



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0814664-0 B1

(22) Data do Depósito: 24/07/2008

(45) Data de Concessão: 11/07/2017



(54) Título: MÉTODO DE PRÉ-TRATAMENTO DE MATERIAIS LIGNOCELULÓSICOS POR HIDRÓLISE TÉRMICA, E, SISTEMA PARA A EXECUÇÃO DO MÉTODO.

(51) Int.Cl.: C13K 1/02; C13K 1/04; C12P 7/10

(30) Prioridade Unionista: 25/07/2007 DK PA 2007 01087, 25/07/2007 DK PA 2007 01086

(73) Titular(es): HAARSLEV A/S

(72) Inventor(es): PEDER FOSBOL; PALLE HANSEN

“MÉTODO DE PRÉ-TRATAMENTO DE MATERIAIS LIGNOCELULÓSICOS POR HIDRÓLISE TÉRMICA, E, SISTEMA PARA A EXECUÇÃO DO MÉTODO”

A técnica anterior

[1] A invenção se refere a um método de pré-tratamento de material lignocelulósico mediante a hidrólise térmica, em particular com vista à produção de bioetanol, em que o material é primeiro misturado com água e/ou líquido aquoso e é então passado para um reator, em que o material embebido é submetido a uma alta temperatura e uma alta pressão de tal forma que seja acessível para um subsequente tratamento com enzimas, após o que o material tratado é separado em uma parte líquida e uma parte sólida, em que a parte líquida e a parte sólida podem subsequente ser utilizadas para a produção de bioetanol pela enzimação e fermentação. A invenção além do mais se refere a um sistema para executar o método.

[2] Celulose e hemicelulose, que são tratadas com enzimas, podem ser, por meio desta, decompostas em açúcar C6 e C5, que podem subsequente ser utilizadas como um substrato para microrganismos, para a produção de bioetanol.

[3] Para tornar este material acessível às enzimas, pode ser pré-tratado, por exemplo, por uma hidrólise térmica que é capaz de abrir a estrutura do material.

[4] Um dos métodos conhecidos de hidrólise térmica utiliza um reator, em que o material é submetido a uma alta temperatura e uma alta pressão. Após um curto ou longo período de tempo sob estas condições, o material é descarregado e está pronto para uso. Tipicamente, o material é submetido a uma pressão na faixa de 6 - 30 bars. O tempo de retenção no reator é tipicamente de 5 a 120 minutos, dependendo da pressão e da temperatura do reator. O tratamento no reator leva a ocorrer por batelada.

[5] Assim, os métodos e sistemas conhecidos requerem aquecimento do reator e os meios para agitar e para transportar o material na forma de, por exemplo, agitadores mecânicos e bombas. Isto envolve custos elevados para a provisão e manutenção das partes rotativas, caixas de enchimento, juntas, etc.

[6] A WO 2007/009463 descreve um sistema para a produção de bioetanol, que inclui uma parte para o pré-tratamento do material pela hidrólise térmica. Neste sistema, o material no reator é submetido a uma temperatura entre 170 e 230 graus C e a uma pressão adequadamente alta, e o tempo no reator, a pressão e a temperatura são selecionadas tais que uma parte adequada da celulose é mantida na fração de fibra.

O objeto da invenção

[7] A invenção se refere a um método de execução desta hidrólise térmica do tipo mencionado acima, em que o meio de transporte mecânico e meio de selagem mecânico, caixas de enchimento e rolamentos são totalmente evitados.

[8] Isto é conseguido de acordo com a invenção por um método, em que exclusivamente o vapor é utilizado no aquecimento, agitação e transporte do material através das etapas do pré-tratamento, em que o material é misturado com água ou líquido aquoso, é passado para o reator através de uma porta, que pode ser fechada, após o que o vapor é fornecido na porta em uma pressão que é mais elevada do que a pressão no reator, seguinte o qual o material no reator é submetido a vapor que é introduzido através dos bocais, opcionalmente em vários níveis, após o que o material acabado é separada em uma parte sólida e uma parte líquida em um separador, e em que a parte sólida é descarregada para um outro tratamento, enquanto a parte líquida é opcionalmente coletada ou re-circulada. Por meio disto, a produção é realizada como em um processo contínuo, o que fornece uma alta eficiência.

