



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 204 361**

51 Int. Cl.:
B01J 19/02 (2006.01)
B01J 19/28 (2006.01)
C13K 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **03002158 .8**
96 Fecha de presentación : **23.06.2000**
97 Número de publicación de la solicitud: **1316620**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.06.2003**

54 Título: **Procedimiento para la prehidrólisis de biomasa.**

30 Prioridad: **23.06.1999 BR 9902607**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
09.06.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
09.06.2011

73 Titular/es: **RM Materiais Refratários Ltda.**
Estrada do Pinhal, 750
CEP-12600-000 Lorena, SP, BR

72 Inventor/es: **García Pinatti, Daltro y**
Guedes Soares, Alvaro

74 Agente: **Sugrañes Moliné, Pedro**

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 para la prehidrólisis de biomasa

Campo de la invención

5 **[0001]** La presente invención se refiere a un procedimiento para la prehidrólisis de cualquier tipo de biomasa (madera, bagazo, paja, hierba, residuos vegetales, residuos orgánicos, etc.) con el fin de obtener productos comerciales, tales como celulignina y soluciones de azúcar, capas de prehidrolizado, que contienen xilosa, glucosa, manosa, galactosa, arabinosa, acetílicos, ácidos uránicos, etc.

Descripción de la técnica anterior

10 **[0002]** El documento US-A-5 159 694 da a conocer un reactor portátil para llevar a cabo procedimientos biotecnológicos productores de gas o procedimientos consumidores de gas manteniendo una instalación de lecho fijo empaquetado. La coalescencia y liberación de burbujas del empaquetamiento que proporciona soporte al crecimiento de microorganismos resultan estimuladas por la acción mecánica sobre la instalación de lecho empaquetado, en particular mediante vibraciones, rotaciones o movimientos giratorios, continuos o intermitentes. Un recipiente de reactor que típicamente es tubular se llena con relleno en el que se mantiene el crecimiento microbiano. El recipiente del reactor presenta un eje que es sustancialmente horizontal, aunque preferentemente inclinado como mínimo aproximadamente 3 grados, y se pone en movimiento giratorio u oscilatorio de modo continuo o intermitente en torno a dicho eje. En otro ejemplo, se proporciona relleno a un reactor vertical sobre placas vibrantes que se hacen vibrar preferentemente de modo intermitente.

20 **[0003]** El documento GB-A-1 569 138 da a conocer un método para la utilización de productos secundarios agrícolas celulósicos, en particular paja, para producir productos tales como pulpa, celulosa y azúcares fermentables. La paja se somete a un tratamiento de prehidrólisis selectiva en presencia de uno o más catalizadores ácidos bajo calor y presión. Se menciona la utilización de un reactor y del purgado con vapor.

25 **[0004]** El documento US-A-4 199 371 da a conocer un procedimiento para la hidrólisis ácida y sacarificación continuas. La hidrólisis continua para producir azúcares se lleva a cabo mediante la inmersión cíclica de un material lignocelulósico sólido dividido en un baño de ácido hidrocórico concentrado y drenaje del material entre inmersiones sucesivas de manera que se disuelvan los azúcares producidos, hasta que la concentración de azúcar del ácido en el baño ha alcanzado un valor deseado. El material sólido y el ácido líquido se envían a un reactor giratorio horizontal tubular dispuesto para proporcionar un baño de ácido, produciendo un movimiento giratorio para la inmersión cíclica del material sólido en el baño de ácido y desplazando longitudinalmente el material sólido que experimenta hidrólisis conjuntamente con el ácido del baño y descargando continuamente el residuo sólido y el ácido que contiene los azúcares disueltos en virtud del desbordamiento por gravedad en un extremo de salida del reactor.

[0005] La presente invención proporciona un procedimiento de prehidrólisis de biomasa que comprende las etapas siguientes:

35 a) descarga de la biomasa al interior del alimentador helicoidal,
b) transferencia de la biomasa del alimentador helicoidal a un dispositivo de prehidrólisis,
c) inicio, en el dispositivo de prehidrólisis de biomasa, de la operación de presurización, que comprende las etapas siguientes:

c.1) inundación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa con una solución ácida precalentada; c.2) calentamiento; y c.3) presurización,

40 d) estando caracterizado dicho procedimiento porque la prehidrólisis se lleva a cabo al mismo tiempo que la oscilación giratoria del aparato de prehidrólisis de biomasa, el purgado del vapor y el control de la temperatura, presión, contenido de ácido, tiempo de prehidrólisis y proporción líquido/sólido; y
e) llevar el contenido de azúcar a un valor próximo a 10 Brix mediante la utilización de un medidor de azúcares.

[0006] Según aspectos preferentes de la invención.

45 **[0007]** El llenado del dispositivo de prehidrólisis de biomasa se lleva a cabo mediante compactación de la biomasa en el dispositivo de prehidrólisis.

[0008] La alimentación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa puede realizarse hasta el inicio de la compactación, alcanzando una densidad de 300 kg/m³ (materia seca).

50 **[0009]** El purgado del vapor del dispositivo de prehidrólisis puede mantener la temperatura entre aproximadamente 150°C y 170°C.

[0010] El purgado del vapor del dispositivo de prehidrólisis mantiene la temperatura preferentemente a aproximadamente 160°C.

[0011] La prehidrólisis puede llevarse a cabo durante aproximadamente 30 minutos simultáneamente a la oscilación del dispositivo de prehidrólisis y el purgado del vapor.

5 **[0012]** La inundación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa puede llevarse a cabo con una solución ácida, correspondiente al 1,7% de la biomasa, precalentarse hasta aproximadamente 80°C y en una proporción líquido/sólido = 2 bajo calentamiento a una temperatura de entre 150°C y 170°C, preferentemente a 160°C, y presurización a aproximadamente 0,62 MPa.

10 **[0013]** El calor del vapor de escape durante la desgasificación puede recuperarse en el intercambiador de calor por la solución ácida de la reacción siguiente.

[0014] En la etapa final, podría producirse material sólido constituido de celulosa cristalina y lignina globulizada.

[0015] Puede utilizarse agua normal para producir celulignina normal, y agua desionizada para producir celulignina limpia.

15 **[0016]** Puede llevarse a cabo una etapa de lavado para recuperar azúcares tras la descarga de la celulignina en una proporción L/S de 1.

[0017] El procedimiento puede comprender una etapa de lavado de la celulignina en lavadores mecánicos.

[0018] La etapa de lavado de la celulignina puede llevarse a cabo por medio de percolación.

20 **[0019]** A continuación se describen a título de ejemplo modos de llevar a cabo la invención en un dispositivo de prehidrólisis constituido por un reactor (denominado de tipo Failsafe) que forma el objeto de la solicitud de patente europea EP 0 940 076.3 (EP 1194226) de los presentes inventores (de la que la presente solicitud es una solicitud divisional), haciendo referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La figura 1 muestra un gráfico de flujo de la prehidrólisis de biomasa con equilibrio de masas.

