

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 909 451**

51 Int. Cl.:

D21B 1/36

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2015** **E 15425084 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.03.2022** **EP 3156539**

54 Título: **Proceso continuo para el pretratamiento de una materia prima lignocelulósica**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
06.05.2022

73 Titular/es:

VERSALIS S.P.A. (100.0%)
Piazza Boldrini, 1
20097 San Donato Milanese (MI), IT

72 Inventor/es:

GIORDANO, DARIO y
CHERCHI, FRANCESCO

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 909 451 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

Proceso continuo para el pretratamiento de una materia prima lignocelulósica

5 ANTECEDENTES

Para convertir una materia prima lignocelulósica en compuestos útiles, tales como biocombustibles y productos bioquímicos, normalmente se requiere un pretratamiento para descomponer la estructura lignocelulósica para incrementar la accesibilidad a los carbohidratos contenidos en la misma. A continuación, la materia prima lignocelulósica pretratada se puede procesar además, por ejemplo, por hidrólisis enzimática, para obtener una mezcla hidrolizada que comprende hidratos de carbono monoméricos.

Típicamente, se usan pretratamientos mecánicos, térmicos e hidrotérmicos, físicos, biológicos y químicos.

La explosión de vapor es una técnica de pretratamiento bien conocida en la que la materia prima lignocelulósica se somete en primer lugar a un tratamiento hidrotérmico en presencia de vapor a alta temperatura y presión, seguido de liberación rápida de la presión de vapor para producir una ruptura explosiva de la estructura lignocelulósica. De este modo, la materia prima se inserta en un reactor presurizado, en el que la presión se obtiene normalmente insertando vapor saturado en el reactor. El vapor se usa para calentar la materia prima a la temperatura del proceso, alcanzando idealmente una temperatura que es próxima a la temperatura de vapor. Por lo tanto, una parte importante del vapor se condensará en agua líquida provocando una reducción significativa de la presión del reactor. Se debe añadir vapor suficiente al recipiente de reactor para lograr la presión deseada para obtener pasta por explosión de vapor, tal como 15 bar. Una dificultad con este enfoque es que requiere una gran cantidad de vapor para calentar el material y hacerlo explotar con vapor eficazmente fuera del recipiente de reactor. El gran volumen de vapor requerido es costoso en términos de consumo de energía, especialmente en el caso de que la materia prima se introduzca en el recipiente de reactor a baja temperatura.

Por lo tanto, un primer problema que se debe resolver es reducir la cantidad de vapor necesario en un proceso de explosión de vapor, logrando al mismo tiempo una explosión de vapor eficaz de la materia prima.

Un segundo problema que se debe resolver es reducir la cantidad de agua líquida condensada presente conjuntamente con la materia prima durante la explosión de vapor. A saber, agua condensada, que tiene una densidad gravimétrica mayor que la materia prima, reduce la eficacia de la explosión de vapor y puede provocar el taponamiento de las líneas de soplado usadas típicamente para implementar la explosión de vapor.

Una primera solución para reducir la cantidad de vapor conservando la eficacia de explosión de vapor se presenta en el documento US20080277082, que divulga un procedimiento y dispositivo para la obtención de pasta por explosión de vapor que incluye: impregnar un material de alimentación de biomasa celulósica en un recipiente de reactor presurizado; descargar el material de alimentación impregnado del recipiente a un compresor de alta presión; elevar la presión del material de alimentación en el compresor; descargar el material de alimentación presurizado desde el compresor a un conducto acoplado a una válvula de soplado; reducir rápidamente la presión del material de alimentación presurizado a medida que el material de alimentación pasa a través de la válvula de soplado, y obtener pasta del material de alimentación por expansión de fluido en el material de alimentación durante la reducción de presión rápida. El compresor de descarga de alta presión aplica fuerza centrífuga para incrementar la presión de una corriente de material de alimentación desde un recipiente de reactor presurizado. La fuerza centrífuga aplicada a la corriente incrementa la presión a, por ejemplo, al menos 0,5-1 bar por encima de la presión dentro del reactor de cocción. Una primera desventaja de la solución ofrecida es que se requiere una cantidad pertinente de energía mecánica para proporcionar fuerza centrífuga a la corriente de material de alimentación para alcanzar una presión suficientemente alta para garantizar una explosión de vapor posterior eficaz. Una segunda desventaja es que el material entrante puede taponar los componentes rotatorios del compresor. Como la velocidad de rotación es alta, se pueden producir daños disruptivos.

Otra solución para reducir la cantidad de vapor mientras se conserva la eficacia de la explosión de vapor se divulga originalmente en Boehm, R.M. "The Masonite process", Industrial and Engineering Chemistry, 22(5), pág.493-497, 1930, y se describe en Fiberboard Manufacturing Practices in the United States, por Otto Suchsland y George E. Woodson, United States Department of Agriculture Forest Service Agriculture Handbook n.º 640, 1984, p.62. La secuencia de operación divulgada es como sigue: 1) se carga la pistola con virutas verdes a través del orificio en la parte superior; 2) se cierra herméticamente la válvula de entrada de virutas; 3) se admite de inmediato vapor a baja presión de 350 bar, a poco más de 221 °C (350 lb/pulg², poco más de 430 °F). Esto lleva las virutas a una temperatura de aproximadamente 191 °C (375 °F); 4) las virutas permanecen 5 a 191 °C (375 °F) durante de 30 a 40 s; 5) se admite vapor a alta presión y se eleva la presión de pistola dentro de aproximadamente 2 a 3 s a 69 bar (1000 lb/pulg²) equivalente a una temperatura de aproximadamente 282 °C (540 °F); 6) las virutas permanecen a esta presión durante aproximadamente 5 s; 7) se abre la válvula de descarga hidráulica; 8) las virutas explotan debido a la diferencia de presión y, al mismo tiempo, se fuerzan por el vapor en expansión a través de la placa de orificio inferior ranurada donde se trituran en una masa de haces de fibras; 9) se separan el vapor y las fibras en un separador ciclónico. De este modo, el proceso divulgado es un proceso por lotes que usa dos fuentes de vapor,

a saber, el vapor a baja presión y el vapor a alta presión, secuencialmente. Estos tipos de procesos por lotes son conocidos por ser difíciles de implementar a escala industrial.

El uso de vapor sobrecalentado para el tratamiento de una biomasa lignocelulósica es conocido en la técnica.

Como ejemplo, Dave Barchyn, Stefan Cenkowski, "Process analysis of superheated steam pre-treatment of wheat straw and its relative effect on ethanol selling price", *Biofuel Research Journal* 4 (2014) 123-128, examinó el uso de vapor sobrecalentado como medio de proceso por el que el material lignocelulósico de paja de trigo se pretrata como alternativa a la explosión de vapor. En la publicación, se dice que el vapor sobrecalentado se ha implementado con éxito en procesos industriales tales como procesamiento y secado de alimentos y la descontaminación de biomasa y ha dado lugar a incrementos sustanciales en la eficacia energética debido a la alta penetración y suministro de energía. En el pretratamiento divulgado, las muestras se sometieron a 15 min de tratamiento con agua caliente en agua caliente presurizada (193 kPa, 119 °C) seguido de 2, 5 o 10 min de tratamiento con vapor sobrecalentado en un proceso por lotes.

En el documento WO2011044282A2 se divulga un proceso para el pretratamiento termomecánico de biomasa. El proceso incluye someter una materia prima de biomasa a reacción térmica en condiciones que exceden la presión atmosférica, a una temperatura que excede la temperatura ambiente, a un contenido en humedad predeterminado y durante un período de tiempo predeterminado. Posteriormente, la presión de dicha reacción térmica se reduce en condiciones que dan como resultado una descompresión explosiva de dicha biomasa. La biomasa descomprimida se somete a continuación a fuerzas de cizallamiento axial para reducir mecánicamente el tamaño de las fibras de la biomasa para obtener biomasa tratada. La biomasa tratada resultante tiene un alto nivel de digestibilidad enzimática y una baja concentración de productos de degradación. Las condiciones de reacción térmica se proporcionan por una inyección de vapor vivo. En un modo de realización, la inyección de vapor se proporciona a una presión mínima de 290 psig y se reduce adiabáticamente a la presión operativa del reactor térmico, permitiendo por lo tanto que el vapor entre en el reactor ligeramente sobrecalentado para compensar cualquier pérdida de calor ambiental en el reactor. En general, cuanto mayor es la presión de vapor, más sobrecalentamiento se puede transferir al reactor.