[9] Neste processo, o vapor é utilizado exclusivamente para o

transporte, agitação e aquecimento. A descarga e transporte de um elemento para outro são provocados pelas diferenças de pressão entre os compartimentos dos elementos. Assim, o sistema não possui elementos mecânicos, tais como bombas, caixas de enchimento ou rolamentos, e não possui aquecimento externo. Uma quantidade considerável da energia é recuperada do vapor utilizado por meio de um economizador. O vapor pode ser usado diretamente na porta mencionada para introdução no reator, conforme mencionado nas reivindicações 2 e 3.

[10] O método pode se tornar ainda mais eficaz mediante o uso de um reator de oxidação entre o reator e o economizador, como mencionado na reivindicação 4.

[11] Além disso, o método pode ser econômico e eficaz por ser executado em duas etapas, visto que um reator adicional e um economizador adicional são utilizados, como mencionado nas reivindicações 5 e 6. O material, que é concluído no primeiro reator, é fornecido ao reator adicional do economizador, em que é tratado mais uma vez. O material a partir deste é então descarregado no economizador adicional, onde é novamente separado em uma parte sólida e uma parte líquida. A parte sólida é removida para outro tratamento no processo (com enzimas).

[12] Além disso, a invenção diz respeito a um sistema para executar o método com os componentes que são mencionados de acordo com as reivindicações de 7 a 10.

O desenho

[13] A invenção será agora explicada de forma mais completa com referência aos desenhos em que

a fig. 1 esquematicamente mostra um sistema de acordo com a invenção, em que o processo ocorre em uma etapa,

a fig. 2 esquematicamente mostra um sistema em que o processo ocorre em duas etapas.

Descrição das formas de realização exemplares

[14] A Figura 1 esquematicamente mostra um sistema para executar o método em uma etapa. A água é adicionada ao material lignocelulósico em um recipiente 1. A mistura 15 é transportada para dentro do reator 3 do sistema através de uma porta de entrada 2. A porta é fechada a partir do recipiente 1 após ter recebido a mistura 15. O líquido recirculado 21 do processo pode opcionalmente ser fornecido a partir de um recipiente de coleta 6 até a porta 2, para que o vapor residual 16 de um economizador 4 seja além do mais adicionado. Depois, o vapor 14 é aplicado a partir de um gerador de vapor (não mostrado) em uma pressão que é de 1 a 5 bars mais elevada do que a pressão no reator 3. Quando a pressão desejada foi obtida, o material é injetado no reator 3.

[15] O vapor 17 é introduzido no reator através de 3 bicos que estão dispostos na parte inferior e opcionalmente em vários níveis acima ao longo do reator. O reator é vertical, e o produto se move para baixo, preferivelmente como um fluxo de pistão. O produto tratado 18, 20 é descarregado do reator 3 para o economizador 4 do sistema. A pressão no economizador é de pelo menos 1 bar mais baixo do que a pressão no reator, de modo que esta diferença de pressão permita a descarga. Um separador 5, em que o líquido 21 é separado, é disposto no economizador 4. O líquido 21 é descarregado do economizador 4 para um recipiente de coleta 6, do qual se pode opcionalmente ser reutilizado. Então, a parte sólida 22 é descarregada do sistema para outro tratamento adicional.

[16] O processo é depois repetido com uma nova batelada de material.

[17] A pressão no reator 3 tipicamente estará na faixa de 6 a 30 bars, a temperatura tipicamente na faixa de 159 a 233 graus C e o tempo de retenção entre 5 e 120 minutos.

[18] A parte sólida 22 tipicamente contém de 10 a 40 % de matéria

seca. A porcentagem de matéria seca relativamente elevada reduz a necessidade de energia para secagem opcional. Correspondentemente, a parte líquida contém de 2 a 8 % de matéria seca.

[19] Se for uma vantagem, ácido ou base pode ser adicionado à matéria prima constituinte.

[20] Oxigênio 19 pode ser adicionado no reator 3 ou um recipiente de reação separado 7.

[21] Na maioria dos casos, as partes sólidas descarregadas 22 devem ser revestidas, de modo que elas possam ser tratadas mais adiante em etapas subseqüentes do processo, as quais incluem a enzimação e fermentação. Isso pode ser feito de uma forma simples mediante o esfriamento à vácuo para uma temperatura que é ideal para a outra etapa do processo. Se for possível utilizar o vapor de baixa temperatura, uma re-utilização muito eficaz da energia adicionada é, além do mais, alcançada. O vapor de baixa temperatura pode ser usado em um evaporador, no qual, por exemplo, os fluxos de líquido, que são retirados do sistema, podem ser concentrados. O produto pode, por exemplo, ser retirado do refrigerador por uma bomba de positivo. O refrigerador à vácuo pode ter uma temperatura de operação de 50 a 80 graus C, o que resulta em uma considerável recuperação de vapor instantâneo. O refrigerador à vácuo pode ser utilizado até uma temperatura de 25 graus C.

