



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 01005**

(22) Data de depozit: **02.12.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.02.2012** BOPI nr. **2/2012**

(41) Data publicării cererii:

**30.06.2011**

BOPI nr. **6/2011**

(73) Titular:

• **INCDO-INOE 2000, FILIALA INSTITUTUL  
DE CERCETĂRI PENTRU  
INSTRUMENTAȚIE ANALITICĂ,  
STR.DONATH NR.67, CLUJ-NAPOCA, CJ,  
RO**

(72) Inventatori:

• **SENILA LĂCRIMIOARA, STR.BUCIUM  
NR.1, BL.B1, ET.7, AP.30, CLUJ-NAPOCA,  
CJ, RO;**

• **CHINTOANU MIRCEA, BD.21**

**DECEMBRIE 1989 NR.133, BL.M2, AP.99,  
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**

• **GOG ADRIANA, STR.FLORILOR NR.184,  
BL.C5, AP.51, FLOREȘTI, CJ, RO;**

• **ROMAN MARIUS, BD.MUNCII NR.87A,  
AP.52, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**

• **PITL GABRIELA, STR.DÂMBOVIȚEI  
NR.87, AP.58, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**

• **ROMAN CECILIA, STR.PIAȚA ABATOR,  
BL.B, AP.5, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

**WO 2009/092749 A1; WO 01/32715 A1**

(54)

## PROCEDU DE OBTINERE A UNUI COMBUSTIBIL PENTRU MOTOARE CU APRINDERE INTERNĂ

Examinator: **ing. ANCA MARINA**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat,  
la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în  
termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de  
acordare a acesteia

**RO 126407 B1**

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui combustibil pentru motoare cu  
aprindere internă din biomasă lignocelulozică.

3 Se cunosc instalații industriale de producere a etanolului din biomasă de generația I  
(culturi agricole ca porumb, grâu, sfeclă de zahăr). Alte tehnologii de obținere destinate unor  
5 instalații de capacitate mai redusă presupun obținerea etanolului celulozic [**Barbara Elvers,**  
**Handbook of Fuels: Energy Sources for Transportation, 2008, Wiley-VCH Verlag**  
**GmbH. & Co. KGaA, Weinheim, ISBN: 978-3-527-30740-1, pag. 97-175; Birgit Kamm,**  
**Patrick R. Gruber, Michael Kamm, Biorefineries-Industrial Processes and Products:**  
**Status Quo and Future direction, Vol.1, 2006, Wiley-VCH Verlag GmbH. & Co. KGaA,**  
**Weinheim, ISBN: 3-527-31027-4, pag. 4-33].**

11 Toate metodele descrise se bazează pe reacția de hidroliză acidă și fermentarea  
glucozei la bioetanol, fără să conțină separarea celulozei și hemicelulozei din biomasa  
13 lignocelulozică (deșeurile lemnoase) și conversia atât a hemicelulozei, cât și a celulozei la  
bioetanol [**Birgit Kamm, Patrick R. Gruber, Michael Kamm, Biorefineries-Industrial**  
**Processes and Products: Status Quo and Future direction, Vol.2, 2006, Wiley-VCH**  
**Verlag GmbH. & Co. KGaA, Weinheim, ISBN: 3-527-31027-4, pag. 115-129; Ashok Pandey,**  
**Handbook of plant - based biofuels, 2009, CRC Press, Taylor & Francis Group, Broken**  
**Sound Parkway NW, ISBN: 978-1-56022-175-3, pag. 57-159].**

19 În documentul **WO 2009/092749 A1**, se dezvăluie un procedeu de pretratare a  
materialului lignocelulozic pentru obținerea bioetanolului. Procedul are următoarele etape:  
21 descompunerea materialului lignocelulozic prin plasarea lui în prezența unui amestec format  
din acid formic și apă, la o temperatură de 95...110°C, urmată de hidroliza la presiunea  
23 atmosferică și fermentare. Fermentarea are loc și pentru faza solidă compusă în principal  
de celuloză, dar și pentru faza lichidă ce este compusă din soluție apoasă de acid formic,  
25 hemiceluloză și lignină, fermentări ce au loc în prezență de enzime și duc la obținerea de  
bioetanol.

27 De asemenea, în documentul **WO 01/32715 A1**, se prezintă un procedeu pentru  
obținerea de produse organice din lignoceluloză, care cuprinde tratarea biomasei cu una sau  
29 mai multe faze de hidroliză acidă diluată și tratarea părții solide rezultate din hidroliza acidă  
prin delignificare alcalină. Prima fază de hidroliză acidă diluată are loc cu 0,4% acid, la o  
31 temperatură de 180°C, timp de 5 min, iar a doua fază de hidroliză acidă are loc în prezență  
de 2% acid, la o temperatură de 210°C, timp de 7 min. Faza de fermentare poate avea loc  
33 și în prezență de *Saccharomyces cerevisiae*.

35 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea unui procedeu pentru  
obținerea unui combustibil din deșeurile lemnoase.

