

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 811 353**

51 Int. Cl.:

C08H 8/00 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.07.2017 PCT/EP2017/067468**

87 Fecha y número de publicación internacional: **25.01.2018 WO18015227**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.07.2017 E 17737286 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.06.2020 EP 3484945**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento de biomasa lignocelulósica por impregnación y explosión con vapor**

30 Prioridad:

18.07.2016 FR 1656829

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

11.03.2021

73 Titular/es:

**IFP ENERGIES NOUVELLES (33.0%)
1 & 4 Avenue de Bois-Préau
92852 Rueil-Malmaison, FR;
INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHE POUR
L'AGRICULTURE L'ALIMENTATION ET
L'ENVIRONNEMENT (33.0%) y
AGRO INDUSTRIES RECHERCHE ET
DEVELOPPEMENT (33.0%)**

72 Inventor/es:

**HUDEBINE, DAMIEN;
ROUSSET, ROMAIN y
CARNNOT, OLIVIER**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 811 353 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de tratamiento de biomasa lignocelulósica por impregnación y explosión con vapor

5 Campo de la invención

La invención se refiere a un proceso de tratamiento de biomasa lignocelulósica para producir jugos azucarados llamados de segunda generación (2G). Estos jugos azucarados se pueden usar para producir otros productos bioquímicamente (por ejemplo, alcoholes tales como el etanol, el butanol u otras moléculas, por ejemplo, disolventes tales como la acetona, etc.). Este procedimiento comprende 3 etapas que son la preparación del licor, la impregnación de la biomasa y el pretratamiento de la biomasa impregnada por explosión con vapor.

Técnica anterior

15 La biomasa lignocelulósica representa uno de los recursos renovables más abundantes en la tierra. Los sustratos tratados son muy variados, e incluyen tanto sustratos leñosos como diferentes maderas (caducifolias y coníferas), subproductos de la agricultura (paja de trigo, mazorcas de maíz, etc.) o de otras industrias alimenticias, papeleras, etc...

20 El procedimiento para la transformación bioquímica de los jugos azucarados lignocelulósicos de 2G comprende en particular una etapa de pretratamiento y una etapa de hidrólisis enzimática con un cóctel enzimático. Estos procedimientos también incluyen con frecuencia una etapa de impregnación antes del pretratamiento. Los jugos azucarados resultantes de la hidrólisis se tratan a continuación, por ejemplo, por fermentación, y el procedimiento también comprende etapas de separación y/o una etapa de purificación del producto final.

25 La biomasa lignocelulósica está compuesta por tres polímeros principales: celulosa (35 a 50 %), que es un polisacárido compuesto esencialmente por hexosas; hemicelulosa (20 a 30 %), que es un polisacárido constituido esencialmente por pentosas; y lignina (15 a 25 %), que es un polímero de estructura compleja y alto peso molecular, compuesto por alcoholes aromáticos unidos por enlaces éter. Estas diferentes moléculas son responsables de las propiedades intrínsecas de la pared vegetal y se organizan en una maraña compleja.

30 Entre los tres polímeros básicos que integran la biomasa lignocelulósica, la celulosa y la hemicelulosa son los que permiten la producción de jugos azucarados de 2G.

35 Frecuentemente, durante el pretratamiento la hemicelulosa se descompone mayoritariamente en azúcar y la celulosa se convierte en glucosa por hidrólisis enzimática. Sin embargo, el acceso a la celulosa cruda sigue siendo difícil para las enzimas, de ahí la necesidad de un pretratamiento. Este pretratamiento permite modificar las propiedades fisicoquímicas del material lignocelulósico para mejorar la accesibilidad de la celulosa para las enzimas y su reactividad frente a la hidrólisis enzimática.

40 Uno de los pretratamientos más eficaces es la explosión con vapor que permite una hidrólisis casi completa de la hemicelulosa y una mejora significativa en la accesibilidad y reactividad de la celulosa frente a las enzimas. Este pretratamiento puede ser precedido por otro u otros tratamientos.

45 Las patentes US-8057639 y US-8512512 proporcionan un procedimiento que comprende una primera etapa de hidrólisis de la hemicelulosa en azúcares de C5 en condiciones suaves protegiéndolos así de la degradación. Esta etapa se realiza en un primer reactor a una presión de 1,5 bar o más por inyección de vapor, a una temperatura de 110 °C o más, y opcionalmente en presencia de un ácido débil. Después de esta etapa, se realiza un lavado para extraer y recuperar los jugos azucarados C5 antes de enviar la biomasa restante, enriquecida en celulosa y lignina, hacia una segunda etapa (segundo reactor) en donde se lleva a cabo la explosión con vapor. Este segundo reactor funciona a una presión más alta que el primer reactor con una inyección de vapor a alta presión, lo que provoca una expansión repentina de la biomasa (explosión con vapor).

50 La solicitud de patente US-2012/0104313 propone también una etapa de pretratamiento de una explosión con vapor de la biomasa por el contacto con agua o vapor a 100-210 °C durante 1 min-24 h. Después de la separación de la fase líquida enriquecida en hemicelulosa, el sólido se transfiere a continuación a la etapa de explosión con vapor.

55 La patente EP-2610346 describe un procedimiento de tratamiento de la biomasa lignocelulósica en 4 etapas: un tratamiento en un líquido a una temperatura de 100-150 °C, seguido de una separación de líquido/sólido, seguido de un pretratamiento de la parte sólida obtenida a 100-210 °C en presencia de agua o vapor durante 1 min-24 h, que termina con una separación líquido/sólido.

60 Muchas patentes proponen diferentes soluciones para mejorar el pretratamiento por medio de una solubilización de la hemicelulosa que conduce a una reactividad mejorada de la biomasa con explosión con vapor: la impregnación a alta temperatura, la impregnación a presión, la presencia de ácido, las multiplicaciones de las etapas en las mismas condiciones o en diferentes condiciones.

65

La solicitud de patente WO-2013/141776 describe, en el sector de la industria papelera, un procedimiento de impregnación en un aparato (impregnador) vertical que contiene el licor básico de impregnación, definiendo así una primera zona en la que se lleva a cabo la impregnación. El material lignocelulósico se recibe en la parte inferior del impregnador, se transfiere a la parte superior del impregnador a través de 2 tornillos de transferencia. Cuando se transfiere a la segunda zona del impregnador ubicada sobre el nivel del líquido, la biomasa se escurre y el líquido vuelve a caer en la primera zona. En esta configuración, el nivel de líquido se controla mediante el suministro de licor básico.

En la disposición mejorada, el líquido se retira de la parte inferior del impregnador, se filtra y a continuación se recicla a la parte superior del impregnador, para crear una contracorriente opuesta a la dirección de avance de la biomasa, que sirve para eliminar las impurezas de la biomasa (arena...) que de lo contrario se depositarían en la parte inferior del impregnador. El líquido fluye en un circuito cerrado pasando a través de un sistema de filtración y se puede agregar licor fresco.

Se propone en la presente solicitud un procedimiento que utiliza el impregnador descrito en la solicitud WO-2013/141776, que está adaptado para uso continuo y a escala industrial con una regulación de las condiciones de operación. El procedimiento de acuerdo con la invención y la instalación asociada, son particularmente aplicables a los procedimientos de producción de jugos azucarados, o incluso de alcoholes, a partir de la biomasa lignocelulósica.

Este procedimiento es más simple, menos costoso que los procedimientos de la técnica anterior del campo de la producción de jugos azucarados. Funciona a temperatura moderada y presión atmosférica, y preferentemente en una sola etapa de impregnación.