El documento WO 2012/042498 divulga un proceso para el remojo de biomasa lignocelulósica en el que la materia prima de biomasa lignocelulósica se remoja en una pluralidad de zonas de remojo orientadas en serie, cada una alimentada con vapor a una presión y temperatura determinadas con separación de un líquido entre una zona de remojo y la sucesiva. La severidad de las condiciones de remojo se incrementa progresivamente de modo que la última zona de remojo tenga una severidad mayor que la severidad de al menos una de las zonas anteriores en el proceso.

Se cree que la presente invención resuelve de manera eficaz los problemas mencionados anteriormente que se producen en procesos de explosión de vapor divulgados en la técnica.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Se divulga un proceso continuo para el pretratamiento de una materia prima lignocelulósica, que comprende las siguientes etapas de: introducir la materia prima lignocelulósica en un recipiente de reactor presurizado; tratar hidrotérmicamente la materia prima lignocelulósica con vapor a la presión del reactor, insertar al menos una primera corriente de vapor que comprende un primer vapor y una segunda corriente de vapor que comprende un segundo vapor en el recipiente de reactor presurizado, teniendo el primer vapor una primera temperatura de vapor y teniendo el segundo vapor una segunda temperatura de vapor, en el que la segunda temperatura de vapor es mayor que la primera temperatura de vapor; y explotar con vapor la materia prima lignocelulósica.

Se divulga además que la primera corriente de vapor se puede insertar en el recipiente de reactor presurizado a través de una primera entrada o entradas de vapor y la segunda corriente de vapor se inserta en el recipiente de reactor a través de una segunda entrada o entradas de vapor, en la que al menos una segunda entrada de vapor tiene una distancia desde una salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado que es menor que la distancia desde una entrada de materia prima del recipiente de reactor presurizado.

También se divulga que al menos una parte del vapor en el recipiente de reactor presurizado puede ser vapor sobrecalentado.

Se divulga además que la temperatura de al menos una parte del vapor sobrecalentado en el recipiente de reactor presurizado puede ser al menos 10 °C mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor.

También se divulga que el vapor sobrecalentado se puede incluir en una zona sobrecalentada del recipiente de reactor presurizado, en el que la zona sobrecalentada tiene un volumen que es menor que un valor porcentual seleccionado del grupo que consiste en un 50 %, 30 % y 10 % del volumen total del recipiente de reactor presurizado.

También se divulga que la zona sobrecalentada se puede situar en las proximidades de la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado.

5 Se divulga además que el tratamiento hidrotérmico de la materia prima lignocelulósica se puede llevar a cabo durante un tiempo de residencia que es un valor en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 1 minuto a 30 minutos, de 2 minutos a 20 minutos y de 3 minutos a 10 minutos.

10 También se divulga que la primera temperatura de vapor puede estar en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 170 °C a 230 °C, de 175 °C a 210 °C y de 180 °C a 195 °C.

Se divulga además que la segunda temperatura de vapor puede ser mayor que la primera temperatura de vapor en al menos un valor seleccionado del grupo que consiste en 10 °C, 30 °C, 50 °C y 100 °C.

15 También se divulga que el primer vapor y el segundo vapor pueden ser vapor saturado.

Se divulga además que el segundo vapor puede ser vapor sobrecalentado.

20 También se divulga que la presión del reactor puede ser mayor que un valor seleccionado del grupo que consiste en 13 bar, 15 bar y 18 bar.

Se divulga además que la primera corriente de vapor se puede insertar a una primera presión de vapor y la segunda corriente de vapor se inserta a una segunda presión de vapor, y la presión del reactor es al menos un valor porcentual seleccionado del grupo que consiste en un 60 %, 80 %, 90 % y 95 % y menor que un 100 % de la menor de la primera presión de vapor y la segunda presión de vapor.

25 También se divulga que la presión del reactor puede ser homogénea.

30 Se divulga además que la segunda corriente de vapor tiene un flujo medio que puede ser mayor que 0 y menor que un valor porcentual seleccionado del grupo que consiste en un 70 %, 50 %, 30 %, 10 % de un flujo medio de la primera corriente de vapor y la corriente y la segunda corriente de vapor.

35 También se divulga que la cantidad total de vapores por kg de materia prima lignocelulósica en base seca introducida en el recipiente de reactor presurizado puede estar en un intervalo de 0,2 kg/kg a 2 kg/kg, de 0,4 kg/kg a 1,5 kg/kg, y de 0,6 kg/kg a 1 kg/kg.

Se divulga además que explotar con vapor la materia prima lignocelulósica puede comprender liberar una presión aplicada a la materia prima a través de una línea de soplado conectada operativamente a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado.

40 También se divulga que la materia prima lignocelulósica se puede introducir en el recipiente de reactor presurizado a una temperatura que está en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 20° a 100 °C, de 40° a 95 °C, y de 60° a 90 °C.

45 Se divulga además que la materia prima lignocelulósica introducida en el reactor puede tener un contenido en humedad en un intervalo de un 40 % a un 70 % en peso de la materia prima lignocelulósica en base húmeda.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

50 La figura 1 es un modo de realización ejemplar del proceso divulgado

La figura 2 es otro modo de realización ejemplar del proceso divulgado

DESCRIPCIÓN DETALLADA

55 Se divulga un proceso de pretratamiento de una materia prima lignocelulósica que comprende carbohidratos y lignina. El proceso de pretratamiento incrementa la accesibilidad de los carbohidratos a un agente biológico tal como una enzima o una mezcla enzimática. Por lo tanto, la materia prima lignocelulósica pretratada se puede someter a una etapa de hidrólisis posterior, para producir una mezcla hidrolizada que comprende hidratos de carbono monoméricos solubles en agua. Se puede encontrar una descripción detallada de una materia prima lignocelulósica en el documento WO2015028156A1, pág. 11-14.

60 Una materia prima lignocelulósica preferente se selecciona del grupo de residuos agrícolas, en particular paja tal como paja de trigo, paja de arroz o bagazo, tal como bagazo de caña de azúcar. Las maderas duras y maderas blandas también se benefician de este proceso.

El proceso divulga es un proceso continuo, que comprende introducir la materia prima lignocelulósica en un recipiente de reactor presurizado a través de una entrada de materia prima y someter la materia prima lignocelulósica a un tratamiento hidrotérmico mientras la materia prima se mueve, o se transporta, a una salida de materia prima del reactor presurizado. El tratamiento hidrotérmico se realiza insertando al menos dos vapores que

De acuerdo con un aspecto, el proceso divulgado reduce significativamente la cantidad total de vapor que se necesita para pretratar la materia prima lignocelulósica, con respecto a la cantidad de vapor necesaria para pretratar la materia prima lignocelulósica con vapor a una única temperatura.

De acuerdo con otro aspecto, el proceso divulgado reduce en gran medida la cantidad de agua líquida que se forma en el recipiente de reactor presurizado debido a la condensación de vapor. Debido a la alta presión, es difícil extraer agua líquida por separado del recipiente de reactor presurizado y su presencia durante la explosión de vapor puede reducir fuertemente los efectos disruptivos de la explosión de vapor sobre la materia prima lignocelulósica.

De acuerdo con otro aspecto de la invención, el proceso divulgado evita o reduce fuertemente la caída de presión de vapor en el recipiente de reactor presurizado debido a la condensación de vapor. La caída de presión se puede producir en el recipiente de reactor presurizado típicamente en el caso de que la materia prima lignocelulósica se inserte a baja temperatura mientras se inserta el vapor a un caudal bajo para limitar el consumo de vapor.