La figura 2a muestra el reactor en sección transversal y los detalles de fabricación del mismo.

La figura 2b es una vista lateral que muestra la colocación de un reactor en un carro de transporte.

25 La figura 2c es una vista superior de un reactor con un alimentador.

La figura 2d es una vista posterior de un reactor sobre un carro de transporte.

La figura 2e es una vista frontal de un reactor situado sobre pilares en el almacén de biomasa con el carro de descarga de celulignina.

30 La figura 3 muestra microfotografías de celulignina (eucalipto prehidrolizado), celulosa cristalina y lignina globulizada.

La figura 4 es un gráfico que muestra la potencia específica media irradiada durante la combustión de una partícula de celulignina.

La figura 5 es un gráfico que muestra la conductividad eléctrica del plasma de combustión para gas, aceite pesado, carbón, alquitrán y celulignina.

35 Descripción detallada de las figuras

[0020] El gráfico de flujo de procesamiento de biomasa se muestra en la figura 1. El gráfico de flujo está compuesto de las etapas siguientes:

1) plataforma de alimentación - en la que se descarga la biomasa y se lleva a cabo o no el lavado,

2) alimentador helicoidal - responsable de la alimentación y compactación de la biomasa en el reactor,

40 3) reactor - en el que se desarrollan los procesos de hidrólisis de la biomasa,

4) intercambiador de calor - que presenta tres funciones: a) recuperación del calor durante la descarga del prehidrolizado, b) precalentamiento de la solución ácida, y c) precalentamiento del agua generadora de vapor en la caldera,

5) tanque o carro de lavado - en el que se lava la celulignina en el grado deseado, recuperando el prelavado en forma de prehidrolizado y neutralizando y tratando los otros lavados en un estanque de estabilización antes de la descarga en vías fluviales o para la utilización en fertilización, etc.

45 6) tanque de prehidrolizado - estacionario o instalado sobre un carro - que almacena el primer producto,

7) secador de celulignina - secado del segundo producto.

8) triturador de celulignina - triturado del segundo producto.

9) silo, estacionario o instalado en un carro - almacena el segundo producto.

[0021] La figura 2 ilustra en detalle un reactor para llevar a cabo la presente invención y que, además, muestra todos los componentes de un reactor ordinario para una mejor comprensión.

5 Procesamiento de la prehidrólisis de la biomasa y productos resultantes

[0022] La prehidrólisis puede llevarse a cabo en cualquier tipo de biomasa, tal como madera y bagazo de remolacha y paja, residuos vegetales, cortezas, hierba, parte orgánica de los residuos, etc. El procedimiento de prehidrólisis sigue las etapas siguientes:

- 10 1- La biomasa en forma triturada se descarga en la plataforma de alimentación, que puede estar constituida por un transportador o alimentador helicoidal inclinado, en el que se lava con el fin de reducir el contenido inorgánico (tierra, cenizas, etc.).
- 15 2- La plataforma de alimentación descarga la biomasa en el alimentador helicoidal, que llena el reactor hasta el inicio de la compactación, alcanzando la densidad de 300 kg/m^3 (materia seca), que es tres veces la densidad de la biomasa blanda (bagazo, paja, hierba, residuos vegetales, cortezas, parte orgánica de los residuos). El alimentador permanece acoplado al reactor durante la operación de llenado, que tarda aproximadamente 10 minutos. Tras llenar el reactor, se desacopla del alimentador mediante un movimiento horizontal de la estructura móvil con respecto a la estructura fija. Tras el desacoplamiento, la boquilla de entrada se cierra con una válvula controlada por cilindros hidráulicos.
- 20 3- Tras llenar el reactor, se inicia la operación de desgasificación pasando vapor, inundando el reactor con una solución ácida (del orden de 1,7% de la biomasa), precalentando a 80°C en el intercambiador de calor y a una proporción de líquido/sólido - US = 2, calentando y presurizando a 160°C , 0,62 MPa. Esta actividad tiene una duración de 10 minutos, y el calor del vapor de escape se recupera en el intercambiador de calor en la solución ácida de la reacción siguiente. Con el fin de llevar a cabo dicha recuperación de calor, el intercambiador de calor habitualmente se dimensiona a dos veces el volumen de solución ácida necesaria para cada reacción.
- 25 4- Tras el calentamiento y presurización, se lleva a cabo la prehidrólisis durante un periodo de 30 minutos simultáneamente con la oscilación giratoria del reactor y la purga del vapor, con el fin de mantener la temperatura en valores próximos a $160^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$, lo que resulta fundamental para obtener la característica de combustión catalítica de la celulignina, debido a que las temperaturas inferiores no hidrolizan por completo la hemicelulosa y la celulosa amorfa, y temperaturas más altas provocan la transformación de la celulosa cristalina en celulosa amorfa, dificultando de esta manera su trituración en partículas finas ($f < 250 \text{ mm}$). Debe indicarse la importancia de las conexiones flexibles para mantener la temperatura durante la totalidad del periodo de hidrólisis y de la oscilación del reactor para renovar la capa límite del líquido saturado con azúcar sobre la superficie de los trozos o partículas de biomasa, optimizando el periodo de hidrólisis en aproximadamente 20 a 30 minutos. El control de la prehidrólisis se lleva a cabo llevando el contenido de azúcar en el prehidrolizado por medio del refractómetro o cualquier otro aparato
- 30 35 medidor de azúcares hasta el valor de 9 Bricks. Los periodos más largos de prehidrólisis resultan en una caída del contenido de azúcar debido a la descomposición de la xilosa en furfural y alcohol furfurílico. El control completo de la temperatura, presión, contenido de ácido, oscilación (homogeneización) y pureza del vapor permite la optimización completa del procedimiento de prehidrólisis.
- 40 5- Tras la prehidrólisis, se inicia la operación de descarga del prehidrolizado (solución de azúcar), que se envía al tanque estacionario o tanque en carro a través del intercambiador de calor, recuperando de esta manera su energía en el precalentamiento de la solución ácida y en el agua de la caldera. La recuperación del calor del prehidrolizado del vapor de escape (calentamiento y purga), y la utilización de una proporción de líquido/sólido baja (US=2) permite reducir el consumo de energía a valores inferiores a 6% de la energía contenida en la biomasa original. Dichos valores son significativamente inferiores a los de cualquier otro procesamiento de biomasa, que en la mayoría de
- 45 6- Tras la descarga del prehidrolizado, se lleva a cabo el lavado de recuperación de azúcar en una proporción US = 1, con el objetivo de $\text{Brick} \geq 5$. Esta segunda fracción del prehidrolizado puede mezclarse o no en la primera fracción ($\text{Brick} \geq 9$). En general, la primera fracción debe estar destinada a la producción de furfural (concentración máxima posible de azúcar), y la segunda fracción, a la producción de alcohol (por ejemplo mediante fermentación con *Escherichia coli* manipulada). Obsérvese que la segunda fracción contiene $(5 \times 1\text{S}) / (9 \times 1,5\text{S} + 5 \times 1\text{S}) = 0,27 = 27\%$ del azúcar contenido en las dos fracciones y no puede perderse. Además, debe indicarse que las dos fracciones totalizan $(0,09 \times 1,5\text{S} + 0,05 \times 1\text{S}) / 0,2\text{S} = 0,925\text{S} = 92,5\%$ del azúcar contenido en la hemicelulosa y celulosa amorfa. Debido a la elevada tasa de recuperación, no existe necesidad de una utilización compleja y cara de los azúcares del agua de lavado, que se descarta. La presente invención evita la utilización de caras prensas de tornillo para extraer el pre-

hidrolizado y recuperar los azúcares. El periodo de recuperación de azúcar es del orden de 10 minutos.

