completa.

20 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 2 ó 7, caracterizado porque se efectúa una hidrólisis completa de la materia lignocelulósica en al menos un reactor tubular rotativo alimentado de ácido clorhídrico al 39-41 %, de modo a conseguir una mezcla que sale en continuo de este reactor en forma de una suspensión de lignina en ácido clorhídrico que contiene los azúcares disueltos; y porque se seca esta mezcla líquida por contacto directo con una corriente de gases calientes en un evaporador, de modo a recuperar una mezcla pulverulenta que comprende la lignina y los

25



azúcares formados por hidrólisis.

9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque se separan los azúcares de la mezcla pulverulenta recuperada poniendo esta mezcla en agua.

5 10.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque se efectúa la hidrólisis de una materia lignocelulósica dividida en fragmentos cuya mayor dimensión es a lo sumo igual a un octavo del diámetro interno del reactor tubular rotativo en el que esta materia es sometida a la hidrólisis.

10 11.- Aparato para la realización del procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque comprende un reactor tubular rotativo agenciado a lo largo de un eje sensiblemente horizontal y accionado a una velocidad de rotación regulable alrededor de este eje; una
15 pared tubular que delimita el reactor rotativo que tiene una superficie interna provista de una pluralidad de paletas que sobresalen radialmente de esta superficie y están repartidas periférica y longitudinalmente a lo largo de esta superficie, de modo a poder levantar la materia sólida a hidrolizar durante la rotación del reactor tubular; una pared transversal que delimita una extremidad de entrada del reactor tubular rotativo y que
20 comprende una entrada central para la admisión de la materia sólida a hidrolizar, estando la extremidad opuesta del reactor abierta de modo a formar una salida libre del reactor; un distribuidor de líquido que permite proporcionar en continuo una cantidad predeterminada de ácido líquido concentrado al menos en una zona de impregnación agenciada cerca de la extremidad de entrada del reactor y provista de una parte de las paletas; y un
25

by

deflector helicoidal que sobresale hacia el interior una distancia radial determinada a partir de la superficie interna de la pared tubular y que delimita un canal helicoidal continuo que está abierto enfrente del eje horizontal, que contiene una parte de las paletas y que se
5 extiende a lo largo de una zona de hidrólisis situada entre la zona de impregnación y la salida libre del reactor tubular, de modo que este deflector sea capaz de mantener un baño de ácido concentrado a lo largo de la parte inferior del reactor tubular y de hacer avanzar el ácido de este baño al mismo tiempo que la materia sólida, en dirección de la salida libre, como consecuencia de la rotación del reactor tubular.
10