[22] A Figura 2 esquematicamente mostra o método e o sistema em um processo de duas etapas.

[23] No processo de duas etapas, um reator adicional de 8 é utilizado, em que o material 24 é fornecido a partir do economizador 4 na primeira etapa. As partes líquidas podem ser tiradas do sistema entre os dois reatores 3, 8, por meio do qual os teores de sais e inibidores são reduzidos.

[24] O vapor 23 é aplicado no economizador 4 em uma pressão que é de 1 a 5 bars mais elevado do que a pressão no reator adicional (reator 8),

após o que o material é injetado dentro do reator 8 unicamente pela diferença de pressão. O vapor 26 é introduzido no reator 8 através dos bicos que estão dispostas na parte inferior e opcionalmente em vários níveis. O produto é injetado em um economizador adicional 9 da mesma forma como na primeira etapa, em que a pressão é de pelo menos 1 bar mais baixo do que no reator 8. Também o economizador 9 possui um separador 10 para separar a parte sólida da parte líquida.

[25] A pressão no reator 3 tipicamente estará na faixa de 6 a 20 bars, enquanto a pressão no reator 8 é tipicamente mantida em 6 a 30 bars. A pressão do reator 8 será tipicamente de 1 a 20 bars mais elevado do que a pressão no reator 3.

[26] A pressão no economizador 4 é de pelo menos 1 bar mais baixo do que a pressão no reator 3. Um separador de 5, 10, em que o líquido é separado, está disposto internamente no economizador 4, 9. O líquido 28, 33 é descarregado do economizador 4 e 9 para o recipiente 11 e 12. O vapor 23 é aplicado em uma pressão que é de 1 a 5 bars mais elevado do que a pressão no reator 8. Quando a pressão desejada foi obtida no economizador 4, o produto 24 é injetado no reator 8, enquanto o vapor residual 34, se houver, é fornecido ao economizador 9.

[27] Na maioria dos casos, as fases sólidas descarregadas devem ser esfriadas, de modo que elas possam ser tratadas mais adiante nas subseqüentes etapas do processo, as quais incluem a enzimação e fermentação. Isso pode ser feito de uma forma simples por meio de um refrigerador à vácuo 13 até uma temperatura que é a ideal para a outra etapa do processo. Se for possível a utilização de vapor de baixa temperatura, uma reutilização muito eficaz da energia adicionada é, além do mais, alcançada. O vapor de baixa temperatura pode ser usado em um evaporador, em que, por exemplo, os fluxos líquidos, que são tirados do sistema, podem ser concentrados. O produto em 27 pode, por exemplo, ser tirado como um sólido

35 do refrigerador 13 por uma bomba positiva. Um tal sistema de esfriamento como uma opção é mostrado com relação ao processo de duas etapas na fig. 2. O refrigerador à vácuo 13 pode ter uma temperatura de operação de 50 a 80 graus C, o que resulta em uma considerável recuperação de vapor instantâneo 29. O refrigerador à vácuo 13 pode vantajosamente ser utilizado até uma temperatura de 25 graus C. Um tal refrigerador à vácuo pode da mesma maneira ser estabelecido em conexão com o sistema de uma etapa mostrado na fig. 1.

[28] Se a adição de oxigênio for utilizada, preferivelmente ocorrerá para o reator 3, como mostrado na fig. 1, ou para um reator de oxidação entre o reator 8 e o economizador 9.

[29] As vantagens do método e sistema podem ser resumidas como se segue:

[30] O processo de acordo com a invenção ocorre em um sistema em que a pressão é estabelecida pela adição direta de vapor. A pressão no sistema varia de modo que todo o transporte seja estabelecido pelas diferenças de pressão, por meio das quais o sistema é simplificado consideravelmente em relação às formas de realização tradicionais. Assim, o aquecimento das superfícies e, portanto, os procedimentos de limpeza para estas são evitados. A agitação é estabelecida por injeção direta de vapor, mas de tal modo que o processo de hidrólise prossegue para baixo através do reator, quando o produto é avançado preferivelmente em um fluxo de pistão. Os dispositivos mecânicos para a agitação e transporte são evitados por meio disto, e rolamentos e caixas de enchimento são desnecessários.