7- Tras la recuperación del azúcar, se realiza la descarga de la celulignina mediante la apertura de la tapa grande y el volcado del reactor. La celulignina puede descargarse en lavadores mecánicos (cónicos, cilíndricos, tanques giratorios, etc.) o en carros para el lavado mediante percolación (difusión). La descarga se lleva a cabo en unos cuantos minutos y, junto con la limpieza de los anillos de sellado y la recuperación del reactor a una posición de descarga, requiere menos de 10 minutos. El ciclo completo dura aproximadamente 80 minutos, permitiendo realizar 16 reacciones al día, con una tasa de utilización del aparato de 90%.

8- Las operaciones de lavado pueden llevarse a cabo en cualquier tipo de lavador. Resulta preferente el lavado mediante percolación (difusión) en carros o sacos big-bag, que presentan un menor consumo de agua, mantienen la celulignina protegida frente a impurezas y permiten la descarga en carretas. Las aguas de lavado cumplen los requisitos de la resolución CONAMA No. 20, de 18 de junio de 1986 (publicada en el D.O.U. de 30 de julio de 1996 (diario oficial brasileño) y, en principio, podrían verterse en cualquier curso de agua. Con vista a proporcionar características totalmente ecológicas, las aguas de lavado se neutralizan con lechada de cal y se tratan biológicamente en estanques de esterilización.

9- Existen dos opciones de lavado: con agua normal y con agua desionizada. Con la primera agua se obtiene celulignina normal con un contenido normal de cenizas, resultante de las materias inorgánicas presentes en la biomasa y de las impurezas procedentes del medio ambiente (principalmente del suelo). El lavado con agua desionizada presenta el objetivo de obtener celulignina limpia para ser utilizada como combustible para turbinas de gas, el mayor requisito de las cuales es el contenido reducido de K + Na, de < 5 ppm. El procedimiento de prehidrólisis es un procedimiento altamente eficiente para reducir las cenizas de la biomasa, en el que los materiales inorgánicos reaccionan con H_2SO_4 , resultando en sulfatos solubles que se lixivian de la celulignina en la prehidrólisis y en los procedimientos de lavado. La utilización de agua desionizada incrementa la eficiencia de lavado de modo significativo, permitiendo reducir el contenido de Na + K hasta los niveles requeridos en las turbinas de gas. La utilización de agua desionizada resulta viable y económica, en vista de la baja proporción $US = 2$. En los procedimientos convencionales, con un elevado consumo de agua ($US = 12$), en ningún caso se ha considerado la utilización de agua desionizada y, en consecuencia, la utilización de celulignina como un combustible para turbinas de gas.

[0023] El procedimiento de prehidrólisis de la biomasa ejecutado en el reactor de tipo Fail-safe genera dos productos (dos artículos): celulignina y prehidrolizado.

CELULIGNINA

[0024] Con respecto a la celulignina, debe indicarse que la madera está compuesta de hemicelulosa, celulosa y lignina dispuestas en microfibrillas. El objetivo de la prehidrólisis ejecutada en el reactor de tipo Failsafe es digerir la hemicelulosa y la celulosa amorfa, dejando intacta la celulosa en su forma cristalina y la lignina en la forma globulizada. Se ha conseguido la totalidad de dichas características y se muestran en la microfotografía de la figura 3. Esta microfotografía muestra la disposición fractal de las fibras de celulosa cristalina con la celulignina globulizada, en la que los espacios vacíos han sido ocupados por hemicelulosa y celulosa amorfa previamente a la prehidrólisis.

[0025] Este resultado presenta las características siguientes:

a) debido al control completo de los parámetros del procedimiento en el reactor de tipo Failsafe, las características son uniformes en toda la masa del reactor, permitiendo la producción de "productos homogéneos",

b) Debido a que se mantiene la cristalinidad, resulta posible triturar la celulignina en partículas de tamaño inferior a 250 mm en trituradores de martillo, trituradores de tornillo y similares, con un consumo energético de 12 kWh/t, aplicándose la fórmula de Bond: $W=10 Wi/10Wi$ en donde W = trabajo en kWh/t, Wi = tasa de trabajo del material, P = tamaño de malla a través de la cual pasa el 80% del producto (en micrómetros), F = tamaño de malla a través de la cual pasa el 80% del material de alimentación (en micrómetros), resultando en $Wi = 15$, que es del mismo orden del de la mayoría de materiales minerales (es decir, cristalinos). El coste de la energía de trituración es inferior a 1,00 dólares US/t.

c) Debido a la elevada porosidad, la celulignina se seca por gravedad natural hasta un contenido de humedad de 50%, evitando utilizar caras prensas de tornillo para esta etapa de procesamiento. El secado final se realiza en secadores giratorios, alcanzando un contenido de humedad inferior a 12% con el mismo consumo de energía que el secado de cereales (750 MJ/t), tal como se ilustra en los ejemplos, a continuación:

c.1) secado de la celulignina: consumo de 0,4 kg/h de GLP (42 MJ/kg de poder calorífico) durante 10 horas para secar 224 kg de celulignina - $(0,4 \times 10 \times 42) / 0,224 = 750$ MJ/t de celulignina),

c.2) secado del arroz: consumo de 1/3 de estéreo (metro cúbico) de madera (396 kg/estéreo, 10,5 MJ/kg de poder calorífico) para secar 30 sacos de arroz al día, 60 kg/saco) - $(0,33 \times 396 \times 10,5) / 1,8 \approx 760$ MJ/t de arroz.