Resumen de la invención

Más precisamente, el procedimiento de acuerdo con la invención se refiere a un procedimiento continuo para el tratamiento de una biomasa lignocelulósica para la producción de jugos azucarados, que se lleva a cabo antes de una hidrólisis enzimática, comprendiendo el procedimiento:

1) una primera zona de transferencia de la biomasa molida a una primera zona de impregnación de la etapa de impregnación, estando separadas dichas zonas por un tapón de biomasa que evita que el líquido suba de dicha primera zona de impregnación a la zona de transferencia,

2) una etapa de impregnación a presión atmosférica realizada en 2 zonas de impregnación superpuestas que operan a una temperatura de 10-95 °C, siendo el tiempo de residencia de la biomasa en dicha etapa de impregnación de 1 min-60 min, y

- dicha primera zona de impregnación recibe la biomasa comprimida que sale de la zona de transferencia y que contiene un licor de impregnación a un pH comprendido entre 0,1 y 7 y

- dicha biomasa se transfiere a una segunda zona de impregnación, situada sobre dicha primera zona de impregnación, en donde la biomasa impregnada escurre, para producir una biomasa húmeda resultante con un contenido de materia seca comprendido entre el 15 % en peso y el 40 % en peso y un licor separado de dicha primera zona de impregnación,

3) una segunda zona de transferencia de la biomasa húmeda a la etapa de explosión con vapor,

- estando dispuesta dicha segunda zona de transferencia en una cámara separada por un lado de las zonas de impregnación de dicha etapa de impregnación y por otro lado de las zonas de la etapa de explosión con vapor,

- estando la segunda zona de impregnación y las zonas de la etapa de explosión con vapor separadas herméticamente por un tapón de biomasa, y

- en dicha segunda zona de transferencia, la biomasa húmeda se comprime para aumentar el contenido de materia seca de la biomasa hasta el 40 % en peso o más, y producir un licor resultante,

4) una etapa de explosión con vapor que comprende:

- una zona de cocción durante 1-30 min de la biomasa por inyección de vapor con un consumo específico de vapor comprendido entre 0,05 y 10 t/t de materia seca de biomasa que entra en dicha zona, estando dicha zona de cocción a una temperatura de 150-250 °C y a una presión de 0,5-4 MPa,

- después una zona de expansión de la biomasa que sale de la zona de cocción,

- después una zona de separación del vapor de la biomasa,
- 5) una etapa de preparación de licor utilizando un aparato de preparación de licor capaz de,
 - 5 - recibir el licor extraído de la segunda zona de transferencia y/o de la primera zona de impregnación,
 - recibir suministros de ácido y/o agua determinados para mantener el pH de entrada de la primera zona de impregnación en un valor comprendido entre 0,1 y 7
- 10 y en el que el licor preparado se introduce en la primera zona de impregnación.

El acrónimo "MS" indica el contenido de materia seca que se mide de acuerdo con la norma ASTM E1756-08 (2015) "Método de prueba estándar para la determinación de sólidos totales en la biomasa".

15 Preferentemente, en el procedimiento según la invención, la etapa de impregnación se realiza en una sola etapa.

Ventajosamente,

- 20 - la etapa de impregnación se lleva a cabo en 2 zonas de impregnación dispuestas verticalmente una sobre la otra y a lo largo del mismo eje, separadas para dejar pasar el licor de la segunda zona a la primera zona y retener la biomasa en la segunda zona, asegurando el nivel de líquido de la primera zona la separación entre dichas 2 zonas,
- dicha biomasa se transfiere por medio de tornillos de dicha primera zona de impregnación a dicha segunda zona de impregnación.

25 De dicha segunda zona de impregnación se separa una porción del licor de la biomasa impregnada, preferentemente una porción del licor de la biomasa impregnada es escurrida (separada por escurrimiento) hacia dicha primera zona de impregnación.

30 Es preferible mantener el nivel de licor casi constante mediante el suministro de licor ácido. Generalmente, el licor ácido es solo una solución de ácido sulfúrico.

Preferentemente, el licor ácido tiene un pH comprendido entre 0,1 y 2.

35 En una realización de la etapa de preparación del licor ácido, el aparato recibe el licor extraído de la segunda zona de transferencia y opcionalmente el licor de la primera zona de impregnación. En un modo preferido, la etapa de preparación del licor ácido recibe el licor de la primera zona de impregnación y el licor extraído de la segunda zona de transferencia.

40 En general, la etapa de preparación del licor ya no recibe el licor separado en o después de la etapa de explosión con vapor.

45 Generalmente, la zona de cocción es un reactor tubular horizontal, y está provisto de uno o más tornillos que transportan la biomasa de la zona de transferencia aguas arriba hacia la zona de expansión aguas abajo. Por "horizontal", se entiende que existe una ligera inclinación que permite el flujo de líquido.

Preferentemente, al menos una parte de la biomasa que sale de la etapa de explosión con vapor se somete a una hidrólisis enzimática y se obtiene un jugo de azúcares.

50 Preferentemente, al menos parte de los jugos azucarados se somete a fermentación alcohólica, generalmente con la producción de etanol.

La invención también se refiere a una instalación de tratamiento continuo de una biomasa lignocelulósica antes de la hidrólisis enzimática, que comprende:

- 55 1) una primera zona de transferencia con presión de una biomasa molida a una primera zona de impregnación de un reactor de impregnación, estando separadas dichas zonas por un tapón de biomasa que evita que el líquido suba de dicha primera zona de impregnación a la primera zona de transferencia,
- 60 2) un reactor de impregnación que comprende 2 zonas de impregnación superpuestas, estando situada la segunda zona de impregnación sobre la primera zona de impregnación
 - conteniendo dicha primera zona de impregnación un licor ácido y estando provista de una abertura de entrada de la biomasa comprimida que sale de la primera zona de transferencia,
 - 65 - estando el reactor provisto de un tornillo que transfiere dicha biomasa desde una abertura de entrada en la primera zona de transferencia a la abertura de salida de la segunda zona de impregnación,

- estando la segunda zona de impregnación situada sobre el líquido de la primera zona de impregnación provista de rejilla(s) que dejan escurrir el líquido de la segunda zona de impregnación en la primera zona de impregnación y reteniendo la biomasa húmeda en la segunda zona de impregnación,

5 3) una segunda zona de transferencia con presión de la biomasa húmeda a una primera zona de explosión con vapor,

- estando dispuesta dicha segunda zona de transferencia en una cámara separada por un lado de las zonas de impregnación y por otro lado de la zona de explosión con vapor,

- estando separadas la segunda zona de impregnación y la zona de explosión con vapor por un tapón de biomasa comprimido para aumentar el contenido de materia seca de la biomasa hasta el 40 % en peso o más, evitando dicho tapón que el líquido suba de la zona de explosión con vapor a la segunda zona de transferencia, y

- estando dicha segunda zona de transferencia, provista de un tubo de extracción para el licor usado separado de la biomasa húmeda durante el prensado,

20 4) una zona de explosión con vapor que tiene un tornillo de transferencia de la biomasa a través de las zonas sucesivas siguientes:

- una zona de cocción de la biomasa equipada con un tubo para alimentar la biomasa prensada que sale de la segunda zona de transferencia y un tubo de inyección de vapor,

- una zona de expansión de la biomasa que sale de la zona de cocción,

- una zona de separación del vapor de la biomasa,

30 5) una zona de preparación del licor ácido suministrado

- un tubo que lleva el licor usado extraído de la segunda zona de transferencia a la de explosión y/o un tubo que lleva el licor usado extraído de la primera zona de impregnación,

- un tubo que lleva el ácido y/o un tubo que lleva agua

- un tubo de reciclaje en la primera zona de impregnación de dicho licor ácido preparado,

- un sistema de agitación y opcionalmente un medio de calentamiento.

40 Descripción detallada

El procedimiento de acuerdo con la invención es un procedimiento continuo para el tratamiento de una biomasa lignocelulósica antes de la hidrólisis enzimática.

45 Forma parte de los procedimientos destinados a producir azúcares de segunda generación a partir de los cuales numerosas vías bioquímicas permiten obtener moléculas oxigenadas (por ejemplo, alcoholes como etanol, butanol...).

Por lo tanto, la presente solicitud se refiere a un procedimiento integrado de impregnación ácida seguido de un pretratamiento por explosión de vapor con reciclaje y regulación del licor de impregnación ácido.

50 Este procedimiento es compatible con los procedimientos para producir azúcares de 2G (es decir, obtenidos a partir de biomasa lignocelulósica) o más generalmente a partir de moléculas de origen biológico (es decir, a partir de sustratos naturales o derivados de sustratos naturales).