Para que el proceso sea continuo, no es necesario que la materia prima lignocelulósica se introduzca continuamente en el recipiente de reactor presurizado, pero se puede introducir en alícuotas o pulsos constantes. Por tanto, existen momentos en los que no entra materia prima lignocelulósica en el recipiente de reactor presurizado. Pero, con el tiempo, la masa total introducida en el recipiente de reactor presurizado es igual a la masa total sometida a explosión de vapor. En el caso de que una parte de la materia prima lignocelulósica se extraiga en forma líquida y/o sólida del recipiente de reactor presurizado desde las salidas auxiliares sin que explote con vapor, el equilibrio de masa se aplica a la cantidad total de materia prima lignocelulósica extraída y explotada con vapor. Un rasgo característico distintivo entre un proceso continuo y uno por lotes es que, en un proceso continuo, una parte nueva de la materia prima lignocelulósica se introduce en el recipiente de reactor presurizado al mismo tiempo que una parte tratada hidrotérmicamente de la materia prima lignocelulósica se somete a explosión de vapor. Dicha explosión de vapor se realiza de manera continua lo que incluye la retirada de alícuotas o pulsos.

La materia prima lignocelulósica se somete preferentemente a un proceso o etapa de remojo previo para retirar una parte de los compuestos no lignocelulósicos contenidos en la materia prima lignocelulósica sin tratar, tales como sales inorgánicas, ceras y ácidos orgánicos, antes de introducirse en el reactor presurizado. En la etapa o proceso de remojo, también se pueden separar contaminantes externos, tales como tierra, piedras y residuos de cosecha. El proceso de remojo comprende preferentemente introducir la materia prima lignocelulósica en un líquido de remojo que comprende agua a una temperatura de 20 °C a 100 °C, más preferentemente de 40 °C a 70 °C y durante un tiempo de remojo que es de 30 segundos a 30 minutos, más preferentemente de 3 minutos a 15 minutos. La etapa o proceso de remojo se lleva a cabo preferentemente a presión atmosférica. Después del remojo, se retira algo de líquido de la materia prima lignocelulósica por drenaje y/o aplicando de fuerzas mecánicas de cizallamiento/compresión. Preferentemente, todo el líquido libre y al menos una parte del líquido de remojado en la biomasa se extraen antes de insertar la materia prima en el reactor presurizado. De este modo, en el proceso divulgado, la materia prima lignocelulósica se puede introducir en el recipiente de reactor presurizado a una temperatura en un intervalo de 20 °C a 100 °C, más preferentemente de 40 °C a 95 °C, y lo más preferentemente de 60 °C a 90 °C. El contenido en humedad de la materia prima lignocelulósica puede ser de un 40 % a un 70 %, más preferentemente de un 45 % a un 65 % y lo más preferentemente de un 50 % a un 60 % en base húmeda.

En otro modo de realización, la materia prima lignocelulósica se somete a un tratamiento hidrotérmico preliminar en agua o un líquido que comprende agua para solubilizar una parte de los carbohidratos insolubles en agua contenidos en la materia prima lignocelulósica antes de introducirse en el recipiente de reactor presurizado. El tratamiento hidrotérmico preliminar se lleva a cabo en condiciones presurizadas en presencia de agua en una fase de vapor o líquida, o una mezcla de las mismas, a una temperatura de 100 °C a 190 °C, preferentemente de 130 °C a 180 °C, y lo más preferentemente de 140 °C a 170 °C. El tratamiento hidrotérmico preliminar se lleva a cabo durante un tiempo en un intervalo de 10 minutos a 3 horas, preferentemente de 15 minutos a 3 horas, y lo más preferentemente de 20 minutos a 60 minutos. El tratamiento hidrotérmico preliminar solubiliza principalmente el componente hemicelulósico de la materia prima lignocelulósica, que se puede someter a degradación térmica a alta temperatura, y un líquido que comprende agua y polímeros y oligómeros de xilosa solubles en agua y opcionalmente otros hidratos de carbono derivados de hemicelulosa, de este modo se separa de la materia prima lignocelulósica sólida antes de tratar la materia prima lignocelulósica sólida de acuerdo con el proceso divulgado.

Para describir el proceso divulgado, se hace referencia a la figura 1 y la figura 2, que representan dos conjuntos de reactor ejemplares que se pueden usar para implementar el proceso. Cada conjunto de reactor comprende un recipiente de reactor presurizado, en el que se produce el tratamiento hidrotérmico, y un dispositivo de explosión de vapor para reducir rápidamente la presión aplicada a la materia prima.

La materia prima lignocelulósica se introduce en el recipiente de reactor presurizado desde una zona que está a una presión menor que la presión del reactor. La materia prima se puede introducir desde una zona a presión atmosférica, es decir, 1 bar, o desde un entorno ya presurizado a una presión mayor que 1 bar. Por lo tanto, se usa un dispositivo de sellado a presión para introducir la materia prima en el recipiente de reactor presurizado. El dispositivo de sellado a presión es preferentemente un dispositivo de formación de tapón continuo tal como un compresor de biomasa, también conocido como alimentador de tornillo sin cabeza o alimentador de tornillo sin fin. En este caso, la materia prima se transporta desde una entrada del dispositivo de sellado a presión conectado a la zona de baja presión a una salida del dispositivo de sellado a presión por medio de un tornillo interno, que comprime la materia prima para formar un tapón que puede sostener dinámicamente una diferencia de presión entre las dos zonas a diferente presión, mientras se introduce continuamente la materia prima en el recipiente de reactor presurizado. El tapón de materia prima se puede fragmentar mecánicamente a la salida del dispositivo de sellado a presión y la materia prima entra preferentemente en el recipiente de reactor presurizado bajo la acción de la gravedad. También se puede usar una celda rotatoria, que funciona en modo discontinuo o semicontinuo, para introducir alícuotas secuenciales de materia prima en el recipiente de reactor presurizado. El dispositivo de sellado a presión está conectado al recipiente de reactor presurizado, es decir, la salida del dispositivo de sellado a presión se puede conectar directa o indirectamente a la entrada de materia prima del recipiente de reactor presurizado. En el caso de conexión directa, típicamente la salida del dispositivo de sellado a presión y la entrada del recipiente de reactor presurizado se unen por una o más bridas apretadas para evitar fugas de vapor. En el caso de conexión indirecta, se interpone un sistema de conexión entre la salida del dispositivo de sellado a presión y la entrada del recipiente de reactor presurizado. El sistema de conexión puede comprender una o más tuberías, recipientes o aparatos.

El recipiente de reactor presurizado comprende una entrada de materia prima, una salida de materia prima y dos o más entradas de vapor para insertar vapor en el recipiente de reactor presurizado, y está diseñado para operar a una presión interna máxima de al menos 20 bar, preferentemente al menos 40 bar, y más preferentemente al menos 50 bar, de acuerdo con reglas de diseño de reactor bien conocidas. Dependiendo del tipo específico de recipiente de reactor presurizado, la entrada de materia prima y la salida de materia prima en el recipiente de reactor presurizado se pueden localizar en diferentes posiciones. El recipiente de reactor presurizado usado para implementar el proceso divulgado puede ser cualquier tipo de reactor presurizado.

En la figura 1, se representa un primer conjunto de reactor ejemplar que comprende un recipiente de reactor presurizado vertical, en el que la entrada de materia prima se sitúa a una altura mayor que la salida de materia prima con respecto a la gravedad, preferentemente en la parte superior del reactor, de tal forma que el flujo de la materia prima lignocelulósica desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima se promueve por la acción de la fuerza de la gravedad. El recipiente de reactor presurizado puede incluir un medio para transportar, o mover, la materia prima lignocelulósica desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima. El ángulo de inclinación del recipiente de reactor presurizado puede ser diferente de vertical, sin limitar el alcance de la invención.