El coste del secado utilizando combustibles nobles (madera -10,00 dólares US/estéreo, 1,801 dólares US/t de celulignina, o GLP - 0,50 dólares US/kg, 9,00 dólares US/t de celulignina) en todos los casos resulta muy caro, y de esta manera debería utilizarse calor residual a 125°C de las calderas. En consecuencia, el secado y la trituración deben realizarse en todos los casos en la proximidad de la estación termoeléctrica o caldera utilizando calor residual,

d) Debido a la globulización de la lignina, se abren huecos para el ataque de la celulosa por parte de microorganismos de los animales rumiantes, y la celulignina puede utilizarse como componente de volumen del forraje animal con una digestibilidad de 58% en comparación con componentes de volumen de calidad elevada (ensilaje de maíz húmedo -61%, ensilaje de alfalfa -56%, forraje de hierba -56%, paja de avena -44%, y mucho más alta que la digestibilidad de la hierba natural (35%)).

e) La mayor aplicación de la celulignina es como combustible para calderas, turbinas de gas y para la generación de electricidad mediante magnetohidrodinámica (MHD). La Tabla 6 proporciona un ejemplo de aplicación de la celulignina como combustible para calderas, en comparación con el fueloil. El poder calorífico más bajo de la celulignina (20 MJ/kg) en comparación con el del fueloil (41 MJ/kg) se ve compensado por su coste (40,00 dólares US/t), que es 1/3 inferior que el del fueloil (120,00 dólares US/t). Aunque se requiere el doble de celulignina, resulta posible la simple sustitución del fueloil en cualquier tipo de caldera debido a que es un combustible oxigenado (29% de O₂) y requiere el insuflado de aire en volúmenes similares a los del fueloil. Lo anterior implica que cualquier caldera a fueloil o gas es capaz de quemar la celulignina, generando la misma potencia calorífica con ajustes del orden de 15% de los quemadores e insufladores de aire. La celulignina producida con agua desionizada cumple los requisitos de combustible limpio para la combustión en turbinas de gas con un contenido de Na + K < 5 ppm. Aunque la celulignina limpia contiene valores < 15 ppm, estos valores se reducen con el ciclón de limpieza. Para partículas inferiores a 200 µm, la combustión de las mismas es del tipo catalítico, tal como se muestra en la figura 4. Esta característica resulta de dos factores, siendo el primero la gran superficie de exposición (2 m²/g medida mediante BET - Brunaur, Emmett y Tellen, o el número de yodo 100) en comparación con la superficie de biomasa natural (0,4 m²/g) y el segundo, la trituración en partículas finas (f < 250 mm), provocando la entrada de carburante oxígeno y la salida del monóxido en los poros de la celulignina, sin colisión entre las moléculas, dando lugar a la combustión catalítica (tamaño de la partícula de celulignina < camino libre medio del carburante y gases de combustión). Todo lo anterior indica que la celulignina es el único combustible catalítico sólido que puede producirse a gran escala, siendo su periodo de combustión (< 20 milisegundos) del mismo orden que el del gas natural. Las turbinas de gas también requieren un contenido de partículas totales < 200 ppm y de partículas de tamaño superior a 5 mm de < 8 ppm. Estas características se consiguen mediante tres técnicas: la combustión completa debido a la característica catalítica de la celulignina, un ciclón instalado entre el quemador externo y la turbina de gas, y un separador magnético tras la trituración de la celulignina para eliminar la contaminación magnética originada por los trituradores. Sin separadores magnéticos, se alcanzan valores < 50 ppm de partículas totales, y utilizando la separación magnética, se alcanza el requisito de 8 ppm para partículas < 5 mm. Debido a la combustión catalítica, la celulignina es un combustible excelente para la MHD, alcanzándose una elevada conductividad eléctrica en el plasma de combustión a temperatura elevada, de 2.727°C (3.000°K). La figura 5 muestra una conductividad eléctrica del orden de 70 S/m, en comparación con valores de 15 S/m para el carbón mineral purificado, de 12 S/m para aceite derivado del petróleo y de 8 S/m para el gas natural. Debe indicarse que la madera presenta un contenido de carbón de 48%, y un contenido de hidrógeno de 6%, correspondiendo a una proporción C/H = 8. La prehidrólisis eleva el contenido de carbón en la celulignina a 66% y reduce el contenido de H a 4,3%, doblando la proporción C/H = 15.

Tabla 6 - Comparación entre la combustión de aceite combustible y de celulignina en una caldera convencional

Datos de proyecto			
Presión proyectada		7,4 MPa	
Flujo de vapor continuo máximo - estimado		67.000 kg/h	
Presión de vapor máxima - estimada		6,5 MPa	
Temperatura del vapor		485°C	
Temperatura del agua de alimentación		180 °C	
Sistema de expulsión		Equilibrado	
Datos del combustible			
Composición (% en peso)	Fueloil (APF-AI)	Celulignina	
		Normal ^(a)	Limpia ^(b)
Carbono	87,04	66,20	66,30
Hidrógeno	11,12	4,30	4,30
Azufre	0,04	0,10	< 0,01
Nitrógeno	0,30	--	--
Oxígeno	1,50	29,30	29,40
Cenizas	--	0,10	< 15 (Na+K) ^(c)
Poder calorífico más alto	43,7	20,7	20,7
Poder calorífico más bajo	41,2	19,8	19,8
Combustible		Fueloil	Celulignina ^(d)
Tasa de evaporación continua máxima (kg/h)		67.000	60.300
Presión de vapor estimada (MPa)		6,5	6,5
Temperatura del vapor (°C)		485	485
Temperatura del agua de alimentación (°C)		180	180
Temperatura del gas en la salida del precalentador (°C)		180	200
Temperatura ambiental del aire (°C)		25	25
Flujo principal de combustible (kg/h)		4.687	8.770
Flujo auxiliar de combustible (kg/h)		--	186 ^(e)
Flujo de aire (kg/h)		73.800	84.710
Flujo de gas (kg/h)		84.040	100.000
Exceso de aire en la combustión (%)		20	13/30 ^(f)
Eficiencia (base PCI) (%)		90,7	86,5
<i>(a) Producido con agua no desionizada,</i>			
<i>(b) Producido con agua desionizada,</i>			
<i>(c) Valores en ppm.</i>			
<i>(d) Normal,</i>			
<i>(e) Gas natural o gasoil,</i>			
<i>(f) 13% para la celulignina, 30% para el soporte</i>			

Tabla 7 - Impurezas inorgánicas principales de *Eucalyptus* y del prehidrolizado

mg/g	Ca	K	Na	Mg	P	Al	Si	Mn	Fe	Zn	S
<i>Eucalyptus</i>	700	250	--	150	100	50	30	10	8	3	70
Celulignina limpia	1	15	--	80	2	40	100	2	8	--	80
Prehidrolizado	280	420	80	160	90	15	30	25	40	5	2.500

5

Este resultado es altamente significativo, debido a que la figura 5 muestra que la conductividad eléctrica es muy baja para valores bajos de C/H, y se incrementa significativamente hasta C/H = 15, saturándose a valores superiores. Durante la combustión, el hidrógeno forma el hidróxilo OH⁺, que presenta una sección de choque de 400 Å para los

electrones en el plasma de combustión, reduciendo su conductividad eléctrica y no consiguiendo influir sobre su valor con contenidos inferiores a 3% de H.

- 5 f) Además de las aplicaciones como combustible y componente de volumen del forraje animal, la celulignina presenta diversas aplicaciones en las áreas siguientes: pirólisis para la producción de aceites y carbón activado, producción de negro de carbono (combustión incompleta), producción de metanol, resinatos de celulignina (aglomerados, MDF - fibra de densidad intermedia), sustrato para la fermentación semisólida (hongos, bacterias y enzimas), etc.