55 La biomasa y la zona de transferencia

Según las biomásas (paja, madera, etc.) es necesario una etapa de molienda para tener una granulometría compatible con los medios tecnológicos y las condiciones de operación de las etapas. Para ello, puede ser suficiente un simple despedazamiento, pero puede ser necesario realizar una molienda con o sin refinación.

60 En general, la biomasa molida tiene un tamaño de partícula (el tamaño más grande) de a lo sumo 300 mm. Por lo general, la molienda de la paja se realiza con rejillas de 5 a 100 mm y la madera se despedaza en plaquetas rectangulares con una longitud comprendida entre 20 y 160 mm, un ancho comprendido entre 10 y 100 mm y un espesor comprendido entre 2 y 20 mm.

65 La biomasa molida se alimenta a la primera zona de la etapa de impregnación a través de una primera zona de

transferencia. De forma ventajosa, estas zonas están separadas por un tapón de biomasa, que impide que el líquido suba de dicha primera zona a la zona de transferencia o incluso más arriba.

5 De acuerdo con la invención, las zonas de transferencia con presión descritas en el texto están provistas de tornillos con una zona cónica de compresión que permite la formación de un tapón hermético y, opcionalmente, de una zona perforada que permite la liberación de un licor. Cuando la biomasa tratada tiene un contenido inicial de MS inferior al 70 %, se puede producir un jugo de la biomasa en la primera zona de transferencia bajo el efecto de la compresión, y este jugo se puede recoger por separado de la biomasa que se transfiere a la primera zona de impregnación.

10 Un medio generalmente usado para este propósito es un tornillo llamado "tornillo de sellado" o "tornillo de tapón" conocido por el experto.

15 Este tornillo tiene una parte de forma cónica, estando dicha parte cónica conectada a la parte inferior de la primera zona de impregnación. El tapón de biomasa se crea justo al final de esta porción cónica antes de entrar en la primera zona de impregnación.

20 Este tornillo realiza así una doble función: por un lado, la introducción de la biomasa de forma continua en el reactor de impregnación y por otro lado la formación de un tapón para sellar e impedir las fugas de licor del reactor de impregnación hacia el tornillo y aguas arriba del tornillo.

La etapa de impregnación

25 La impregnación se lleva a cabo a presión atmosférica y a una temperatura de 10-95 °C. El tiempo de residencia de la biomasa en la etapa de impregnación es generalmente de 1 min-60 min, preferentemente al menos 2 min, preferentemente al menos 5 min, preferentemente a lo sumo 45 min, y más frecuentemente de 2-35 min. Preferentemente, se lleva a cabo en una sola etapa.

30 La etapa se lleva a cabo en un reactor de impregnación (o impregnador) de forma tubular y vertical o inclinado con un ángulo inferior a 60° con respecto a la vertical. Este reactor comprende 2 zonas de impregnación superpuestas y preferentemente situadas en el mismo eje. La zona de abajo se denomina primera zona de impregnación y a través de una abertura recibe la biomasa prensada que sale de la primera zona de transferencia. La zona situada arriba (zona superior) se denomina segunda zona de impregnación, y recibe la biomasa que proviene de la primera zona de impregnación.

35 El reactor (impregnador) está provisto de uno o más tornillos que transfieren la biomasa desde la parte inferior de la primera zona de impregnación hacia la abertura de salida a través de la parte superior de la segunda zona de impregnación.

40 La primera zona de impregnación (es decir, la zona donde tiene lugar la impregnación) corresponde al espacio lleno con el licor de impregnación. La segunda zona de impregnación no contiene una fase líquida continua. Es particularmente ventajoso mantener una distribución constante entre la primera zona de impregnación y la segunda zona de impregnación. Para conseguirlo, el reactor está equipado con un sistema de detección (sensor de nivel), preferentemente con un sistema de regulación del nivel de licor, que permite garantizar un llenado al nivel deseado.

45 El licor de impregnación es una solución acuosa que tiene un pH de 0,1 a 7,0, preferentemente de 0,1 a 6, o mejor de 0,1 a 2 y una temperatura de 10-95 °C. El ácido es generalmente el ácido sulfúrico. Este tipo de licor es bien conocido por el experto en la materia y es cualquier ácido usado normalmente para impregnación que sea apropiado. La cantidad de ácido y la temperatura del licor son generalmente fijas. Los medios para lograr y mantener la temperatura ya son conocidos por los expertos en la materia.

50 El efecto de compresión de la biomasa durante la formación del tapón (al nivel del tornillo de transferencia) y de descompresión en la entrada de la primera zona de impregnación rellena con licor permite una mejor absorción de la biomasa (efecto esponja). La biomasa se transfiere a través de la primera zona en donde la misma es impregnada hacia la segunda zona de impregnación situada por encima del nivel del licor.

55 En la segunda zona de impregnación, una parte del licor impregnado se separa de la biomasa impregnada por escurrimiento durante el ascenso hacia la segunda zona de impregnación, cayendo el licor escurrido a la primera zona de impregnación.

60 Preferentemente, la segunda zona de impregnación está provista de rejilla(s) que retienen la biomasa húmeda en la segunda zona de impregnación, rejilla que permite así que el líquido fluya de la segunda zona de impregnación hacia la primera zona de impregnación.

65 A la salida de la segunda zona de impregnación y del reactor de impregnación, la biomasa impregnada y en forma de gotas se recupera y contiene poco o nada de agua libre. Su contenido de materia seca suele variar entre el 15 y el 40 % en peso.

El licor separado, a menudo llamado licor usado, se encuentra al nivel del líquido de la primera zona de impregnación.

5 El impregnador está equipado con uno o más tubos para llevar el licor proveniente de una zona de preparación del licor, así como uno o más tubos para extraer el licor. Dichos tubos de entrada y salida del licor generalmente se instalan de manera opuesta entre la parte inferior y la parte superior de la primera zona de impregnación, lo que permite hacer funcionar el reciclaje en el mismo sentido o en el sentido contrario de la corriente.

10 Preparación del licor de impregnación

Debido a la impregnación, existe una pérdida de licor y acidez. Por lo tanto, es necesario añadir regularmente licor ácido fresco.

15 Estas adiciones pueden regular con precisión el nivel de licor en el reactor de impregnación.

La preparación del licor también es una etapa que permite regular sus parámetros operativos, tales como, por ejemplo, la temperatura, el pH o cualquier otra característica. La concentración adecuada de ácido se ajusta a través de las adiciones suplementarias de ácido y/o de agua.

20 Esto permite igualmente producir un licor homogéneo.

Esta etapa se realiza en una zona de preparación del licor.

25 Se pueden emplear diversos dispositivos como, por ejemplo, un tanque de mezclado equipado con un sistema de agitación o un mezclador (preferentemente un mezclador estático).

Preferentemente, el aparato está equipado con sensores de medición del pH y caudal de agua, ácido, licor usado y licor preparado...

30 El conjunto de sensores permite implementar un ajuste que equilibre los caudales y la acidez para tener un funcionamiento continuo estable en las condiciones deseadas.

35 El aparato de preparación del licor y/o el impregnador está(n) provisto(s) para realizar el calentamiento usando, por ejemplo, una doble envoltura, serpentines y/o intercambiadores dispuestos en el circuito cerrado de recirculación (descrito a continuación) adyacente o directamente sobre dichos aparatos (tanque, mezclador...).

El aparato usado para la preparación del licor está conectado al impregnador por uno o más tubos que transportan el licor.

40 El licor se puede preparar así con la concentración y el caudal adecuados que permitan lograr el pH (u otras características) determinado que puede ser el valor establecido para la regulación... No se detallarán los medios de control que el experto ya conoce.

45 De manera general, la zona de preparación del licor ácido está provista de

- un tubo que lleva el licor usado extraído de la segunda zona de transferencia a la zona de explosión con vapor y/o un tubo que lleva el licor usado extraído de la primera zona de impregnación,
- un tubo que lleva el ácido y/o un tubo que lleva agua
- 50 - un tubo de reciclaje en la primera zona de impregnación de dicho licor ácido preparado,
- un sistema de agitación y opcionalmente un medio de calentamiento.

55 A continuación se presentan ejemplos del circuito cerrado de recirculación.

Circuito cerrado simple de recirculación llamado de reciclaje mediante "bombeo de forma cíclica"

60 Un circuito cerrado de recirculación del licor se puede colocar ventajosamente alrededor de la primera zona de la etapa de impregnación y comúnmente se denomina "bombeo de forma cíclica" ya que se extrae y recicla en la misma zona.