En la figura 2, se representa un segundo conjunto de reactor de ejemplo que comprende un recipiente de reactor presurizado tubular, que tiene preferentemente una conformación cilíndrica. El recipiente de reactor presurizado tubular se dispone preferentemente en una posición horizontal o aproximadamente horizontal, de este modo el eje principal del recipiente de reactor presurizado puede estar en un ángulo que es menor que 15°, preferentemente menor que 10°, y más preferentemente menor que 5° con respecto a un plano horizontal. Si el ángulo de inclinación es diferente de 0°, el recipiente de reactor presurizado tubular se orienta preferentemente de tal forma que promueve el flujo del agua o líquidos condensados a la salida de materia prima bajo la acción de la gravedad, lo que corresponde a un ángulo de inclinación en sentido horario en la figura 2. La entrada de materia prima y la salida de materia prima están situadas preferentemente en o próximas a los extremos opuestos del recipiente de reactor presurizado tubular. La entrada de materia prima y la salida de materia prima se pueden localizar en las bases circulares o en la superficie lateral del recipiente de reactor presurizado tubular. Preferentemente, la entrada de materia prima se localiza a mayor altura que la salida de materia prima con respecto a la gravedad, de modo que la materia prima lignocelulósica se introduce y se retira bajo la acción de la gravedad, aunque se pueda usar un extractor mecánico o neumático para forzar la retirada de la materia prima lignocelulósica del recipiente de reactor presurizado tubular. El recipiente de reactor presurizado tubular puede comprender un transportador de tornillo interno que tiene un eje de rotación que coincide con el eje principal del recipiente de reactor presurizado. El árbol del transportador de tornillo está conectado con medios de rotación, que típicamente comprenden un motor y una fase de acoplamiento de transmisión externa al recipiente de reactor presurizado. El transportador de tornillo transporta la materia prima lignocelulósica desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima. Preferentemente, los tramos del transportador se diseñan para promover la mezcla de la materia prima lignocelulósica con el vapor mientras se transporta desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima.

Las entradas de vapor se localizan en el recipiente de reactor presurizado, estando conectada cada entrada de vapor a una fuente de vapor a través de una línea de vapor. Con referencia a los recipientes de reactor ejemplares de las figuras 1 y 2, las entradas de vapor, o la mayoría de las entradas de vapor, se localizan preferentemente en la superficie lateral del recipiente de reactor presurizado tubular, con algunas entradas de vapor distribuidas a lo largo de la sección longitudinal del recipiente de reactor presurizado de modo que infunden progresivamente vapor sobre la materia prima lignocelulósica que avanza en el recipiente de reactor presurizado. Típicamente, una entrada de vapor está conectada a un dispositivo de control de vapor, que está situado preferentemente en la línea de vapor en las proximidades de la entrada de vapor. Un dispositivo de control de vapor adecuado que se puede usar es una válvula de vapor, indicada como V1 y V2 en las figuras 1 y 2. Las tuberías de vapor conectan las entradas de vapor con al menos una fuente de vapor. Preferentemente, cada entrada de vapor está conectada a una fuente de vapor, mientras que una fuente de vapor está conectada a una o más entradas de vapor. La fuente de vapor puede ser cualquier aparato adecuado para generar vapor a alta presión y temperatura, tal como una caldera de vapor. La línea de vapor se presuriza a una presión de vapor mayor que la presión del reactor y el dispositivo de control de vapor típicamente regula el flujo de vapor que entra en el recipiente de reactor presurizado a través de la entrada de vapor específica. Como el vapor que entra en el recipiente de reactor presurizado se puede someter a un flujo turbulento de inmediato corriente abajo del dispositivo de control de vapor, la presión de vapor de cada vapor que entra en el recipiente de reactor presurizado se define como la presión de vapor corriente arriba del dispositivo de control de vapor y se puede medir por medio de un manómetro situado preferentemente de inmediato corriente arriba del dispositivo de control de vapor. De la misma forma, la temperatura de vapor de cada vapor que entra en el recipiente de reactor presurizado se define como la temperatura de vapor corriente arriba del dispositivo de control de vapor y se puede medir por medio de un termómetro situado preferentemente de inmediato corriente arriba del dispositivo de control de vapor.

Las entradas de vapor se distribuyen en la superficie del recipiente de reactor presurizado, para infundir progresivamente vapor a la materia prima lignocelulósica mientras que la materia prima lignocelulósica avanza progresivamente desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado. De este modo, cada entrada de vapor se sitúa a una determinada distancia de la entrada de materia prima y de la salida de materia prima. Debido a que la entrada de materia prima y la entrada de vapor son dos superficies geométricas, desde un punto de vista geométrico, la distancia de una entrada de vapor desde la entrada de materia prima se puede definir como la distancia lineal mínima de cualquier punto de la entrada de vapor a cualquier punto de la entrada de materia prima. Desde un punto de vista físico alternativo, la distancia de una entrada de vapor desde la entrada de materia prima se puede definir como la longitud mínima que recorre una molécula de vapor en el recipiente de reactor presurizado hasta alcanzar la entrada de materia prima. De forma equivalente, la distancia de una entrada de vapor desde la salida de materia prima se puede definir geométricamente como la distancia lineal mínima de cualquier punto de la entrada de vapor a cualquier punto de la salida de materia prima. Desde un punto de vista físico alternativo, la distancia de una entrada de vapor desde la salida de materia prima se puede definir como la longitud mínima que recorre una molécula de vapor en el recipiente de reactor presurizado hasta alcanzar la salida de materia prima. Con referencia a la figura 1 y la figura 2, la distancia entre la entrada de vapor S2 desde la salida de materia prima es menor que la distancia de la entrada de vapor S2 desde la entrada de materia prima, mientras que la distancia de la entrada de vapor S1 desde la entrada de materia prima es menor que la distancia de la entrada de vapor S1 desde la salida de materia prima.

El recipiente de reactor presurizado puede comprender además entradas auxiliares para introducir líquidos o gas en el recipiente de reactor, y salidas de descarga para retirar líquidos del reactor, tales como por ejemplo agua condensada.

En el proceso divulgado, la materia prima lignocelulósica se introduce en el reactor presurizado y se somete a un tratamiento hidrotérmico continuo mientras se mueve a través del recipiente de reactor presurizado desde la entrada de materia prima a la salida de materia prima. El tratamiento hidrotérmico se lleva a cabo preferentemente durante un tiempo de residencia corto, que puede ser de 1 minuto a 30 minutos, preferentemente de 2 minutos a 20 minutos y lo más preferentemente de 3 minutos a 10 minutos. Para obtener un tratamiento hidrotérmico eficaz de la materia prima lingocelulósica en un tiempo corto, se usan al menos dos vapores en el recipiente de reactor presurizado, teniendo los vapores diferentes temperaturas. Incluso si se pueden usar más de dos vapores, el proceso se puede describir para mayor claridad en el modo de realización preferente de dos vapores. De este modo, una primera corriente de vapor que comprende la primera corriente que tiene una primera temperatura de vapor se inserta en el recipiente de reactor presurizado a través de al menos una primera entrada de vapor, mientras que una segunda corriente de vapor que comprende el segundo vapor que tiene una segunda temperatura de vapor se inserta en el recipiente de reactor presurizado a través de al menos una segunda entrada de vapor. Preferentemente, cada vapor se inserta a través de un conjunto de entradas de vapor, para lograr una mezcla homogénea de vapor con la materia prima lignocelulósica. Preferentemente, las primeras entradas de vapor están conectadas corriente arriba a un único primer generador de vapor, o fuente de vapor, que proporciona el primer vapor, y las segundas entradas de vapor están conectadas a un único segundo generador de vapor que proporciona el segundo vapor. Cabe destacar que la redundancia de los generadores de vapor introducidos por el proceso divulgado es evidente, ya que una planta de conversión de materia prima lignocelulósica real, o biorrefinería, normalmente incluye un generador de vapor principal y una caldera complementaria para producir calor y energía eléctrica quemando residuos lignocelulósicos y subproductos. En el caso de que solo esté

disponible un generador de vapor que produzca vapor a una única temperatura, el primer vapor y el segundo vapor se pueden derivar del único generador de vapor, reusando opcionalmente las corrientes de vapor recicladas de la planta de conversión.