PREHIDROLIZADO

10 **[0026]** El prehidrolizado es una solución de azúcares que contiene xilosa (80%), glucosa, manosa, galactosa, arabinosa, acetílicos, ácidos uránicos, etc. Además de los azúcares, contiene ácido sulfúrico, añadido en el procedimiento de prehidrólisis, e impurezas inorgánicas, proporcionadas en la Tabla 7. El elevado control del procedimiento del reactor de tipo Failsafe permite llevar a cabo una prehidrólisis virtualmente perfecta, permitiendo la digestión de todos los productos que son fácilmente hidrolizables, evitando simultáneamente la descomposición de los azúcares debido a la baja temperatura del procedimiento (160°C). Se realiza un seguimiento del contenido de azúcares solubles (Bricks) minuto a minuto, y se interrumpe el procedimiento (inicio de la descarga, despresurización, enfriamiento) en el momento en que los Bricks sobrepasan un nivel máximo. La baja proporción L/S = 2 permite alcanzar un contenido de azúcares del orden de 10 Bricks, similar al de otros caldos (caña de azúcar, maíz, etc.). El prehidrolizado en general presenta un pH = 1. La recuperación de azúcares (tipo de lavado con L/S = 1) genera un prehidrolizado con Bricks del orden de 5 y pH = 1,5, que puede mezclarse con lo anterior o no, para el procesamiento posterior.

20 **[0027]** El prehidrolizado presenta tres aplicaciones principales: producción de furfural mediante la técnica de dos etapas (deshidratación de pentosas), producción de etanol (*Escherichia colibacterium* manipulada) y la producción de xilitol (hidrogenación catalítica de D-xilosa).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de prehidrólisis de biomasa, que comprende las etapas siguientes:
 - a) descarga de la biomasa al interior del alimentador helicoidal;
 - 5 b) transferencia de la biomasa del alimentador helicoidal a un dispositivo de prehidrólisis;
 - c) inicio, en el dispositivo de prehidrólisis de biomasa, de la operación de presurización, que comprende las etapas siguientes:
 - c.1) inundación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa con una solución ácida precalentada; c.2) calentamiento;
 - y c.3) presurización;
 - 10 d) estando caracterizado dicho procedimiento porque la prehidrólisis se lleva a cabo al mismo tiempo que la oscilación giratoria del aparato de prehidrólisis de biomasa, el purgado del vapor y el control de la temperatura, presión, contenido de ácido, tiempo de prehidrólisis y proporción líquido/sólido; y
 - e) llevar el contenido de azúcares hasta un valor próximo a 10 Brix mediante la utilización de un medidor de azúcares.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el llenado del dispositivo de prehidrólisis de biomasa se lleva a cabo mediante la compactación de la biomasa en el dispositivo de prehidrólisis.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la alimentación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa se lleva a cabo hasta el inicio de la compactación, que alcanza una densidad de 300 kg/m³ (materia seca).
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el purgado del vapor del dispositivo de prehidrólisis mantiene la temperatura a un valor aproximado entre 150°C y 170°C.
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1, 2 ó 4, caracterizado porque el purgado del vapor del dispositivo de prehidrólisis mantiene la temperatura preferentemente a aproximadamente 160°C.
- 25 6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la prehidrólisis se lleva a cabo durante 30 minutos aproximadamente al mismo tiempo que la oscilación del dispositivo de prehidrólisis y el purgado del vapor.
7. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la inundación del dispositivo de prehidrólisis de biomasa se lleva a cabo en una solución ácida, correspondiente a 1,7% de la biomasa, precalentada hasta aproximadamente 80°C y en una proporción líquido/sólido de 2 bajo calentamiento a una temperatura de entre 150°C y 170°C, preferentemente de 160°C, y presurización a aproximadamente 0,62 MPa.
- 30 8. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el calor del vapor de escape durante la desgasificación es recuperado en el intercambiador de calor por la solución ácida de la reacción siguiente.
9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque, en la etapa final, se produce un material sólido constituido por celulosa cristalina y lignina globulizada.
- 35 10. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por la utilización de agua normal para producir celulignina normal y de agua desionizada para producir celulignina limpia.
11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo una etapa de lavado de recuperación de azúcares tras la descarga de la celulignina en una proporción L/S de 1.
- 40 12. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 11, caracterizado porque comprende una etapa de lavado de la celulignina en lavadores mecánicos.
13. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 11, caracterizado porque la etapa de lavado de la celulignina se lleva a cabo mediante percolación.