65 Existen dos posibilidades para la reinyección: en el mismo sentido de la corriente (inyección en el fondo y extracción en la parte superior) o en contracorriente (inyección en la parte superior y extracción en el fondo). Este circuito cerrado permite tener una mejor homogeneidad y estabilidad del licor, un mejor contacto del licor con la biomasa y permite regular también el nivel de licor de la primera zona de impregnación.

Preferentemente, el licor se extrae cerca del nivel de líquido de la primera zona de impregnación después de la separación de la biomasa. Este licor se extrae en un lugar en donde la concentración del licor usado es significativa, de modo que, en la zona de preparación del licor, sus características se ajusten a aquellas del licor fresco.

5 Antes de su regreso, el licor usado pasa efectivamente por la etapa de preparación del licor en donde se añade ácido y/o agua en las proporciones adecuadas.

10 Esta disposición permite mejorar considerablemente la homogeneidad del licor en la primera zona de impregnación, tener un contacto más eficaz entre la biomasa y el licor y poder tener una temperatura más importante en la primera zona. En este caso, la ventaja es tener desviaciones reducidas entre las características de los licores frescos y los licores usados.

15 Las características del licor entrante en la etapa de preparación se miden por medio de sensores (del pH, del caudal...) y las cantidades del agua y/o del ácido que se agregarán se determinan mediante el sistema de control para lograr el(los) valor(s) establecidos, por ejemplo, el pH del licor que se va a reciclar hacia la primera zona de impregnación.

Descripción de las figuras que se seguirán a partir de las referencias siguientes:

20 *Figura 1: Reciclaje simple en el bombeo de forma cíclica (en el mismo sentido de la corriente)*

- 20 1: biomasa molida
- 2: 1ª zona/etapa de transferencia
- 25 3a: impregnador, primera zona
- 3b: impregnador, segunda zona
- 30 5: licor extraído del impregnador para el reciclaje en el bombeo de forma cíclica en el mismo sentido de la corriente
- 4: licor inyectado en el impregnador para el reciclaje en el bombeo de forma cíclica en el mismo sentido de la corriente
- 35 6: aparato (tanque) de preparación del licor
- 7: adición de agua en el tanque de preparación del licor
- 8: adición de ácido en el tanque de preparación del licor
- 40 9: segunda zona/etapa de transferencia
- 10: aguas abajo del procedimiento de impregnación (pretratamiento por explosión con vapor).

45 *Figura 2: Reciclaje simple después de la compresión aguas abajo de la impregnación*

- 45 1: biomasa molida
- 2: primera zona/etapa de transferencia
- 3a: impregnador, primera zona
- 3b: impregnador, segunda zona
- 50 4: licor inyectado en el impregnador para el reciclaje en el bombeo de forma cíclica en el mismo sentido de la corriente
- 6: tanque de preparación del licor
- 7: tubo para la adición de agua en el tanque de preparación del licor
- 8: tubo para la adición de ácido en el tanque de preparación del licor
- 55 9: segunda zona/etapa de transferencia
- 10: aguas abajo del procedimiento de impregnación (pretratamiento por explosión con vapor)
- 11: licor extraído por compresión (prensado) después de la impregnación en la segunda zona de transferencia

60 *Figura 3: Reciclaje doble en el bombeo de forma cíclica (en el mismo sentido de la corriente) y líquido de prensado*

- 60 1: biomasa molida
- 2: primera zona/etapa de transferencia
- 3a: impregnador, primera zona
- 3b: impregnador, segunda zona
- 65 4: licor inyectado en el impregnador para el reciclaje en el bombeo de forma cíclica en el mismo sentido de la corriente

- 5: licor extraído del impregnador para el reciclaje en el bombeo de forma cíclica en el mismo sentido de la corriente
- 6: tanque de preparación del licor
- 7: adición de agua en el tanque de preparación del licor
- 8: tubo para la adición de ácido en el tanque de preparación del licor
- 9: segunda zona/etapa de transferencia
- 10: aguas abajo del procedimiento de impregnación (pretratamiento por explosión con vapor)
- 11: licor extraído por compresión (prensado) después de la impregnación en la segunda zona de transferencia.

La figura 1 ilustra el funcionamiento de este circuito cerrado.

La biomasa contaminada se introduce por medio del tubo 1 en el procedimiento y se transfiere (primera zona de transferencia 2) al impregnador 3, y más concretamente hacia la primera zona de impregnación del impregnador 3a. Esta zona contiene el licor transportado a través del tubo 4 y que proviene del aparato (etapa) 6 para la preparación del licor. Este aparato 6 recibe a través del tubo 5, proviniendo el licor de la segunda zona de impregnación 3b del impregnador y que se ha separado de la biomasa y está provisto de los tubos 7 y 8 para la adición de agua y ácido, respectivamente. La biomasa húmeda obtenida después de la separación del líquido se transfiere desde la segunda zona de transferencia 9 a la siguiente etapa del procedimiento, que suele ser una etapa de pretratamiento por explosión con vapor, realizada por ejemplo en la zona 10.

Circuito cerrado simple de recirculación con uno o más otros flujos de líquido aguas abajo

Otras corrientes de líquidos separadas después de la etapa de impregnación (o después del impregnador), y más concretamente después de la segunda zona de impregnación de esta etapa, también se pueden reciclar en la impregnación después de pasar por la etapa (dispositivo) de preparación del licor. Ventajosamente, las características de flujo se miden mediante sensores (del caudal, pH, antes de la introducción del flujo en la etapa de preparación. El control por el dispositivo permite la adición de agua y/o ácido en las proporciones correctas para preparar el licor con las características adecuadas. Preferentemente, dicho flujo es el líquido de prensado (líquido que sale de la segunda zona de transferencia de la biomasa húmeda a la etapa de explosión con vapor). De hecho, este flujo es un licor usado que todavía contiene el ácido que es valioso.

La operación de un reciclaje de líquido aguas abajo de la impregnación es la siguiente (con referencia a la figura 2): no se repetirán la descripción ni las referencias comentadas en la figura 1 porque son idénticas.

En la figura 2, el tubo 11 lleva el líquido de prensado a la etapa de preparación de licor. El líquido de prensado que proviene de la segunda zona de transferencia 9 (transferencia de la biomasa húmeda a la zona de explosión con vapor).

Por el contrario, en esta disposición de la figura 2, el licor usado separado de la biomasa en la segunda zona de impregnación del impregnador no se envía hacia la etapa de preparación del licor.

Esta disposición se usa preferentemente cuando existe poca diferencia entre el licor fresco que entra en la primera zona y el licor usado separado de la biomasa en el líquido de prensado (o más generalmente en este otro flujo).

Circuito cerrado de recirculación denominado de doble reciclaje

Este combina los 2 ciclos de reciclaje anteriores para beneficiarse de sus ventajas acumuladas.

La figura 3 ilustra el funcionamiento de un doble reciclaje. No se repetirán las descripciones de las figuras anteriores, que son idénticas.

De este modo, en las figuras 1 y 3, el licor usado 5 de la primera zona de impregnación del impregnador se hace circular en el circuito que pasa por la zona de preparación del licor. Este reciclaje se puede realizar en el mismo sentido o el sentido contrario de la circulación de la biomasa en la primera zona de impregnación del impregnador.

Asimismo, el licor aguas abajo 11 (que es, por ejemplo, el líquido de prensado que sale de la segunda zona de transferencia) se envía a la zona de preparación. De este modo, la zona de preparación del licor recibe dos (o más) licores usados y los mezcla.

Los sensores mencionados anteriormente envían la información necesaria para determinar las cantidades apropiadas de agua y ácido que se agregarán para obtener un licor reciclado que tenga el pH y el caudal deseados para la primera zona del impregnador.