37 Procedul de obținere a unui combustibil pentru motoare cu aprindere internă din  
biomasă lignocelulozică, conform invenției, constă din separarea fracțiunilor celulozice prin  
autohidroliza cu abur catalizată de acid la pH 2...4, la o temperatură de 190...220°C, la o  
39 presiune de 50...70 bari, timp de 10...15 min, după care faza lichidă, conținând hemiceluloză,  
este separată, iar fracțiile zaharoase conținute în faza solidă sunt hidrolizate prin impregnare,  
41 într-o primă etapă cu acid sulfuric diluat 2% și într-o a doua etapă cu acid sulfuric 15%, după  
care toate fazele glucidice rezultate din procedeu sunt fermentate timp de 36...96 h cu  
43 *Saccharomyces cerevisiae*, la un pH 4...6 și o temperatură 30...40°C, rezultând bioetanol.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- 45 - convertește atât hemiceluloza, cât și celuloza la bioetanol;
- folosește o metodă ecologică de pretratament, tratament cu abur care separă foarte  
47 ușor hemiceluloza din deșeurile lemnoase, cu consum mic de reactivi și timp.

## RO 126407 B1

În procedeul conform invenției, are loc, în prima fază, separarea, prin metoda de pretratament, a componentelor celulozice din lemn (celuloză și hemiceluloză) prin autohidroliză în fază de vapori, folosind catalizator acid la temperaturi și presiuni ridicate, prin folosirea unui reactor ce poate opera la temperaturi și presiuni mari. În acest sens, presiunea ridicată de vapori, combinată cu decompresia rapidă poate rupe legăturile dintre hemiceluloză, celuloză și lignină, mult mai ușor decât prin folosirea unor acizi diluați sau concentrați. Metoda de pretratament cu abur duce la solubilizarea hemicelulozei în faza lichidă.

Pentru favorizarea separării mai ușoare, se folosește catalizator acid care mărește viteza de separare. În general, cantitatea de catalizator acid este introdusă (acidul sulfuric sau acidul clorhidric) în sistem prin ajustarea pH-ului la 2. La această cantitate se adaugă cantitatea de apă necesară producerii aburului. Pentru hidroliza celulozei s-a folosit metoda de hidroliză în două etape de impregnare cu acid sulfuric diluat. În prima etapă s-a folosit o concentrație scăzută de acid pentru hidroliza urmelor de hemiceluloză din fracția solidă, urmată de creșterea concentrației de acid pentru hidroliza celulozei.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura care reprezintă schema tehnologică a procedurii de obținere a combustibilului de bioetanol din deșeurile lemnoase.

Pretratamentul deșeurilor lemnoase constă în autohidroliza a “m” g lemn (rumeguș), 350 ml apă, catalizator  $H_2SO_4$ , pH 2...4, încălzit la 190...220°C, presiunea de 50...70 bari, pentru un timp de rezidență de 10...15 min.

Se formează două faze: faza lichidă și faza solidă.

În faza lichidă se solubilizează hemiceluloza, în faza solidă rămâne celuloza. Metoda de hidroliză acidă cu acid diluat se aplică pentru hidroliza celulozei. La “m” g faza solidă uscată, se adaugă V ml acid sulfuric 2%, temperatura de 100...130°C. Se agită timp de 30...60 min. A doua etapă de impregnare cu acid are loc cu V ml acid sulfuric 15%, temperatura de 100...130°C, timp de agitare de 60...90 min.

Fermentarea alcoolică a fazei lichide (conține fracțiuni pentozice și hexozice), precum și fermentarea fracțiunilor glucidice are loc cu *Saccharomyces cerevisiae*.

La V ml lichid fermentescibil, se adaugă nutrienți și inoculum (suspensia apoasă a drojdiei). Se ajustează pH-ul la 4...6, temperatura de 30...40°C, timp de fermentație de 36...96 h.

Randamentul de bioetanol se calculează, având în vedere următoarele: 1 kg de glucoză produce 0,511 kg etanol.

Randament etanol din celuloză și hemiceluloză ( $L\ ha^{-1}$ ) = conținut de celuloză și hemiceluloză (%) din substanța uscată x biomasa uscată ( $t\ ha^{-1}$ ) x 11,1 (factorul de conversie al celulozei și hemicelulozei) x 0,85 (eficiența procesului de etanol din zahăr) x 1000/0,79 (gravitație specifică a etanolului,  $g\ m^{-1}$ ).

# RO 126407 B1

1

## Revendicare

3

Procedeu de obținere a unui combustibil pentru motoare cu aprindere internă din biomasă lignocelulozică, **caracterizată prin aceea că** se separă fracțiunile celulozice prin autohidroliza cu abur catalizată de acid la pH 2...4, la o temperatură de 190...220°C, la o presiune de 50...70 bari, timp de 10...15 min, după care faza lichidă, conținând hemiceluloză, este separată, iar fracțiunile zaharoase conținute în faza solidă sunt hidrolizate prin impregnare, într-o primă etapă cu acid sulfuric diluat 2% și într-o a doua etapă cu acid sulfuric 15%, după care toate fazele glucidice rezultate din procedeu sunt fermentate timp de 36...96 h cu *Saccharomyces cerevisiae*, la un pH 4...6 și o temperatură 30...40°C, rezultând bioetanol.

5

7

9