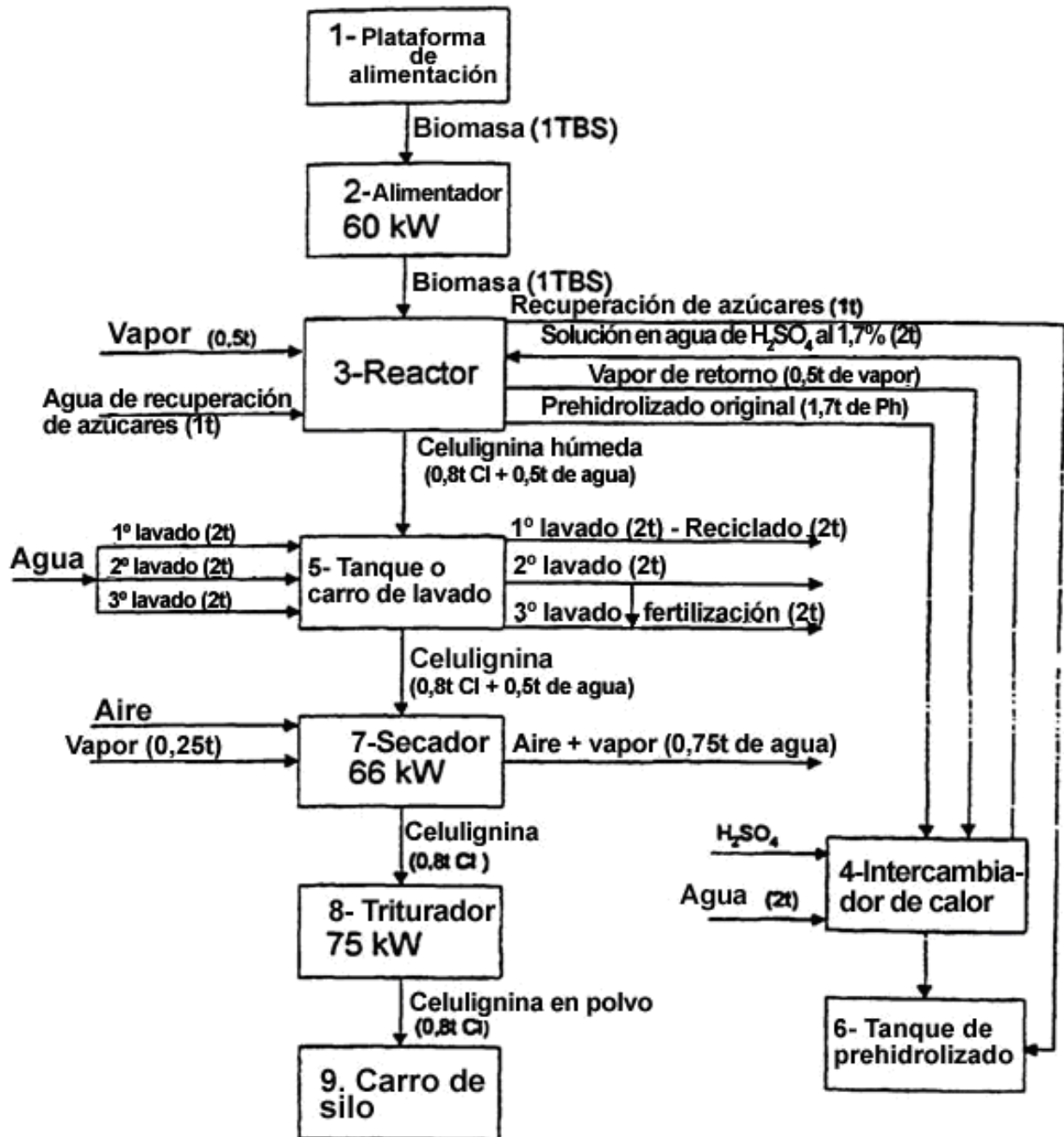


FIG. 1

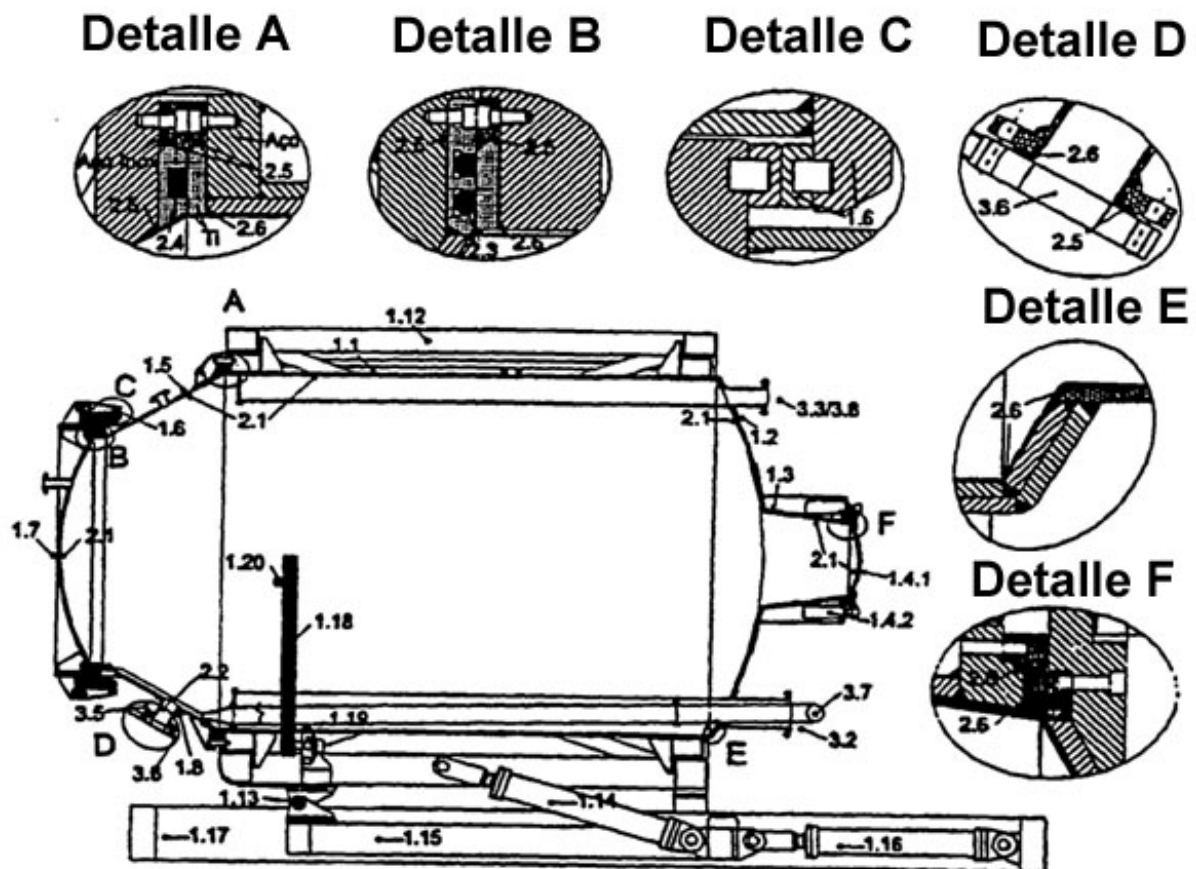


FIG. 2a

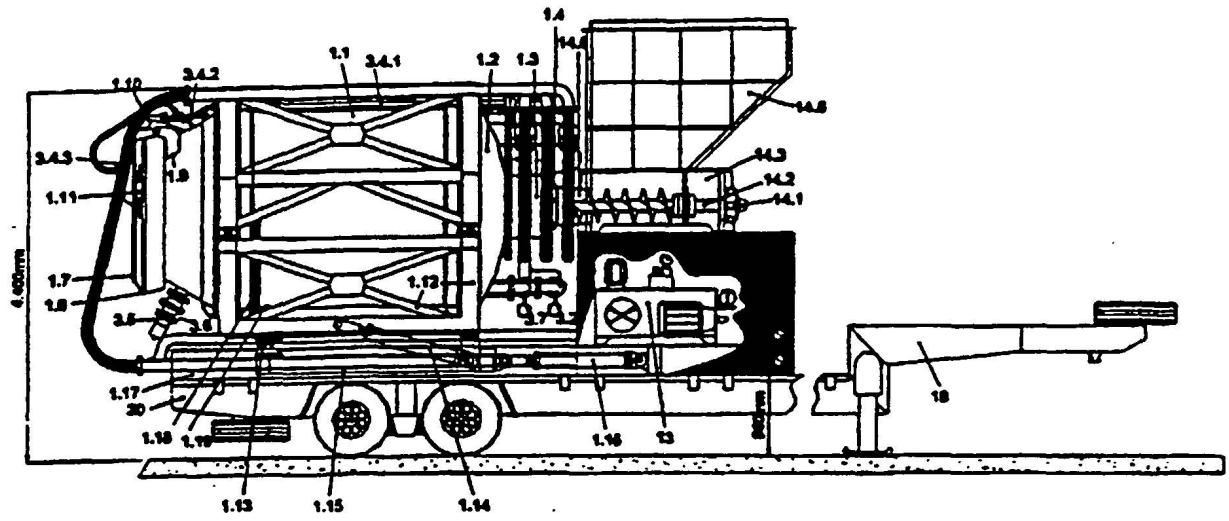


FIG. 2b

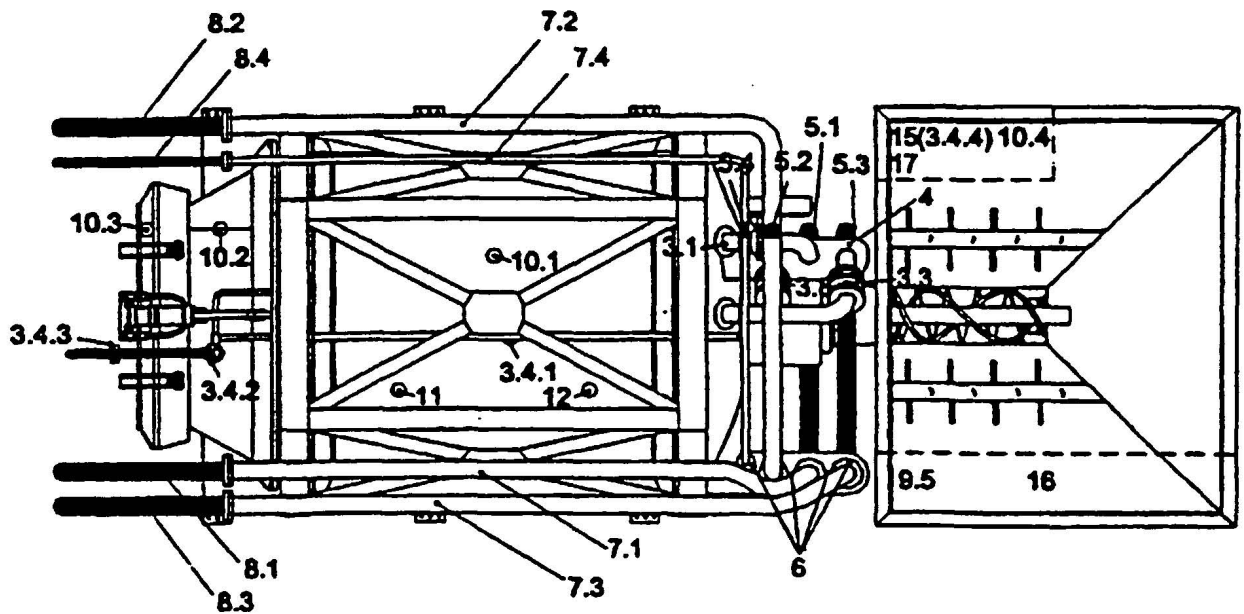