Según la invención, la etapa de preparación del licor se puede realizar de diferentes maneras:

- con la extracción del licor del impregnador y el reciclaje del licor hacia la primera zona de impregnación del impregnador;

- con la extracción de uno o más líquidos presente(s) aguas abajo de la impregnación (tal como el líquido de prensado) y el reciclaje hacia la primera zona de impregnación del impregnador; esta disposición es interesante, especialmente en los casos en que hay poca diferencia de características entre el licor corriente abajo y el licor fresco,

- con el doble reciclaje, es decir, con la extracción del licor del impregnador y el reciclaje del licor hacia la primera zona de impregnación del impregnador y también la extracción de uno o más líquidos presente(s) aguas abajo de la impregnación y el reciclaje hacia la primera zona de impregnación del impregnador. Esta disposición es muy preferida.

Zona de transferencia con presión hacia la etapa de explosión con vapor

La biomasa húmeda que proviene de la segunda zona de impregnación de la etapa de impregnación se transfiere continuamente a la etapa de explosión con vapor a través de una segunda zona de transferencia.

Esta segunda zona de transferencia está separada de las zonas de impregnación y no está dispuesta en la cámara de ninguna de las zonas de impregnación. Por ejemplo, en el caso de un impregnador que comprende 2 zonas (impregnación y escurrimiento), la zona de transferencia está fuera del impregnador.

Esta segunda zona de transferencia está separada igualmente de las zonas de explosión con vapor.

De la misma manera que en la primera zona de transferencia que lleva la biomasa a la etapa de impregnación, la segunda zona de impregnación y el reactor en el que tiene lugar la etapa de explosión con vapor están separados por un tapón de biomasa. Dicho tapón evita que el líquido suba de las zonas de explosión con vapor de la primera zona a la zona de transferencia o más arriba.

Este sellado se proporciona en la segunda zona de transferencia entre dicha segunda zona de impregnación de la etapa de impregnación y la primera zona de la etapa de explosión con vapor.

Un medio generalmente usado para este propósito es un tornillo llamado "tornillo de tapón" conocido por el experto. La parte cónica del tornillo está conectada aquí a la primera zona de explosión con vapor. La parte no cónica está conectada a dicha segunda zona de impregnación.

La formación de un tapón de biomasa asegura la hermeticidad a la presión del reactor de explosión con vapor, evitando así fugas peligrosas de vapor.

En dicha segunda zona de transferencia, la biomasa húmeda se comprime para aumentar el contenido de materia seca de la biomasa. El contenido de materia seca logrado de la biomasa es generalmente de al menos 40 % en peso, preferentemente es mayor de 40 % en peso e incluso más preferentemente es de 40 % en peso a 70 % en peso.

La segunda zona de transferencia también está provista de un tubo de extracción del licor usado (denominado el líquido del prensado) separado de la biomasa húmeda durante el prensado.

El licor usado se recicla preferentemente a la etapa de impregnación, como se describió anteriormente.

Cabe señalar que la biomasa escurrida no sufre ningún tratamiento mecánico antes de la hidrólisis para reducir los tamaños.

La etapa de explosión con vapor llevada a cabo en una zona de explosión con vapor

Utiliza generalmente:

- una zona de cocción, en la cual la biomasa se pone en contacto durante 1-30 min con vapor con un consumo específico de vapor de 0,05-10 t/t de materia seca de biomasa, estando dicha zona a una temperatura de 150-250 °C y una presión de 0,5-4 MPa,
- después una zona de expansión de la biomasa que sale de la zona de cocción
- después una zona de separación del vapor de la biomasa.

El vapor recuperado se recicla ventajosamente después de la compresión en la etapa de explosión con vapor, u opcionalmente se recicla a los servicios públicos del sitio.

Preferentemente, esta etapa se realiza en un reactor tubular horizontal (es decir, que puede estar muy ligeramente inclinado hacia el flujo de líquido).

5 La zona de cocción de la biomasa está equipada con un tubo para alimentar la biomasa prensada que sale de la segunda zona de transferencia y un tubo de inyección de vapor. La cocción se realiza a altas temperaturas y bajo presión. Esta presurización se garantiza mediante inyección de vapor para lograr una presión de 0,5-4 MPa. La temperatura de cocción es generalmente de 150-250 °C. Preferentemente, las condiciones se establecen de manera que el tiempo de cocción se limite a 1-30 min.

10 La etapa usa un reactor que está equipado con un tornillo para transferir la biomasa a través de las zonas sucesivas. El tornillo asegura el transporte continuo de la biomasa, la velocidad del tornillo se ajusta para cumplir las condiciones del tiempo de residencia.

10 Al final del tornillo (al final del reactor), la biomasa es arrastrada muy rápidamente por el vapor a una zona de expansión en una línea llamada "línea de soplado" que tiene un diámetro reducido en relación con la zona de cocción.

15 La zona de expansión comprende una línea en la que la biomasa fluye y pasa a un dispositivo reductor de sección y, después de superar la restricción, se produce una expansión repentina.

20 La "línea de soplado" tiene un elemento de restricción de sección que puede ser un orificio o una válvula de apertura ajustable (una válvula de diafragma, por ejemplo) que permite una sección de paso pequeña. A nivel de esta restricción, la biomasa llega con una velocidad de transporte muy alta, y experimenta cambios rápidos y sustanciales de presión, luego una expansión repentina después de superar la restricción, lo que desestructura la biomasa cocida. Este es el motivo por el que se habla de una explosión con vapor. Esta restricción fija el caudal de vapor y por lo tanto el consumo específico de vapor (caudal de vapor/caudal de biomasa seca). En general, este consumo específico de vapor es de 0,05-10 toneladas/tonelada de materia seca.

25 Una vez pasada la zona de expansión, la biomasa es impulsada por el vapor como consecuencia del "tubo de soplado" que tiene un diámetro mayor que la restricción (o regresa a su diámetro aguas arriba de la restricción) y lleva a la biomasa a una zona de separación del vapor, por ejemplo por un ciclón.

30 La biomasa explotada que proviene de la zona de separación presenta ahora una accesibilidad a la celulosa por las enzimas lo suficiente como para ser tratada por hidrólisis enzimática para producir azúcares de 2G.

30 Las condiciones de la hidrólisis enzimática y de la fermentación consecutiva o simultánea se adaptan a los productos deseados y son conocidas por los expertos en la materia.

35 Este procedimiento según la invención encuentra una aplicación particularmente interesante en un procedimiento de preparación de azúcares a partir de la biomasa lignocelulósica y en el procedimiento de producción de etanol a partir de los jugos azucarados.

40 Tales procedimientos son conocidos. Un procedimiento de preparación de azúcares a partir de la biomasa lignocelulósica comprende un pretratamiento, que es ventajosamente una explosión con vapor, seguido de hidrólisis enzimática, seguido de una hidrólisis enzimática. El procedimiento para producir etanol a partir de azúcares comprende además la fermentación alcohólica de dichos azúcares.

45 En un procedimiento de acuerdo con la invención, al menos una parte de la biomasa que sale de la etapa de explosión con vapor se somete a una hidrólisis enzimática y se obtiene un jugo de azúcares. Preferentemente, dicha biomasa se introduce sin ninguna etapa mecánica intermedia en el reactor de hidrólisis enzimática.

50 En un procedimiento de acuerdo con la invención, al menos una parte de la biomasa que sale de la etapa de explosión con vapor se somete a una hidrólisis enzimática, se obtienen jugos azucarados y al menos una parte de los jugos azucarados se somete a una fermentación alcohólica.

Ejemplos

55 En los ejemplos que se describen a continuación, El acrónimo "MS" indica el contenido de materia seca que se mide de acuerdo con la norma ASTM E1756-08 (2015) "Método de prueba estándar para la determinación de sólidos totales en la biomasa".

Ejemplo 1 (comparativo)

60 En este ejemplo 1, la biomasa tratada es la paja previamente triturada en una rejilla de 50 mm. La paja triturada tiene un contenido de MS de 90,2 % y un contenido de glucosa estimado de 39,9 g por 100 g de MS y un contenido de xilosa estimado de 26,6 g por 100 g de MS.