El primer vapor se caracteriza por tener una primera temperatura de vapor y una primera presión de vapor que se miden preferentemente de inmediato corriente arriba del dispositivo de control de vapor. De forma correspondiente, el segundo vapor se caracteriza por tener una segunda temperatura de vapor y una segunda presión de vapor que se miden preferentemente de inmediato corriente arriba del dispositivo de control de vapor. Preferentemente, la primera temperatura de vapor está en un intervalo de 170 °C a 230 °C, más preferentemente de 175 °C a 210 °C, y lo más preferentemente de 180 °C a 195 °C. La segunda temperatura de vapor es mayor que la primera temperatura de vapor, es decir, la segunda temperatura de vapor es mayor que la primera temperatura de vapor en al menos 10 °C, más preferentemente 30 °C, incluso más preferentemente 50 °C y lo más preferentemente 100 °C. Incluso si el valor máximo permitido para la segunda temperatura de vapor variará de acuerdo con las condiciones de proceso y configuración específicas, preferentemente la segunda temperatura de vapor es menor que 300 °C. En un modo de realización, el primer vapor y el segundo vapor son vapor saturado, es decir, están en equilibrio con agua calentada a la misma presión, es decir, no se ha calentado pasado el punto de ebullición para esa presión. De nuevo, se recuerda que esta propiedad se refiere al vapor antes de insertarse en el recipiente de reactor presurizado. De este modo, la primera presión de vapor y la segunda presión de vapor se fijan por la condición de equilibrio termodinámico y se definen fácilmente por las tablas de conversión de temperatura-presión de vapor saturado. En otro modo de realización, al menos el segundo vapor es vapor sobrecalentado, de este modo la segunda presión de vapor es menor que la presión de saturación a la segunda temperatura de vapor. El vapor sobrecalentado se puede obtener del vapor saturado extraído de una caldera haciéndolo pasar a través de un dispositivo de calentamiento separado (un sobrecalentador) que transfiere calor adicional al vapor por contacto o por radiación.

El primer vapor y el segundo vapor se introducen en el recipiente de reactor presurizado en forma de corriente. Aunque es preferente una corriente de vapor continua, que es más fácilmente controlable operativamente, la corriente también puede ser pulsada. En un modo de realización preferente, el primer vapor es el vapor principal usado para el tratamiento hidrotérmico de materia prima lignocelulósica, mientras que el segundo vapor se usa como vapor de refinado. De este modo, en este modo de realización preferente, la cantidad del primer vapor excede, o excede en gran medida, la cantidad del segundo vapor. La cantidad del segundo vapor introducido en el recipiente de reactor presurizado se puede definir en términos del flujo medio de la segunda corriente de vapor con respecto al flujo medio de la primera corriente de vapor y la segunda corriente de vapor introducidas en el recipiente de reactor presurizado. El flujo de vapor instantáneo puede variar en gran medida, como ocurre en el caso de una corriente de vapor pulsada. De este modo, se mide un flujo medio durante un tiempo que es igual o comparable al tiempo de residencia de la materia prima lignocelulósica en el recipiente de reactor presurizado. Incluso si el flujo medio de la segunda corriente de vapor puede ser menor que un 70 % del flujo medio de las corrientes de vapor totales, es preferente que sea menor que un 50 %, más preferentemente menor que un 30 % y lo más preferentemente menor que un 10 %. % del flujo medio de la primera corriente de vapor y la segunda corriente de vapor. Una de las mejoras del proceso divulgado sobre los procesos de la técnica anterior es la reducción de cantidad total de vapor necesaria en el tratamiento hidrotérmico, de este modo también la reducción de agua o líquido condensado en el recipiente de reactor presurizado. La cantidad de vapor usado en el proceso se puede cuantificar como la cantidad total de vapor usado para el pretratamiento de un kg de materia prima lignocelulósica en base seca, que en el caso de dos vapores es la suma de la cantidad del primer vapor y el segundo vapor. La cantidad total de vapores por kg de materia prima lignocelulósica en base seca introducida en el reactor está preferentemente en un intervalo de 0,2 kg/kg a 2 kg/kg, más preferentemente de 0,4 kg/kg a 1,5 kg/kg, y lo más preferentemente de 0,6 kg/kg a 1 kg/kg.

Preferentemente, la materia prima lignocelulósica no llena completamente el recipiente de reactor presurizado de tal forma que el tratamiento hidrotérmico se lleva a cabo en presencia de vapor. De este modo, preferentemente en una porción del recipiente de reactor presurizado solo está presente vapor. El factor de llenado del recipiente de reactor presurizado, que es el volumen porcentual del recipiente de reactor presurizado ocupado por la materia prima lignocelulósica, puede ser menor que un 80 %, preferentemente menor que un 60 % y lo más preferentemente menor que un 50 %. De este modo, el primer vapor y el segundo vapor, que entran en el recipiente de reactor presurizado, se mezclarán con el vapor ya presente en el recipiente de reactor presurizado para alcanzar la presión del reactor, que es la presión de vapor en el recipiente de reactor presurizado. Preferentemente, la presión del reactor en el recipiente de reactor presurizado es espacialmente homogénea. En un determinado instante, se pueden producir variaciones espaciales de la presión del reactor en una parte limitada del recipiente de reactor presurizado, especialmente en las proximidades de las entradas de vapor debido a las turbulencias dinámicas de fluidos generadas por la inserción de vapor. La presión del reactor se puede medir por medio de un conjunto de manómetros que muestrean la presión interna. Los manómetros se sitúan preferentemente de forma homogénea en el recipiente de reactor presurizado, teniendo cuidado de evitar las regiones del reactor en las proximidades de las entradas de vapor, que no son estadísticamente representativas de la presión del reactor. La presión del reactor está representada por la media aritmética de la presión muestreada, y la presión de reacción se considera homogénea si la desviación estándar de la presión muestreada es menor que un 10 %, preferentemente menor que un 5 %, y lo más preferentemente menor que un 2 % de la presión de reacción.

Preferentemente, la presión del reactor es mayor que 13 bar, más preferentemente mayor que 15 bar y lo más preferentemente mayor que 18 bar.

La primera presión de vapor y la segunda presión de vapor son mayores que la presión del reactor, para permitir que ambas corrientes de vapor entren en el recipiente de reactor presurizado, pero preferentemente la presión del reactor está próxima de la menor de la primera presión de vapor y la segunda presión de vapor. En el modo de realización preferente en que el primer vapor y el segundo vapor son vapor saturado, la presión del reactor es próxima a la primera presión de vapor, que es el vapor a temperatura menor. La presión del reactor es de al menos un 60 %, más preferentemente al menos un 80 %, incluso más preferentemente al menos un 90 % y lo más preferentemente al menos un 95 % del valor menor de la primera presión de vapor y la segunda presión de vapor.

La primera y segunda corrientes de vapor se insertan a través de entradas separadas que se localizan en diferentes posiciones en la superficie del recipiente de reactor presurizado, de este modo la temperatura de vapor en el recipiente de reactor presurizado preferentemente no es homogénea. A saber, en una zona del recipiente de reactor presurizado en las proximidades de la segunda entrada de vapor, la temperatura de vapor será próxima a la segunda temperatura de vapor. De este modo, en esa zona la temperatura de vapor será mayor que la temperatura de vapor en una zona situada en las proximidades de la primera entrada de vapor. A medida que el segundo vapor se difunde desde la segunda entrada de vapor en el recipiente de reactor presurizado, la temperatura de vapor interno disminuirá progresivamente. De este modo, en el proceso divulgado, al menos una parte del vapor en el recipiente de reactor presurizado puede estar en un estado sobrecalentado. La presencia de vapor en estado sobrecalentado, o vapor sobrecalentado, se puede verificar midiendo localmente la temperatura de vapor en diferentes posiciones en el recipiente de reactor presurizado. Una temperatura de vapor mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor indica que el vapor en la posición de medición está en un estado sobrecalentado. El vapor sobrecalentado puede alcanzar una temperatura que excede mucho la temperatura de saturación de vapor, lo que es otra ventaja importante ofrecida por el proceso divulgado para reducir la cantidad de líquidos condensados en el recipiente de reactor presurizado. A saber, la energía adicional del vapor sobrecalentado, con respecto al vapor saturado a la misma presión, puede calentar la materia prima lignocelulósica sin generar agua o líquido condensado. De este modo, al menos una parte del vapor sobrecalentado tiene preferentemente una temperatura que es al menos 10 °C mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor, más preferentemente al menos 30 °C mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor, y lo más preferentemente al menos 50 °C mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor. La temperatura adicional del vapor sobrecalentado en el recipiente de reactor presurizado con respecto a la temperatura de saturación dependerá de muchos factores y, por lo tanto se puede controlar en cierta medida. Un primer factor es la diferencia de la segunda presión de vapor y la presión del reactor. Un segundo factor es el modo en que se inserta la segunda corriente de vapor en el recipiente de reactor presurizado: a saber, cuanto más rápida sea la inserción, menos caerá la temperatura del segundo vapor que entra en el recipiente de reactor presurizado. Preferentemente, la segunda corriente de vapor se inserta por medio de una expansión adiabática o casi adiabática, de este modo sin un intercambio de calor significativo con el entorno. En un modo de realización, el segundo vapor está en estado sobrecalentado antes de entrar en el recipiente de reactor presurizado, caso en el que al menos una parte del segundo vapor permanecerá en un estado sobrecalentado en el recipiente de reactor presurizado. Cabe destacar que si el segundo vapor está en estado sobrecalentado, la segunda presión de vapor puede ser próxima a la presión del reactor, siempre que sea mayor para permitir la inserción del vapor. En este caso, el vapor en el recipiente presurizado está en un estado sobrecalentado porque el segundo vapor ya está en un estado sobrecalentado antes de introducirse en el recipiente presurizado.