FIG. 2c

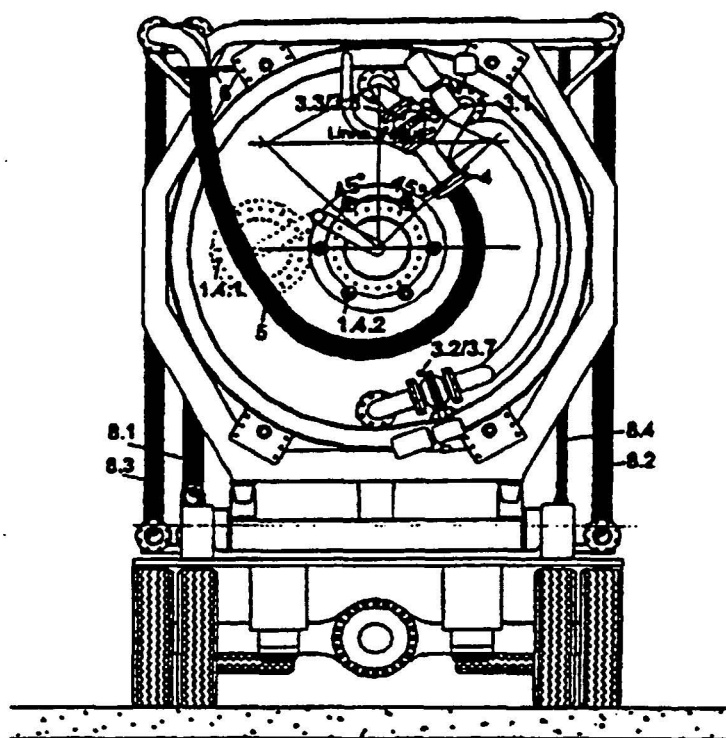


FIG. 2d

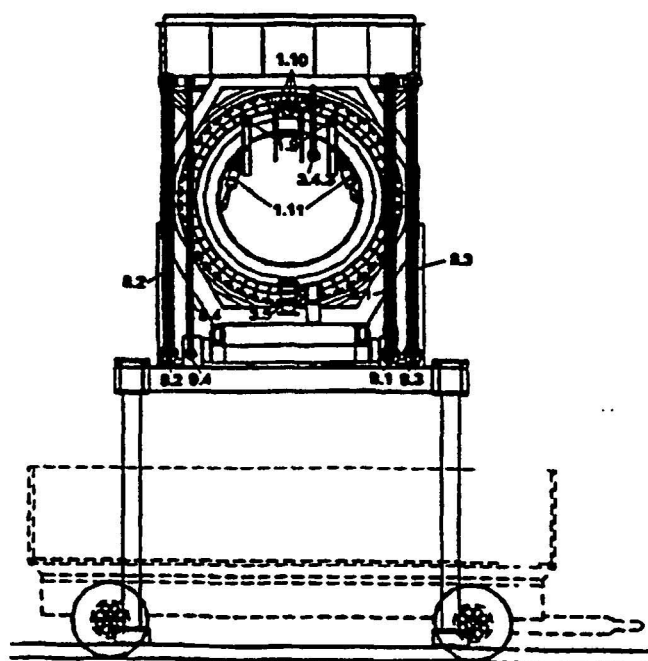
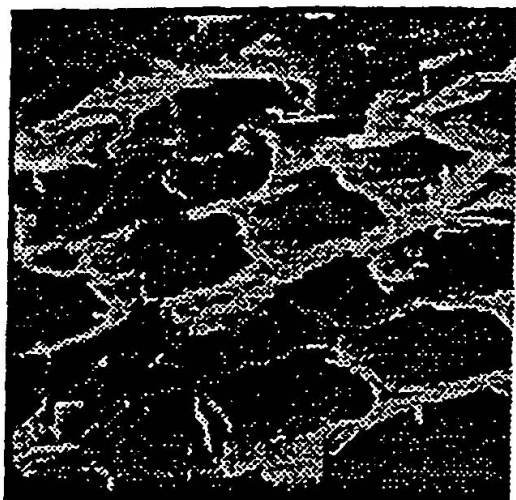
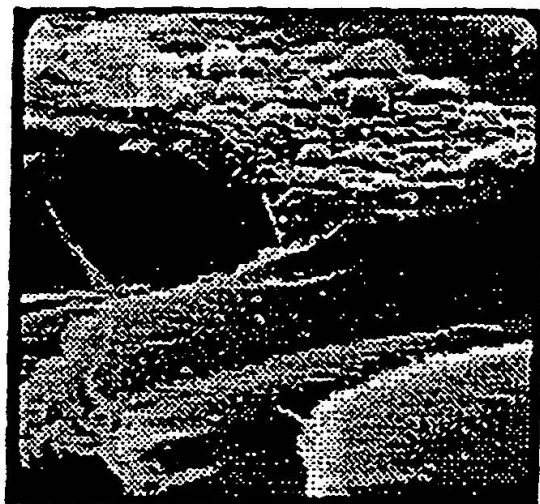