65 La paja se trata de acuerdo con un procedimiento no de acuerdo con la invención.

En una primera etapa, la paja triturada se pone en contacto en tanques durante 4 horas con un licor ácido precalentado

a 70 °C. La operación de contacto (impregnación del licor) se hace de forma discontinua de la siguiente manera: un tanque de retención de 1 m³ se llena con 62,1 kg de paja triturada (o sea 56 kg MS), a continuación se coloca una rejilla sobre la paja triturada y a continuación se lastra con 4 pesas de 2 kg cada una. 685 kg de licor ácido que contienen 4,72 kg de ácido H₂SO₄ y el complemento de agua, se introducen a continuación en el tanque. Después de 4 minutos de contacto, el tanque se drena por drenaje por gravedad. La cantidad media de licor extraído es de 469 kg. La biomasa escurrida se transfiere después a una tolva amortiguadora, y a continuación se vierte en una banda transportadora y finalmente se introduce en un tornillo cónico de transferencia a la herramienta de cocción continua, a un caudal medio de 203,2 kg/h. Para mantener la velocidad de alimentación, se preparó un tanque cada 82 minutos. Durante el paso a través del tornillo cónico de transferencia, se forma un tapón de biomasa, que asegura la hermeticidad del reactor de cocción mantenido a 190 °C. Del líquido se extrae de la biomasa durante su compresión en el tornillo cónico de transferencia, a razón de 133,6 kg/h como término medio. El reactor de cocción se mantiene a 190 °C mediante la adición de vapor, a un caudal medio de 384,7 kg/h. A la salida del reactor, la biomasa se despresuriza rápidamente y se recoge en un tanque a presión atmosférica. Durante la transferencia entre el reactor de cocción y el tanque de recolección, el sustrato pretratado se separa de la fase gaseosa en un ciclón. El caudal recogido de la biomasa así pretratada es de 85,5 kg/h. Su MS medida es del 40,7 %. Los vapores separados en la parte superior del ciclón se condensan y el condensado se recoge con un caudal de 368,8 kg.

La biomasa pretratada tiene un contenido potencial de xilosa de 20,2 g por 100 g de MS, del cual 17,5 g por 100 g de MS están en forma de monómeros y oligómeros de xilosa solubles.

De este modo, el balance de xilosa muestra una conversión del 91,3 % de la xilosa inicialmente presente.

El procedimiento del ejemplo 1, no de acuerdo con la invención, necesita los consumos específicos siguientes (expresados como 1 kg de MS tratada)

- agua: 12,14 kg de agua/kg de MS tratada
- ácido sulfúrico: 84,3 g/kg de MS tratada
- vapor: 9,4 kg/kg de MS tratada

Además, el procedimiento del ejemplo 1 a tiene necesidades importantes en equipamientos: un volumen mínimo para el contacto de 2,2 m³. El volumen a bombear para llenar los tanques de contacto es de aproximadamente 0,5 m³/h.

Ejemplo 2 (de acuerdo con la invención)

En el ejemplo 2, la biomasa tratada es la paja idéntica a la del ejemplo 1. La biomasa molida se alimenta a un caudal medio de 45,4 kg/h en la herramienta de impregnación a través de una primera zona de transferencia en la que es comprimida. La biomasa comprimida se introduce en una herramienta de impregnación de altura útil de 2 metros, equipada con dos tornillos paralelos que permiten el transporte vertical de la biomasa a una velocidad lineal de 106 m/h. El volumen útil total de la herramienta de impregnación es de 78 litros, con un volumen de la primera zona de impregnación (zona denominada sumergida) de 45 litros. A 5 cm por debajo del nivel del líquido, se añaden 412 kg/h de licor ácido, proviniendo este licor ácido de una zona de preparación de dicho licor. La temperatura del licor ácido inyectado es de 80 °C. Así, en la primera zona de impregnación, la biomasa se pone en contacto con un licor ácido. La temperatura media en la primera zona de impregnación es de 73,5 °C.

En la parte inferior de la herramienta de impregnación, se lleva a cabo una extracción de líquido (licor usado), a un caudal de 232,1 kg/h. De acuerdo con la invención, este líquido se devuelve a la zona de preparación del licor. La salida de la biomasa impregnada es efectuada por la parte superior del reactor de impregnación a un caudal de 225,3 kg/h.

En la zona de preparación del licor ácido, llegan tres flujos: el licor usado extraído de la herramienta de impregnación (a razón de 232,1 kg/h), el ácido sulfúrico, (expresado en 100 % en peso equivalente) a un caudal de 2,52 kg/h, y agua a un caudal de 177,4 kg/h. Estos flujos se mezclan en un tanque agitado de volumen unitario de 560 litros, el licor preparado se extrae (con un caudal de 412 kg/h), se envía a un intercambiador de calor para calentarlo a una temperatura de 80 °C, a continuación se inyecta en la herramienta de impregnación como se describió anteriormente.

La paja impregnada de licor ácido se transporta a continuación sobre una banda, luego se transfiere a la herramienta de cocción a través de una zona de transferencia en un tornillo cónico. Durante esta transferencia, un líquido (licor usado) fluye a un caudal de 127,8 kg/h.

En el reactor de cocción, el vapor se inyecta a un caudal de 347 kg/h. Esta inyección de vapor permite mantener la temperatura del reactor a 190 °C. A la salida del reactor, la biomasa se despresuriza rápidamente y se recoge en un tanque a presión atmosférica. Durante la transferencia entre el reactor de cocción y el tanque de recolección, el sustrato pretratado se separa de la fase gaseosa en un ciclón. El caudal recogido de sustrato así pretratado es de 92,8 kg/h. Su MS medida es del 38,5 %. Los vapores separados en la parte superior del ciclón se condensan de modo que se produce un condensado con un caudal de condensado de 351,8 kg.

El sustrato pretratado tiene un contenido potencial de xilosa de 19,8 g por 100 g de MS, del cual 17,3 g por 100 g de MS están en forma de monómeros y oligómeros de xilosa solubles. De este modo, el balance de xilosa muestra una conversión del 91,7 % de la xilosa inicialmente presente.

5 El procedimiento del ejemplo 2, de acuerdo con la invención, necesita los consumos específicos siguientes (expresados como 1 kg de MS tratada)

- agua: 4,34 kg de agua/kg de MS tratada
- ácido sulfúrico: 61,5 g/kg de MS tratada
- 10 • vapor: 8,5 kg/kg de MS tratada

De este modo, el procedimiento de acuerdo con la invención del ejemplo 2 permite alcanzar los mismos niveles de conversión de xilosa en la etapa de pretratamiento que en el ejemplo 1 al mismo tiempo que garantiza una reducción significativa en el consumo de agua y ácido, respectivamente un 64 % de reducción del consumo de agua y un 27 % de reducción del consumo de ácido.

Además, el procedimiento del ejemplo 2 tiene requisitos reducidos en cuanto al equipamiento: un volumen mínimo para la impregnación del licor ácido de menos de 1 m³, incluido el tanque de preparación del licor y la herramienta de impregnación. El volumen a bombear para el bombeo y extracción de los licores alrededor de la impregnación es de aproximadamente 0,6 m³/h.

Ejemplo 3 (de acuerdo con la invención)

25 El ejemplo 3 usa como biomasa madera de álamo, en forma de plaquetas de tamaño medio de 50 mm de longitud y 10 mm de espesor y con un contenido inicial de MS del 55,7 %. Antes del tratamiento, la biomasa está a temperatura ambiente, es decir a aproximadamente 20 °C.

La biomasa se introduce en la misma herramienta de impregnación que la del ejemplo 2, a través de una primera zona de transferencia a un caudal medio de 140,2 kg/h. La biomasa comprimida se introduce en una herramienta de impregnación de altura útil de 2 metros, equipada con dos tornillos paralelos que permiten el transporte vertical de la biomasa a una velocidad lineal de 106 m/h. En la parte inferior de la herramienta de impregnación, se añaden 163,9 kg/h de licor ácido, proviniendo este licor ácido de una zona de preparación. La temperatura del licor ácido inyectado es de 80 °C. Así, en la primera zona de impregnación, la biomasa se pone en contacto con un licor ácido. La temperatura media en la primera zona de impregnación es de 55,9 °C. A la salida de la herramienta de impregnación, la biomasa impregnada se extrae a un caudal de 304 kg/h. La MS medida es de 27,1 % de MS según la norma ASTM E1756.