[31] O líquido pode ser separado e tirado dos economizadores do sistema. Uma maior ou menor pode ser recirculada com a matéria prima constituinte. Assim, os sais e os inibidores podem ser separados por esta separação. Quando o sistema for construído como um processo de duas etapas, o líquido pode ser retirado do sistema em uma pressão de vapor

relativamente elevada e relativamente baixa. Além disso, o processo de hidrólise pode ser regulado de modo que a intensidade possa ser controlada através da variação em parte da pressão/temperatura nas duas etapas do reator, em parte do tempo de retenção nas pressões fixadas.

[32] O sistema torna possível a utilização de vapor residual, e o consumo total de vapor é, portanto, reduzido em relação aos sistemas sem um economizador.

[33] O sistema permite a adaptação aos processos alternativos, por exemplo, hidrólise, mediante a adição de ácido ou oxidação alcalina úmida, e tudo em combinação com uma explosão de vapor final.

[34] O sistema além do mais permite que a parte sólida, que é tirada do sistema, seja esfriada em uma maneira simples pelo esfriamento a vácuo em uma temperatura que é adequada para o outro curso de processo.

REIVINDICAÇÕES

1. Método de pré-tratamento de materiais lignocelulósicos por hidrólise térmica, em particular com vista à produção de bioetanol, em que o material é primeiro misturado com água e/ou líquido aquoso e é depois passado para um reator, em que o material embebido é submetido a uma temperatura elevada e uma alta pressão de tal forma que se torne acessível a um subsequente tratamento com enzimas, após o que o material tratado é separado em uma parte líquida e uma parte sólida, onde as partes líquidas e sólidas podem ser subsequentelemente utilizadas para a produção de bioetanol por enzimação e fermentação, caracterizado pelo fato de que exclusivamente o vapor é utilizado no aquecimento, agitação e transporte do material através das etapas do pré-tratamento, onde todo transporte é estabelecido por diferenças de pressão, em que o material (30) é misturado com água ou líquido aquoso e é passado para o reator (3) através de uma porta (2), que pode ser fechada, após o qual o vapor (31) é fornecido na porta (2) em uma pressão que é mais elevada do que a pressão no reator (3), após o que o material no reator é submetido ao vapor (17, 26) que é introduzido através dos bicos, opcionalmente em diversos níveis, após o que o material acabado é separado em uma parte sólida (22, 29) e uma parte líquida (21, 28) em um separador (5), e onde a parte sólida é descarregada para outro tratamento, enquanto a fase líquida é opcionalmente coletada ou re-circulada.

2. Método de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a separação ocorre em um economizador (4) em que a pressão é mais baixa do que a pressão no reator (3).

3. Método de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado pelo fato de que o vapor residual (16, 34, 36) a partir do economizador (4, 9) é passado para a porta (2) após a descarga da parte sólida.

4. Método de acordo com as reivindicações de 1 a 3,

caracterizado pelo fato de que o material é passado do reator (3) para um reator de oxidação (7) e de lá para o economizador (4), e que a pressão no reator de oxidação (7) é mantida mais baixa do que a pressão no reator (3), respectivamente, a pressão no economizador (4) é mantida mais baixa do que a pressão no reator de oxidação (7).

5. Método de acordo com as reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o pré-tratamento ocorre em duas etapas, quando a parte sólida (24) do economizador (4) é transportada para um reator adicional (8) e é tratada neste, após o que ele é passada para um economizador adicional (9) do qual é descarregada para um outro tratamento, e que a pressão no reator adicional (8) é mais baixa do que a pressão do economizador (4), respectivamente a pressão no economizador adicionais (9) é mais baixa do que a pressão no reator adicional (8), tal que o material pode ser transportado apenas pelas diferenças de pressão.

6. Método de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que o oxigênio é adicionado a um reator de oxidação entre o reator adicional (8) e o economizador adicional (9).