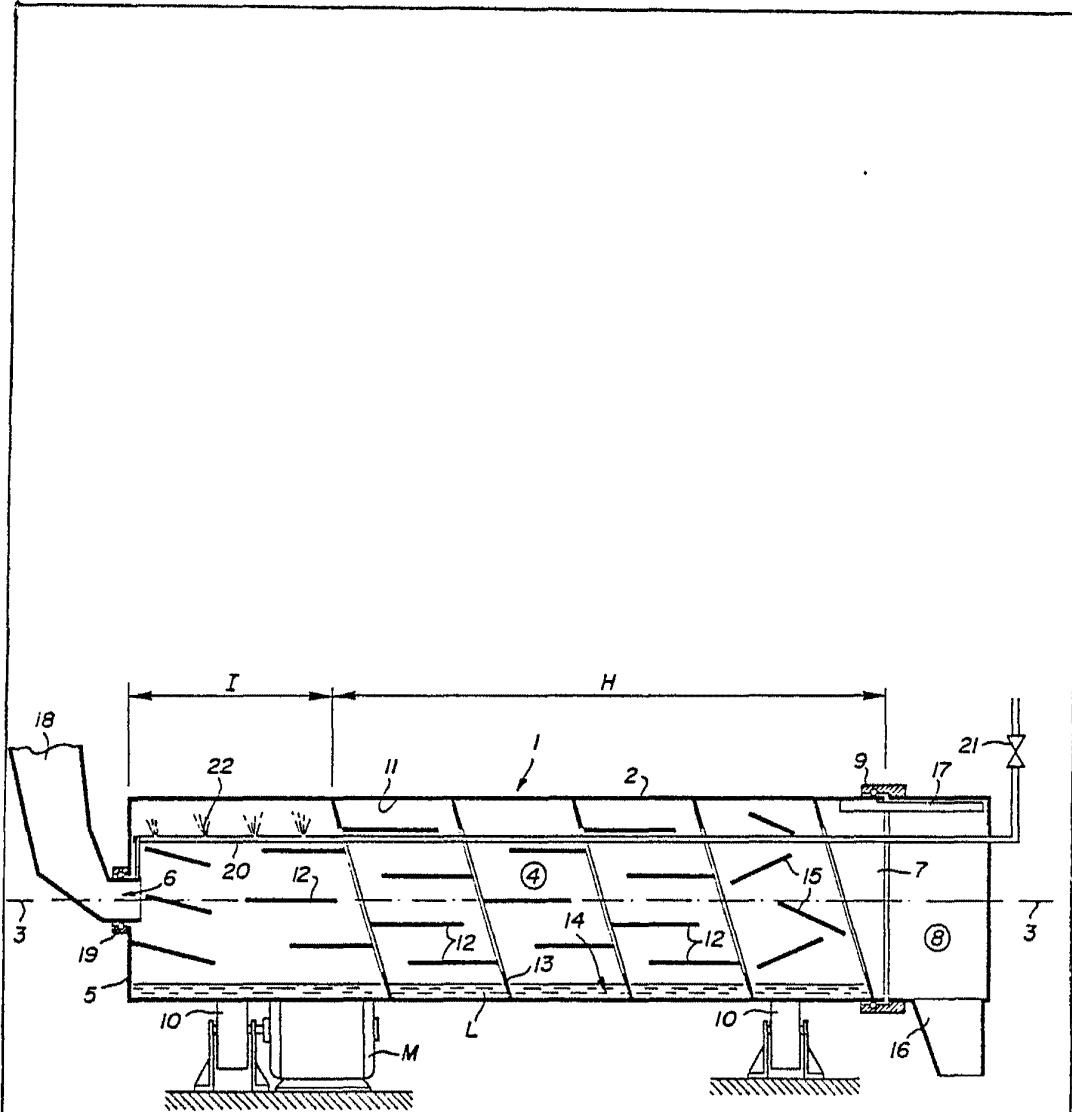
12.-Procedimiento y aparato para la producción de azúcares por hidrólisis en continuo de materias lignocelulósicas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

15 Esta Memoria consta de 35 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,
BATELLI MEMORIA INSTITUTE.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
p. p. Firmado: J. Suarez Diaz

18



MAR 31 MAR 1974
11
[Signature]