La biomasa impregnada se transporta a continuación sobre una banda, luego se transfiere a la herramienta de cocción a través de una zona de transferencia en un tornillo cónico. Durante esta transferencia, un líquido (licor ácido usado) fluye a un caudal de 161,7 kg/h. De acuerdo con la invención, este líquido denominado líquido de prensado, se recoge y se bombea a la zona de preparación del licor ácido. En el reactor de cocción, el vapor se inyecta a un caudal de 416,9 kg/h. Esta inyección de vapor permite mantener la temperatura y la presión del reactor, respectivamente a 200 °C y 1,49 MPa. A la salida del reactor de cocción, la biomasa se despresuriza rápidamente y se recoge en un tanque a presión atmosférica. Durante la transferencia entre el reactor de cocción y el tanque de recolección, el sustrato pretratado se separa de la fase gaseosa en un ciclón. El caudal recogido de sustrato así pretratado es de 145,9 kg/h. Su MS medida es del 49,9 %. Los vapores separados en la parte superior del ciclón se condensan de modo que se produce un condensado con un caudal de aproximadamente 413,3 kg.

El líquido de prensado que se extrae de la segunda zona de transferencia hacia el reactor de cocción se envía a la zona de preparación del licor. Esta zona está constituida por un tanque de mezclado y un intercambiador de calor. El tanque de mezclado es alimentado por un tubo de adición de agua, un tubo de adición de una solución concentrada de ácido H₂SO₄ y un tubo que lleva el líquido del líquido de prensado reciclado, y que dispone de un tubo de extracción del licor preparado. El intercambiador de calor se coloca en el tubo del licor preparado, que se extiende desde el tanque de mezclado hasta el impregnador y, por lo tanto, permite calentar el licor a la salida del tanque y controlar la temperatura del licor introducido en la herramienta de impregnación, independientemente de la temperatura del tanque de mezclado y sus entradas. En la configuración adoptada, las adiciones de agua y del H₂SO₄ (100 %) son respectivamente de 1,2 kg/h y 1 kg/h. La temperatura de salida del intercambiador de calor es de 80 °C para el licor ácido. De este modo, la implementación del procedimiento de acuerdo con la invención permite tratar la madera con un consumo mínimo de ácido y agua. El consumo específico de ácido es de 12,8 g/kg de MS entrante y el consumo específico de agua es de 15,4 g/kg de MS.

Ejemplo 4 (de acuerdo con la invención)

65 El ejemplo 4 procesa la misma madera de álamo que la del ejemplo 3. El procedimiento trata así un caudal nominal de 140,2 kg/h de madera de álamo en forma de plaquetas de tamaño medio de 50 mm de longitud y 10 mm de grosor, cuyo contenido inicial de MS es de 55,7 % y que se ha almacenado antes del tratamiento a una temperatura de 20 °C.

- La biomasa se introduce en la misma herramienta de impregnación que en el ejemplo 2 a través de una primera zona de transferencia. La biomasa comprimida se introduce en una herramienta de impregnación de altura útil de 2 metros, equipada con dos tornillos paralelos que permiten el transporte vertical de la biomasa a una velocidad lineal de 106 m/h. En la parte inferior de la herramienta de impregnación, se añaden 570 kg/h de licor ácido, proviniendo este licor ácido de una zona de preparación del licor. La temperatura del licor ácido inyectado es de 80 °C. Así, en la primera herramienta de impregnación, la biomasa transferida se pone en contacto con un licor ácido. A 15 cm por debajo del nivel del líquido, se lleva a cabo una extracción del licor usado, a un caudal de 407 kg/h. Este licor usado se envía a la zona de preparación del licor de acuerdo con la invención.
- La temperatura media en la primera zona de impregnación es de 70,1 °C. A la salida de la herramienta de impregnación, la biomasa impregnada se extrae a un caudal de 303,1 kg/h. La MS medida es del 27,2 % según la norma ASTM E1756.
- La biomasa impregnada se transporta a continuación sobre una banda, luego se transfiere a la herramienta de cocción a través de una zona de transferencia en un tornillo cónico. Durante esta transferencia, un líquido (licor usado) fluye a un caudal de 161,7 kg/h. Este líquido, denominado líquido de prensado, se recoge y se bombea a la zona de preparación del licor ácido. En el reactor de cocción, el vapor se inyecta a un caudal de 414,2 kg/h. Esta inyección de vapor permite mantener la temperatura y la presión del reactor, respectivamente a 200 °C y 1,49 MPa. A la salida del reactor, la biomasa se despresuriza rápidamente y se recoge en un tanque a presión atmosférica. Durante la transferencia entre el reactor de cocción y el tanque de recolección, la biomasa pretratada se separa de la fase gaseosa en un ciclón. El caudal recogido de la biomasa pretratada es de 142,5 kg/h. Su MS medida es del 51,1 %. Los vapores separados en la parte superior del ciclón se condensan dando lugar a un condensado con un caudal de 413,1 kg. De acuerdo con la invención, el líquido de prensado que se extrae de la segunda zona de transferencia hacia el reactor de cocción se envía a la zona de preparación del licor. Esta zona está constituida por un tanque de mezclado y un intercambiador de calor. El tanque de mezclado es alimentado por un tubo de adición de agua, un tubo de adición de una solución concentrada de ácido H₂SO₄, un tubo que lleva el líquido de prensado reciclado y un tubo que lleva el licor extraído de la primera zona de impregnación. El tanque también tiene un tubo de descarga del licor preparado. El inventario del tanque de mezclado se mantiene en 1100 kg. El intercambiador de calor se coloca en el tubo del licor preparado, que se extiende desde el tanque de mezclado hasta el impregnador y, por lo tanto, permite calentar el licor a la salida del tanque y controlar la temperatura del licor introducido en la herramienta de impregnación, independientemente de la temperatura del tanque de mezclado y sus entradas. En la configuración adoptada, las adiciones de agua y H₂SO₄ son respectivamente de 1,2 kg/h y 1 kg/h. La temperatura de salida del intercambiador de calor es de 80 °C para el licor ácido.
- De este modo, el uso de una extracción del licor usado en la primera zona de impregnación y de una extracción del líquido de prensado con su reciclaje hacia el tanque de preparación del licor permite aumentar la temperatura en la primera zona de impregnación de 14,2 °C mientras se mantiene la temperatura de calentamiento del licor preparado a 80 °C, o por debajo de la temperatura de formación de burbuja de dicho licor.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento continuo de tratamiento de una biomasa lignocelulósica para la producción de jugos azucarados, que se lleva a cabo antes de una hidrólisis enzimática, comprendiendo el procedimiento

5 1) una primera zona de transferencia de una biomasa molida a una primera zona de impregnación de la etapa de impregnación, estando separadas dichas zonas por un tapón de biomasa que evita que el líquido suba de dicha primera zona de impregnación a la primera zona de transferencia,

10 2) una etapa de impregnación a presión atmosférica realizada en 2 zonas de impregnación superpuestas que operan a una temperatura de 10-95 °C, siendo el tiempo de residencia de la biomasa en dicha etapa de 1 min-60 min, y

15 - dicha primera zona de impregnación recibe la biomasa comprimida que sale de la primera zona de transferencia y que contiene un licor de impregnación a un pH comprendido entre 0,1 y 7 y

- dicha biomasa se transfiere a una segunda zona de impregnación, situada sobre dicha primera zona de impregnación, en la que la biomasa impregnada escurre de manera que se produce una biomasa húmeda resultante con un contenido de materia seca comprendido entre el 15 % en peso y el 40 % en peso y un licor separado,

20 3) una segunda zona de transferencia de la biomasa húmeda a la etapa de explosión con vapor,

- estando dispuesta dicha segunda zona de transferencia en una cámara separada por un lado de las zonas de impregnación de dicha etapa de impregnación y por otro lado de las zonas de la etapa de explosión con vapor,

25 - estando la segunda zona de impregnación y el reactor de la etapa de explosión con vapor separadas herméticamente por un tapón de biomasa, y

- en dicha segunda zona de transferencia, la biomasa húmeda se comprime para aumentar el contenido de materia seca de la biomasa hasta el 40 % en peso o más, y producir un licor resultante,

30 4) una etapa de explosión con vapor que comprende

- una zona de cocción durante 1-30 min de la biomasa por inyección de vapor con un consumo específico de vapor comprendido entre 0,05 y 10 t/t de materia seca de biomasa que entra en dicha zona, estando dicha zona de cocción a una temperatura de 150-250 °C y a una presión de 0,5-4 MPa,

35 - después una zona de expansión de la biomasa que sale de la zona de cocción,

- después una zona de separación del vapor de la biomasa,

40 5) una etapa de preparación de licor utilizando un aparato de preparación capaz de,

- recibir el licor extraído de la segunda zona de transferencia y/o de la primera zona de impregnación,

- recibir suministros de ácido y/o agua determinados para mantener el pH de entrada de la primera zona de impregnación en un valor comprendido entre 0,1 y 7

45 y en el que el licor preparado se introduce en la primera zona de impregnación.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el cual dicha etapa de impregnación se realiza en una sola etapa.