En un modo de realización, el vapor en el recipiente de reactor presurizado puede estar en un estado sobrecalentado también en una zona localizada en las proximidades de la primera entrada de vapor, y el primer vapor se puede seleccionar adecuadamente como en el caso del segundo vapor.

En un modo de realización preferente, el primer vapor es vapor saturado a una primera presión de vapor que es ligeramente mayor que la presión del reactor para permitir la inserción en el recipiente de reactor presurizado, de este modo el vapor en el recipiente de reactor está como máximo en un estado sobrecalentado en una zona muy limitada próxima a la primera entrada de vapor. De este modo, en una zona en las proximidades de la primera entrada de vapor, el vapor en el recipiente de reactor es vapor saturado. En este caso, la presión del reactor es de al menos un 60 %, más preferentemente al menos un 80 %, incluso más preferentemente al menos un 90 % y lo más preferentemente al menos un 95 % de la primera presión de vapor.

Los autores de la invención han descubierto que insertando adecuadamente dos o más vapores que tienen diferentes temperaturas de vapor, la temperatura local del vapor en el único recipiente de reactor presurizado se puede controlar en gran medida, y que una parte del vapor interno se puede mantener en un estado sobrecalentado. De este modo, en el único recipiente de reactor presurizado, puede existir la presencia de vapor en un estado saturado y un estado sobrecalentado en diferentes zonas del recipiente de reactor presurizado. La extensión y posición de las diferentes zonas se pueden controlar localizando adecuadamente las primeras entradas de vapor y las segundas entradas de vapor en el recipiente de reactor presurizado. Esto se puede realizar, por ejemplo, concentrando las segundas entradas de vapor, o la mayoría de las segundas entradas de vapor, en una

región específica de la superficie del recipiente de reactor presurizado, de tal forma que se tenga en el recipiente de reactor presurizado una zona de vapor caliente extendida, en la que el vapor está preferentemente en un estado sobrecalentado. Sobre la base de la presente divulgación, la posición y extensión de las diferentes zonas de temperatura se pueden definir o cambiar fácilmente por un experto en la técnica.

En un modo de realización preferente, el vapor sobrecalentado se incluye en una pequeña zona del recipiente de reactor, que es una zona sobrecalentada, de tal forma que la materia prima lignocelulósica se trata con vapor sobrecalentado durante un corto tiempo de sobrecalentamiento, que puede ser del orden de unos pocos minutos, o menos de 2 minutos, o menos de 1 minuto, o menos de 30 segundos. El tiempo de sobrecalentamiento puede ser menor que un 50 % del tiempo de residencia total del tratamiento hidrotérmico, preferentemente menor que un 30 % y lo más preferentemente menor que un 10 %. En este modo de realización, la segunda temperatura de vapor puede ser extremadamente alta, es decir, mayor que 250 °C, sin provocar una degradación de hidratos de carbono significativa ya que la exposición de la materia prima lignocelulósica a vapor a alta temperatura se produce durante poco tiempo. Además, la zona sobrecalentada pequeña se puede mantener usando una cantidad limitada de segundo vapor, de este modo en este modo de realización el flujo porcentual de la segunda corriente de vapor es menor que un 20 % del flujo de corrientes de vapor totales. La zona sobrecalentada puede tener un volumen que es menor que un 20 %, más preferentemente menor que un 10 % del volumen total del recipiente de reactor.

En un modo de realización preferente, el segundo vapor se inserta a través de una segunda entrada de vapor en el recipiente de reactor presurizado que tiene una distancia desde la salida de materia prima que es menor que la distancia desde la entrada de materia prima. En el caso de que el segundo vapor se inserte a través de múltiples entradas de vapor, preferentemente al menos una de las segundas entradas de vapor tiene una distancia desde la salida de materia prima que es menor que la distancia desde la entrada de materia prima, incluso más preferentemente la mayoría de las segundas entradas de vapor se sitúan para tener una distancia desde la salida de materia prima que es menor que la distancia desde la entrada de materia prima, y lo más preferentemente todas las segundas entradas de vapor tienen una distancia desde la salida de materia prima que es menor que la distancia desde la entrada de materia prima. Incluso si las primeras entradas de vapor se pueden situar sin requisitos específicos, al menos una de las primeras entradas de vapor tiene una distancia desde la entrada de materia prima que es menor que la distancia desde la salida de materia prima, incluso más preferentemente la mayoría de las primeras entradas de vapor se sitúan para tener una distancia desde la entrada de materia prima que es menor que la distancia desde la salida de materia prima, y lo más preferentemente todas las primeras entradas de vapor tienen una distancia desde la entrada de materia prima que es menor que la distancia desde la salida de materia prima. En este modo de realización, la temperatura de vapor en la zona del recipiente de reactor presurizado en las proximidades de la salida de materia prima es mayor que la temperatura de vapor en la zona del recipiente de reactor presurizado en las proximidades de la entrada de materia prima, más preferentemente alcanzando un estado sobrecalentado en o en las proximidades de la salida de materia prima. De este modo, la zona sobrecalentada se localiza preferentemente en las proximidades de la salida de materia prima, lo que quiere decir que al menos un 50 % de la zona sobrecalentada, es decir, los puntos de la zona sobrecalentada, tiene una distancia desde la salida de materia prima menor que la distancia desde la entrada de materia prima. Preferentemente al menos un 80 %, más preferentemente al menos un 90 % y lo más preferentemente al menos un 99 % de la zona sobrecalentada tiene una distancia desde la salida de materia prima que es menor que la distancia desde la entrada de materia prima.

Por tanto, de acuerdo con un modo de realización preferente, la materia prima lignocelulósica se inserta en el recipiente de reactor presurizado a través de una entrada de materia prima y se somete a un tratamiento hidrotérmico en presencia de vapor, en el que la temperatura de vapor se incrementa a medida que la materia prima avanza hacia la salida de vapor. Preferentemente, en primer lugar la materia prima lignocelulósica se trata con vapor por vapor saturado en la mayor parte del recipiente de reactor, o durante la mayor parte del tiempo de residencia, y posteriormente se trata con vapor por vapor sobrecalentado durante la parte restante del tiempo de residencia. Los autores de la invención han descubierto que tratando progresivamente la materia prima lignocelulósica con vapor a temperatura creciente y, en particular, creando una zona sobrecalentada en las proximidades de la salida de materia prima, la siguiente etapa del proceso, que es la explosión de vapor de la materia prima lignocelulósica, mejora en gran medida.