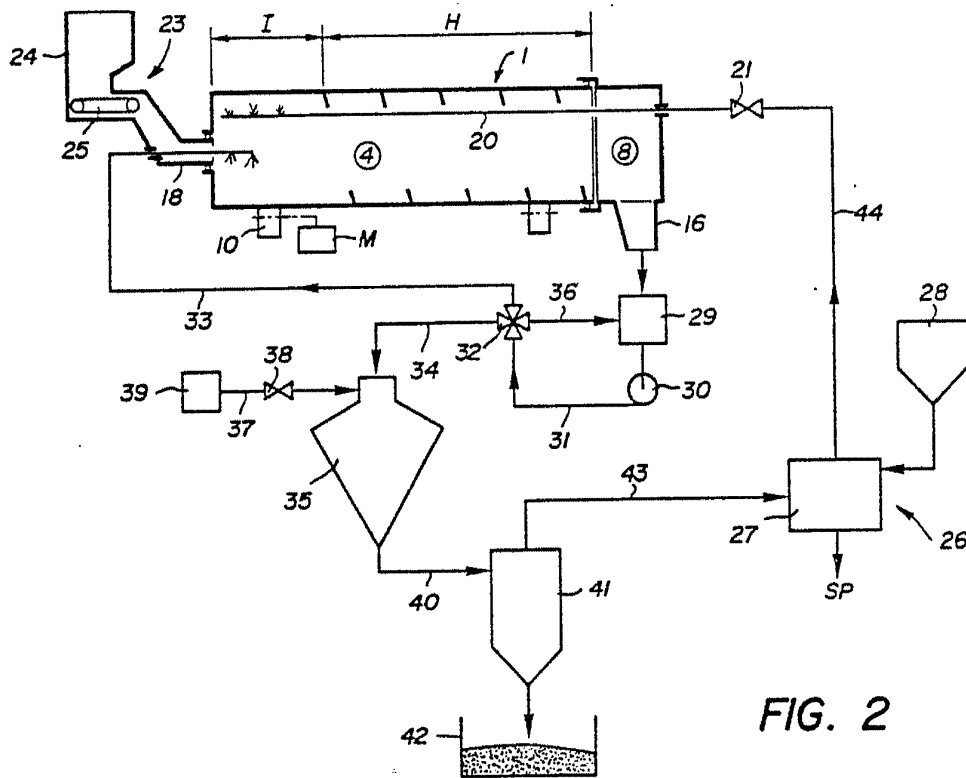


FIG. 2

ESCALA
VARIABLE

Madrid 31 MAR 1972

J. M. ...
p. p. ...

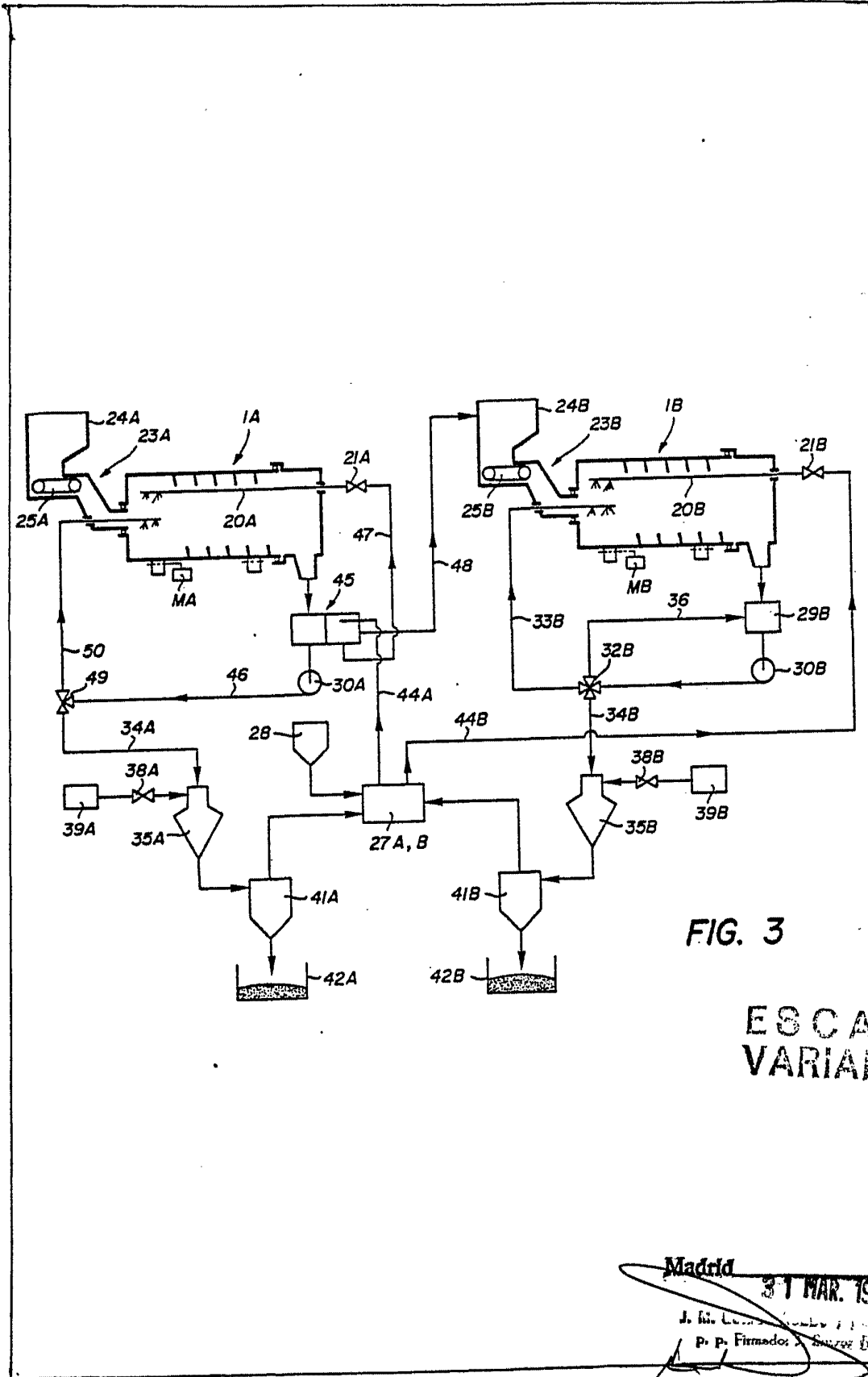


FIG. 3

ESCALA
VARIABLE

Madrid

31 MAR. 1978

J. M. L. ...
P. P. Firmados ...