50 3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual

- la etapa de impregnación se lleva a cabo en 2 zonas de impregnación dispuestas verticalmente una sobre la otra y a lo largo del mismo eje, separadas para dejar pasar el licor de la segunda zona a la primera zona de impregnación, y retener la biomasa en la segunda zona de impregnación, asegurando el nivel de líquido de la primera zona de impregnación la separación entre dichas 2 zonas,

55 - dicha biomasa se transfiere por medio de tornillos de dicha primera zona de impregnación a dicha segunda zona de impregnación.

60 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual el nivel del licor se mantiene casi constante por aporte de líquido ácido.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual el licor ácido es únicamente una solución de ácido sulfúrico.

65 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual el licor ácido tiene un pH comprendido entre 0,1 y 2.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicha etapa de preparación del licor ácido recibe el licor extraído de la segunda zona de transferencia y opcionalmente el licor de la primera zona de impregnación.
- 5 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual dicha etapa de preparación del licor ácido recibe el licor de la primera zona de impregnación y opcionalmente el licor extraído de la segunda zona de transferencia.
- 10 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual en dicha segunda zona de transferencia de la biomasa húmeda el contenido de materia seca de la biomasa después de la presión está entre el 40 % y el 70 % en peso, y preferentemente es superior a 40 % en peso.
- 15 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual la zona de cocción es un reactor tubular horizontal, y está provisto de uno o más tornillos que transportan la biomasa de la segunda zona de transferencia aguas arriba hacia la zona de expansión aguas abajo.
- 20 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual la biomasa molida tiene un tamaño de como máximo 300 mm.
- 25 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en el cual al menos una parte de la biomasa que sale de la etapa de explosión con vapor se somete a una hidrólisis enzimática y se obtiene un jugo de azúcares.
- 30 13. Procedimiento según la reivindicación 12, en el cual al menos una parte de los jugos azucarados se somete a una fermentación alcohólica.
- 35 14. Instalación de tratamiento continuo de una biomasa lignocelulósica antes de la hidrólisis enzimática, que comprende:
- 40 1) una primera zona de transferencia con presión de la biomasa molida a una primera zona de impregnación de un reactor de impregnación, estando separadas dichas zonas por un tapón de biomasa que evita que el líquido suba de dicha primera zona de impregnación a la primera zona de transferencia,
- 45 2) un reactor de impregnación que comprende 2 zonas de impregnación superpuestas, estando situada la segunda zona de impregnación sobre la primera zona de impregnación
- 50 - conteniendo dicha primera zona de impregnación un licor ácido y estando provista de una abertura de entrada de la biomasa comprimida que sale de la primera zona de transferencia,
- 55 - estando el reactor provisto de un tornillo que transfiere dicha biomasa de dicha abertura de entrada en la primera zona de impregnación a la abertura de salida de la segunda zona de impregnación,
- 60 - estando la segunda zona de impregnación situada sobre el líquido de la primera zona de impregnación provista de rejilla(s) que dejan escurrir el líquido de la segunda zona de impregnación en la primera zona de impregnación y reteniendo la biomasa húmeda en la segunda zona,
- 65 3) una segunda zona de transferencia con presión de la biomasa húmeda a una primera zona de explosión con vapor,
- 70 - estando dispuesta dicha segunda zona de transferencia en una cámara separada por un lado de las zonas de impregnación y por otro lado de la zona de explosión con vapor,
- 75 - estando separadas la segunda zona de impregnación y la zona de explosión con vapor por un tapón de biomasa comprimido para aumentar el contenido de materia seca de la biomasa hasta el 40 % en peso o más, evitando dicho tapón que el líquido suba de dicha primera zona hacia la segunda zona de transferencia, y
- 80 - estando dicha segunda zona de transferencia, provista de un tubo de extracción para el licor usado separado de la biomasa húmeda durante el prensado,
- 85 4) la zona de explosión con vapor que tiene un tornillo de transferencia de la biomasa a través de las zonas sucesivas siguientes:
- 90 - una zona de cocción de la biomasa equipada con un tubo para alimentar la biomasa prensada que sale de la segunda zona de transferencia y un tubo de inyección de vapor,
- 95 - una zona de expansión de la biomasa que sale de la zona de cocción,
- 5) una zona de preparación del licor ácido suministrado
- un tubo que lleva el licor usado extraído de la segunda zona de transferencia a la de explosión y/o un tubo que lleva el licor usado extraído de la primera zona de impregnación,
- un tubo que lleva el ácido y/o un tubo que lleva agua

ES 2 811 353 T3

- un tubo de reciclaje en la primera zona de impregnación de dicho licor ácido preparado,
- un sistema de agitación y opcionalmente un medio de calentamiento.

Figura 1: Reciclaje simple en el bombeo de forma cíclica (en el mismo sentido de la corriente)

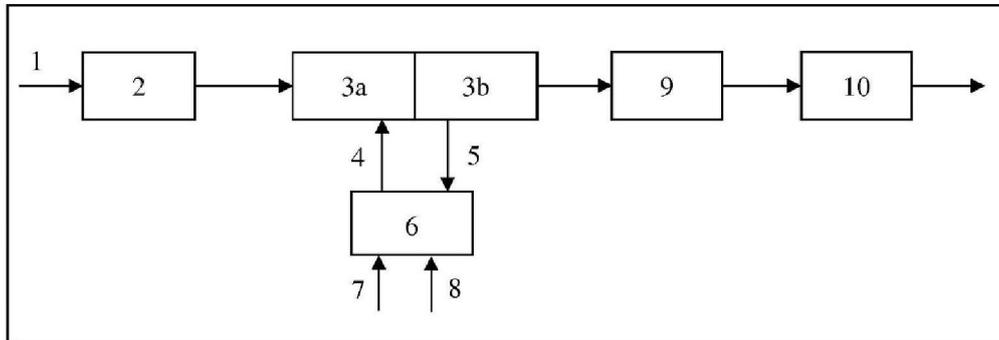


Figura 2 : Reciclaje simple después de la compresión aguas abajo de la impregnación

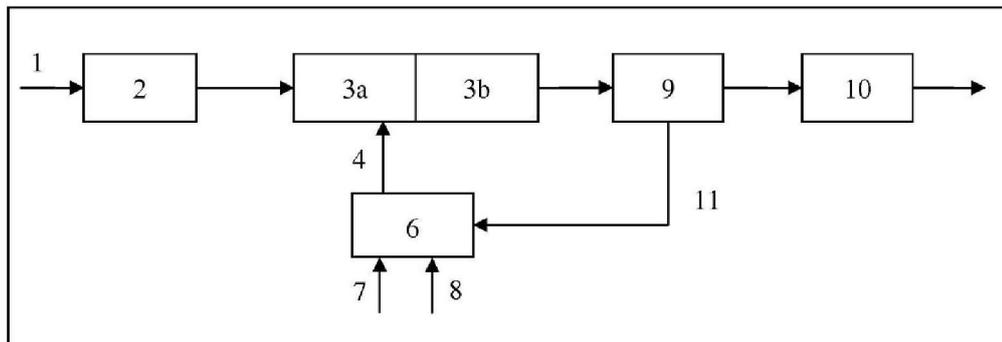


Figura 3: Reciclaje doble en el bombeo de forma cíclica (en el mismo sentido de la corriente) y líquido de prensado