Durante la explosión de vapor, la presión aplicada a la materia prima lignocelulósica en el recipiente de reactor presurizado se reduce repentinamente mientras la materia prima lignocelulósica se retira del recipiente de reactor o conjunto de recipiente de reactor a una zona de baja presión corriente abajo. En general, se reconoce en la técnica que los efectos físicos producidos por la explosión de vapor en la materia prima lignocelulósica, produciendo de este modo una materia prima lignocelulósica pretratada, pueden variar y se pueden controlar en cierta medida por la elección adecuada de parámetros operativos, que incluyen la caída de presión absoluta aplicada a la materia prima y el tiempo de explosión de vapor, que es el tiempo usado para liberar la presión aplicada a la materia prima. Aunque el tiempo de explosión de vapor es difícil que se mida cuantitativamente y puede depender de la configuración usada, un experto en la técnica puede definir fácilmente cómo operar una explosión de vapor para obtener una explosión de vapor de la materia prima lignocelulósica. Por ejemplo, una forma de hacerlo es comparar la accesibilidad enzimática de la materia prima lignocelulósica pretratada con la accesibilidad enzimática de un caso de referencia, en el que después del tratamiento hidrotérmico, la presión

aplicada a la materia prima se libera a 1 bar en un tiempo muy largo de 1 minuto o más. El incremento de la accesibilidad enzimática en más de un 10 % con respecto al caso de referencia se puede considerar indicativo de una explosión de vapor de la materia prima lignocelulósica. La accesibilidad enzimática es la proporción porcentual de los hidratos de carbono monoméricos totales obtenidos en una prueba de hidrólisis de referencia con respecto a la cantidad total de hidratos de carbono presentes en la materia prima pretratada. La cantidad total de hidratos de carbono incluye hidratos de carbono insolubles en agua, principalmente glucanos y xilanos, y oligómeros y monómeros solubles en agua ya presentes en la materia prima lignocelulósica pretratada. La accesibilidad enzimática se puede llevar a cabo de acuerdo con muchos protocolos conocidos en la técnica, que típicamente requieren hidrolizar la materia prima lignocelulósica pretratada en presencia de una gran cantidad de enzima o cóctel de enzimas. Por ejemplo, la accesibilidad se puede llevar a cabo usando una cantidad de referencia de 10 ml de Cellic Ctec3 de Novozymes A/S, Bagsvaerd, Dinamarca, por gramo de celulosa en la materia prima pretratada, durante un tiempo de hidrólisis de 48 horas, a una temperatura de 45 °C y a un pH de 5 bajo agitación con mezclador.

En un modo de realización preferente, la explosión de vapor de la materia prima lignocelulósica que sigue al tratamiento hidrotérmico produce una explosión de vapor de la celda, rompiendo de este modo sustancialmente las paredes de la celda. Este resultado corresponde típicamente a un tiempo de explosión de vapor corto y caída de presión alta, y se potencia la accesibilidad enzimática. En determinados modos de realización, la presión aplicada a la materia prima lignocelulósica se puede liberar en un momento para producir una expansión celular, provocando de este modo lo que es conocido en la técnica como un *flash* de vapor, siempre que la accesibilidad enzimática de la materia prima lignocelulósica pretratada se incremente con respecto al caso de referencia. En otros modos de realización, el dispositivo de explosión de vapor se puede operar para obtener una refinación de la materia prima, lo que quiere decir que se obtiene una materia prima pretratada con un tamaño de partícula medio más pequeño, de nuevo siempre que la accesibilidad enzimática de la materia prima pretratada se incremente con respecto al caso de referencia.

La explosión de vapor se lleva a cabo por medio de un dispositivo de explosión de vapor que comprende preferentemente una válvula de soplado, que es una válvula interpuesta entre el recipiente de reactor presurizado o el conjunto de reactor y una zona de expansión de baja presión corriente abajo. La válvula de soplado se puede operar automáticamente en posiciones cerrada y abierta, en la que la posición abierta puede variar desde una posición abierta total hasta un determinado nivel de posición abierta parcial. En determinadas válvulas de soplado, también se puede regular el tiempo de conmutación, es decir, el tiempo necesario para pasar de la posición cerrada a la abierta. El dispositivo de explosión de vapor se puede operar en modo continuo o semicontinuo. En el caso de operación continua, la materia prima lignocelulósica se admite continuamente en el dispositivo de explosión de vapor para fluir hacia la zona de baja presión. Si se usa una válvula de soplado, la válvula de soplado se mantiene en la posición abierta durante la operación estacionaria. En modo semicontinuo, la válvula de soplado se opera con un ciclo de trabajo correspondiente a la proporción entre el tiempo abierto y el tiempo de ciclo total.

El dispositivo de explosión de vapor está conectado operativamente corriente arriba a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado. Por la expresión "conectado operativamente", se quiere decir que el dispositivo de explosión de vapor puede estar conectado directa o indirectamente a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado. En el caso de que el dispositivo de explosión de vapor esté conectado directamente a la salida de materia prima del recipiente de reactor, la materia prima explota con vapor mientras se retira de la salida de materia prima. En el caso de que el dispositivo de explosión de vapor esté conectado indirectamente a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado, se interpone un sistema de conexión entre la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado y la entrada del dispositivo de explosión de vapor. El sistema de conexión puede comprender una o más tuberías, recipientes o aparatos, siempre que la presión en el sistema de conexión no difiera significativamente de la presión del reactor en el recipiente de reactor presurizado. De este modo, la presión en el sistema de conexión puede ser de al menos un 80 %, preferentemente al menos un 90 % y más preferentemente al menos un 95 % de la presión del reactor en el recipiente de reactor presurizado. Como ejemplo, en el conjunto de reactor de la figura 1 se representa un dispositivo de explosión de vapor que está directamente conectado a la salida de materia prima.

En la figura 2 se representa un dispositivo de explosión de vapor que está conectado operativamente a la salida de materia prima por medio de una tubería o recipiente de conexión vertical, de modo que la materia prima lignocelulósica se transporta a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado y a continuación cae por gravedad en la parte inferior de la tubería o recipiente de conexión para que explote con vapor a través del dispositivo de explosión de vapor BV. Una o más entradas de vapor opcionales S3 se pueden localizar en la superficie de la tubería o recipiente de conexión. Como estas entradas de vapor opcionales se caracterizan por tener una distancia más corta desde la salida de materia prima que desde la entrada de materia prima del reactor presurizado, en un modo de realización alternativo al menos una parte del segundo vapor se inserta a través de las entradas de vapor opcionales S3. Por lo tanto, el segundo vapor puede no entrar directamente en el recipiente de reactor presurizado, pero puede entrar a través de la tubería o recipiente de conexión.

En la figura 2, el dispositivo de explosión de vapor puede comprender además un dispositivo de distribución de materia prima para dividir la materia prima lignocelulósica en partes de materia prima y exponer secuencialmente

la parte de materia prima lignocelulósica a una válvula de soplado, liberando de este modo secuencialmente la presión aplicada a cada parte de la materia prima. De este modo, el dispositivo de distribución de materia prima se localiza corriente arriba de la válvula de soplado en la zona de alta presión. Un dispositivo de distribución de materia prima preferente se divulga como un compresor de alta presión en el documento US2008277082A.

5

Comprende un disco rotatorio provisto de paredes dispuestas radialmente que definen paletas sectoriales circulares. El dispositivo de distribución de materia prima recibió la materia prima desde la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado mientras giraba alrededor de un eje vertical, dividiendo de este modo la materia prima en las paletas.

10

El dispositivo de explosión de vapor está conectado corriente abajo a una zona de expansión de baja presión que está a una presión menor que la presión del reactor, preferentemente por medio de una o más líneas de soplado. Preferentemente, la zona de expansión de baja presión comprende un separador ciclónico, en el que se recoge la materia prima lignocelulósica pretratada y se recupera el vapor. La zona de expansión de baja presión está preferentemente a una presión en un intervalo de 0,2 bar a 4 bar, más preferentemente de 0,9 bar a 2 bar. De este modo, en determinados modos de realización, la zona de expansión de baja presión puede estar a una presión subatmosférica, y la zona de expansión de presión puede estar provista de sistemas de extracción para mantener dinámicamente una presión de menos de 1 bar. Preferentemente, la presión baja es la presión atmosférica, es decir, 1 bar, o ligeramente superatmosférica, y la reducción en la presión hasta la presión de expansión se produce preferentemente en una etapa.