FIG. 2e



1800 X, 1 mm = 370 mm



5000 X, 1 mm = 133 mm

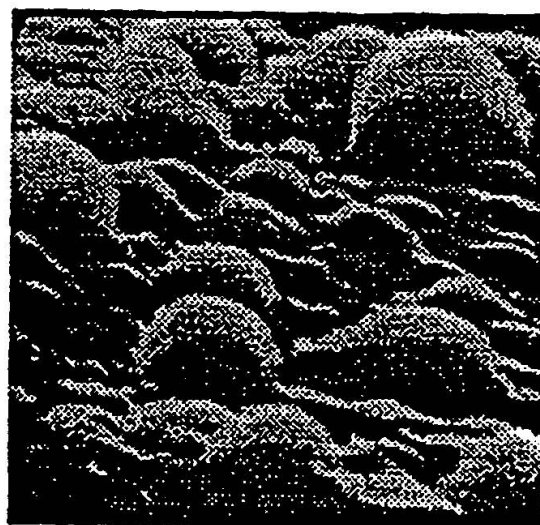
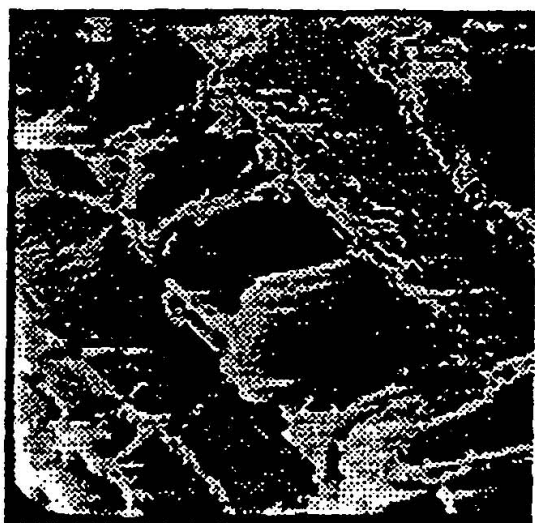


FIG. 3

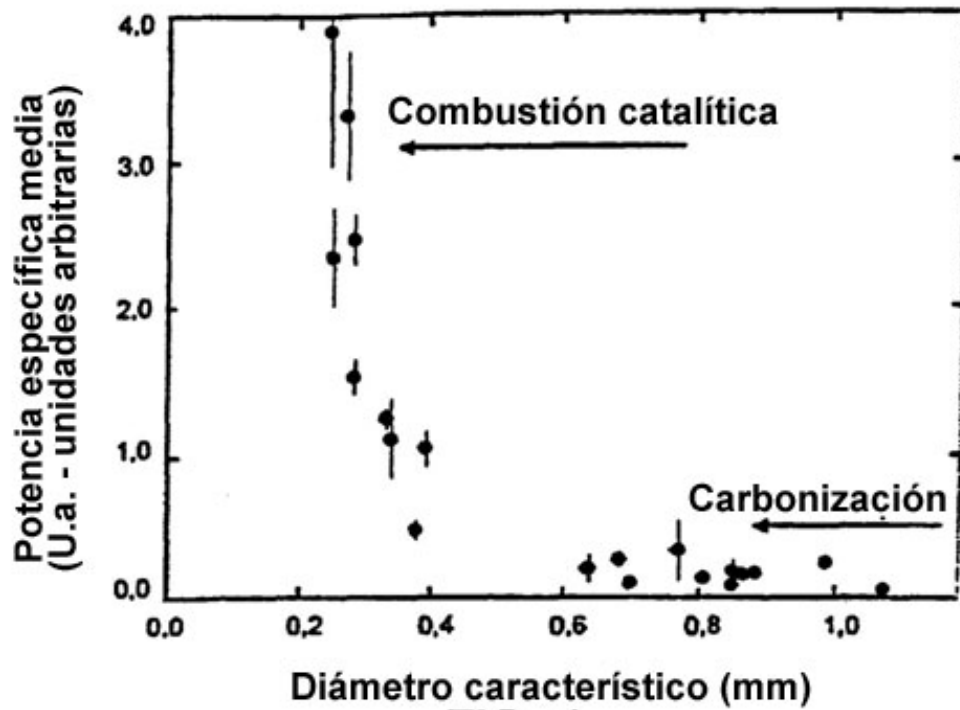


FIG. 4

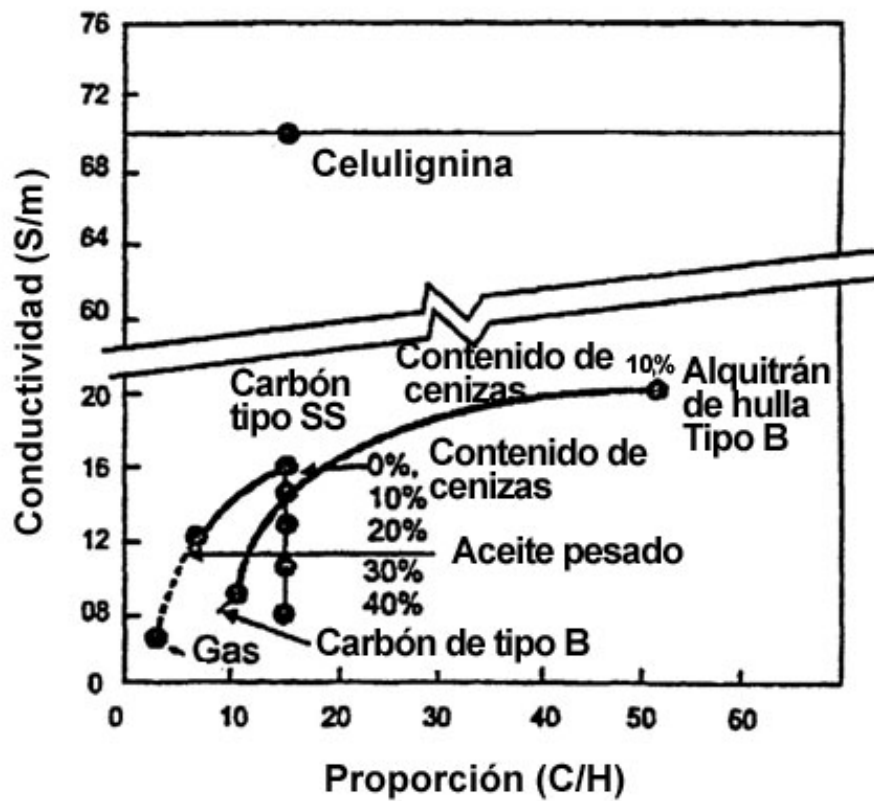


FIG. 5