7. Sistema para a execução do método como definido nas reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que, na seqüência, compreende meios para a adição de água e/ou líquido aquoso no material (15, 30), uma porta (2), pelo menos um reator (3, 8) que pode ser fechado a partir da porta (2), meios para o fornecimento de vapor (17, 26) em uma alta pressão e em uma alta temperatura no reator através de bicos, opcionalmente em vários níveis, um economizador (4, 9), um separador (5, 10) no economizador para a separação do material em uma parte sólida e uma parte líquida, e meios para descarregar a parte sólida (27), em que as condições de pressão nestes elementos constantemente diminuem em dita seqüência, e em que o transporte ou a descarga ocorre exclusivamente pela diferença de pressão entre os elementos individuais.

8. Sistema de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um reator (8) e um economizador (9) dispostos em sequência após o economizador (4).

9. Sistema de acordo com a reivindicação 7 ou 8, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um reator de oxidação (7) disposto após o reator (3) ou o reator adicional (8).

10. Sistema de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que adicionalmente compreende um refrigerador a vácuo (13) para o esfriamento do sólido (27) e, desse modo, a recuperação da energia na forma de vapor instantâneo (29).

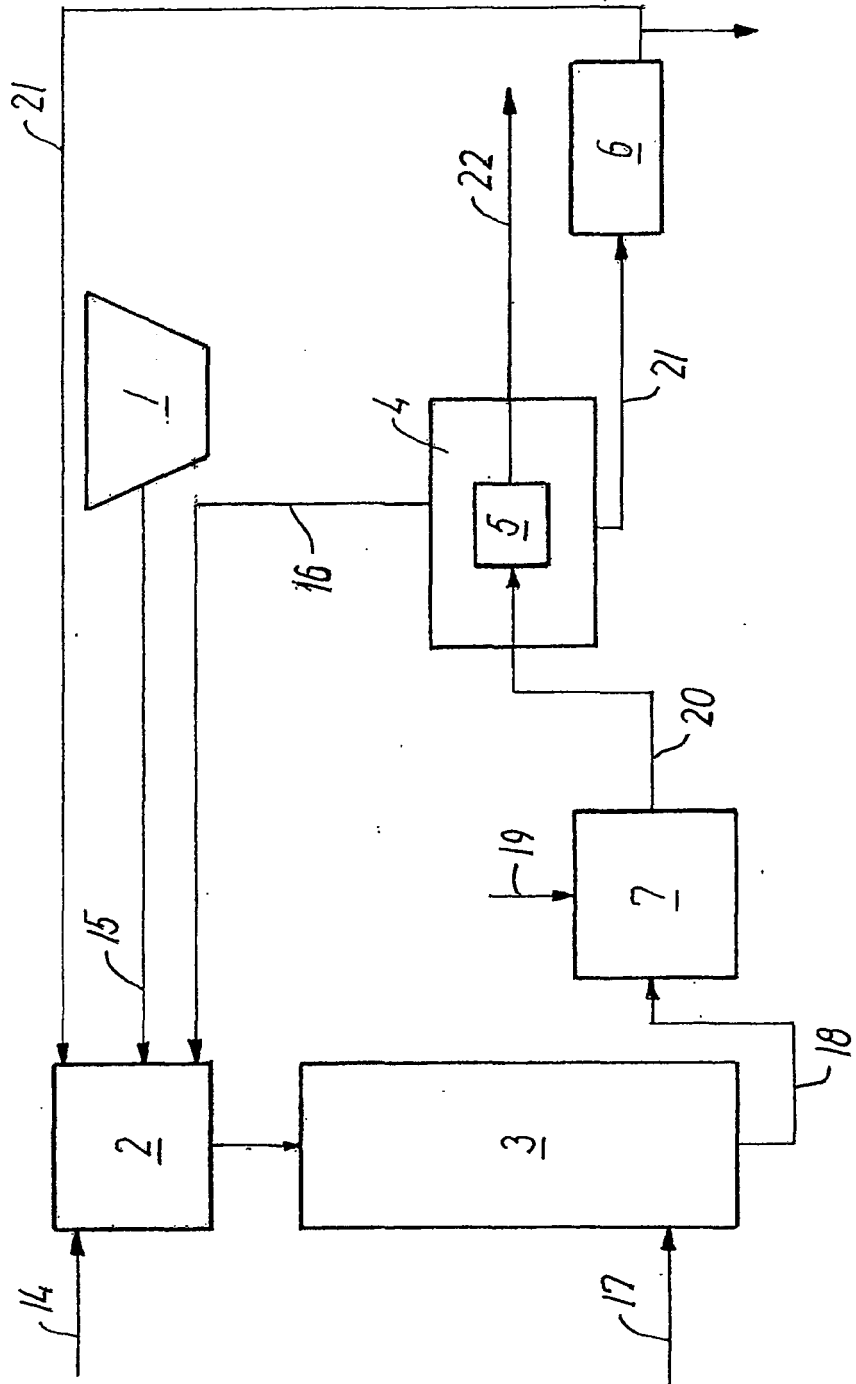


FIG. 1

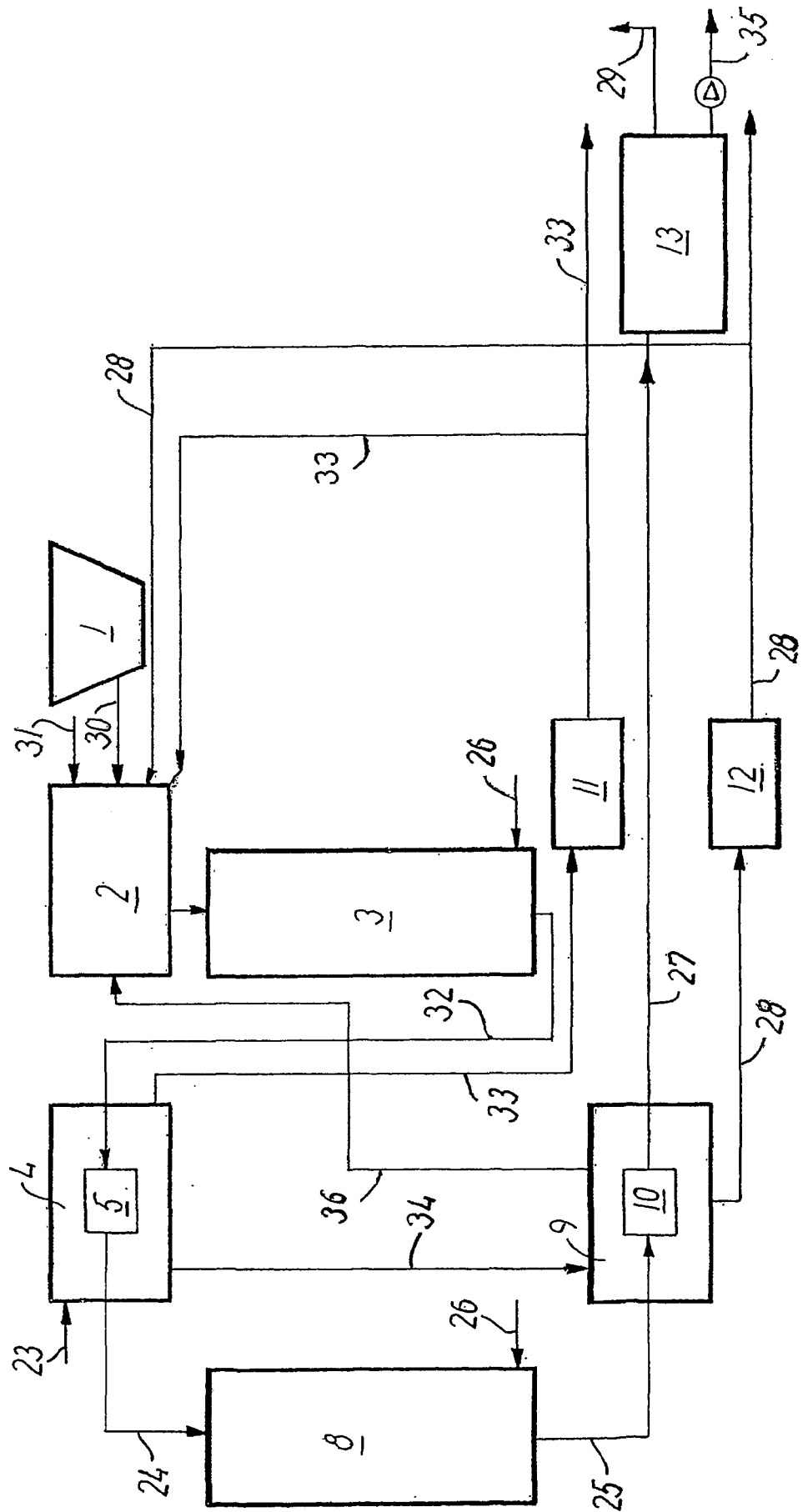


FIG. 2