15

20

REIVINDICACIONES

1. Un proceso continuo para el pretratamiento de una materia prima lignocelulósica, que comprende las etapas de:

- 5 a) introducir la materia prima lignocelulósica en un recipiente de reactor presurizado;
- b) tratar hidrotérmicamente la materia prima lignocelulósica con vapor a una presión del reactor, insertando al menos una primera corriente de vapor que comprende un primer vapor y una segunda corriente de vapor que comprende un segundo vapor en el recipiente de reactor presurizado, teniendo el primer vapor una primera temperatura de vapor y teniendo el segundo vapor una segunda temperatura de vapor, en el que la segunda temperatura de vapor es mayor que la primera temperatura de vapor; y
- 10 c) explotar con vapor la materia prima lignocelulósica, en el que al menos una parte del vapor en el recipiente de reactor presurizado es vapor sobrecalentado, en el que el vapor sobrecalentado se incluye en una zona sobrecalentada del recipiente de reactor presurizado, en el que la zona sobrecalentada se localiza en las proximidades de la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado.
- 15 2. El proceso de la reivindicación 1, en el que la primera corriente de vapor se inserta en el recipiente de reactor presurizado a través de una primera entrada o entradas de vapor y la segunda corriente de vapor se inserta en el recipiente de reactor a través de una segunda entrada o entradas de vapor, en el que al menos una segunda entrada de vapor tiene una distancia desde una salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado que es menor que la distancia desde una entrada de materia prima del recipiente de reactor presurizado.
- 20 3. El proceso de la reivindicación 1 o 2, en el que la temperatura de al menos una parte del vapor sobrecalentado en el recipiente de reactor presurizado es al menos 10 °C mayor que la temperatura de saturación de vapor a la presión del reactor.
- 25 4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el tratamiento hidrotérmico de la materia prima lignocelulósica se lleva a cabo durante un tiempo de residencia que es un valor en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 1 minuto a 30 minutos, de 2 minutos a 20 minutos y de 3 minutos a 10 minutos.
- 30 5. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la primera temperatura de vapor está en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 170 °C a 230 °C, de 175 °C a 210 °C y de 180 °C a 195 °C.
- 35 6. El proceso de la reivindicación 5, en el que la segunda temperatura de vapor es mayor que la primera temperatura de vapor en al menos un valor seleccionado del grupo que consiste en 10 °C, 30 °C, 50 °C y 100 °C.
7. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 6, en el que el primer vapor y el segundo vapor son vapor saturado.
- 40 8. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 6, en el que el segundo vapor es vapor sobrecalentado.
9. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en el que la presión del reactor es mayor que un valor seleccionado del grupo que consiste en 13 bar, 15 bar y 18 bar.
- 45 10. El proceso de la reivindicación 9, en el que la primera corriente de vapor se inserta a una primera presión de vapor y la segunda corriente de vapor se inserta a una segunda presión de vapor, y la presión del reactor es al menos un valor porcentual seleccionado del grupo que consiste en un 60 %, 80 %, 90 % y 95 % y menor que un 100 % de la menor de la primera presión de vapor y la segunda presión de vapor.
- 50 11. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 9 a 10, en el que la presión del reactor es homogénea.
12. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 11, en el que la segunda corriente de vapor tiene un flujo medio que es mayor que 0 y menor que un valor porcentual seleccionado del grupo que consiste en un 70 %, 50 %, 30 %, 10 % de un flujo medio de la primera corriente de vapor y la segunda corriente de vapor.
- 55 13. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 5 a 12, en el que la cantidad total de vapor por kg de materia prima lignocelulósica en base seca introducida en el recipiente de reactor presurizado está en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 0,2 kg/kg a 2 kg/kg, de 0,4 kg/kg a 1,5 kg/kg, y de 0,6 kg/kg a 1 kg/kg.
- 60 14. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que explotar con vapor la materia prima lignocelulósica comprende liberar una presión aplicada a la materia prima a través de una línea de soplado conectada operativamente a la salida de materia prima del recipiente de reactor presurizado.
- 65 15. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que la materia prima lignocelulósica se introduce en el recipiente de reactor presurizado a una temperatura que está en un intervalo seleccionado del grupo que consiste en de 20 °C a 100 °C, de 40 °C a 95 °C, y de 60 °C a 90 °C.

16. El proceso de la reivindicación 15, en el que la materia prima lignocelulósica introducida en el recipiente de reactor presurizado tiene un contenido en humedad en un intervalo de un 40 % a un 70 % en peso de la materia prima lignocelulósica en base húmeda.

Dispositivo de formación de tapón

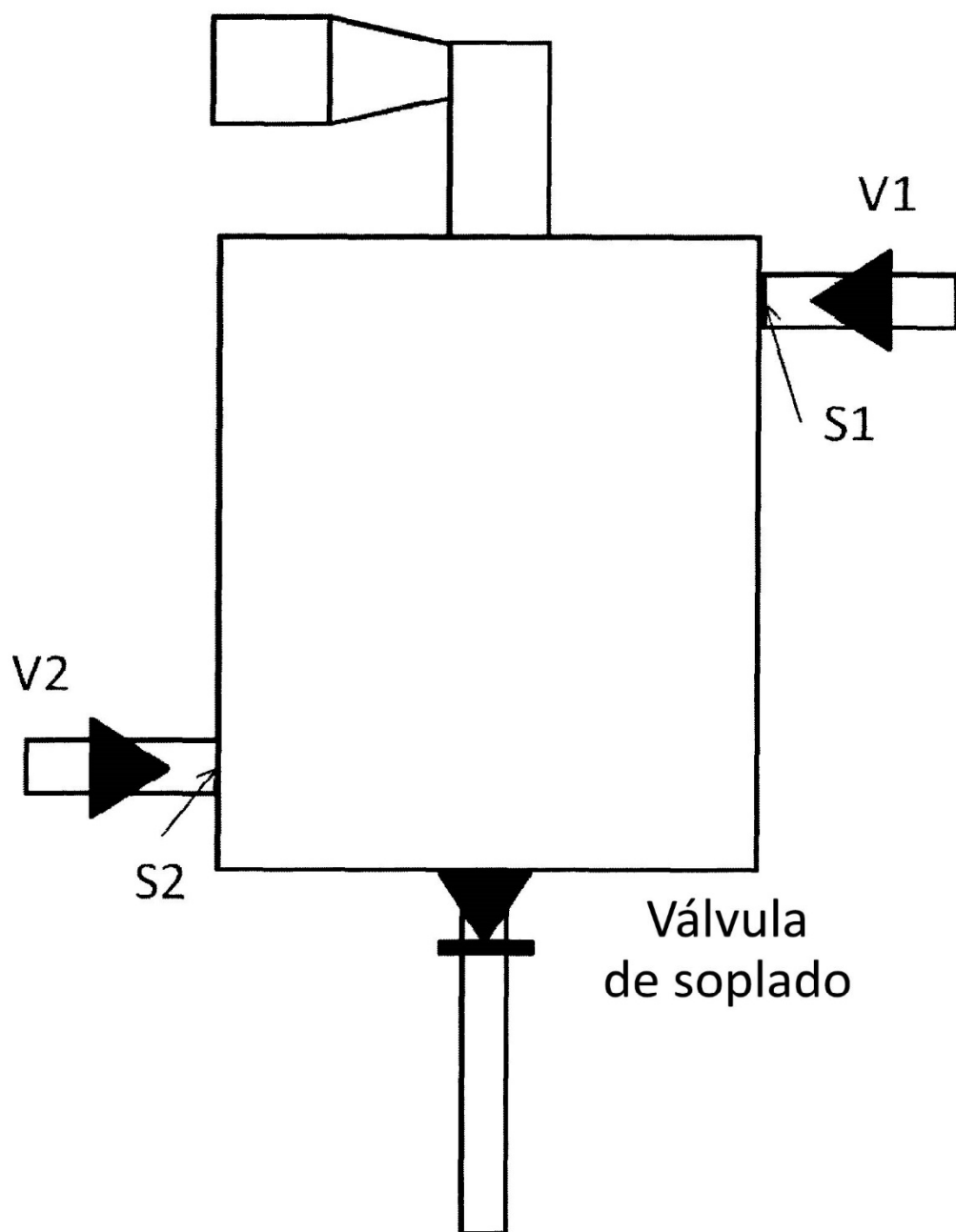


FIGURA 1

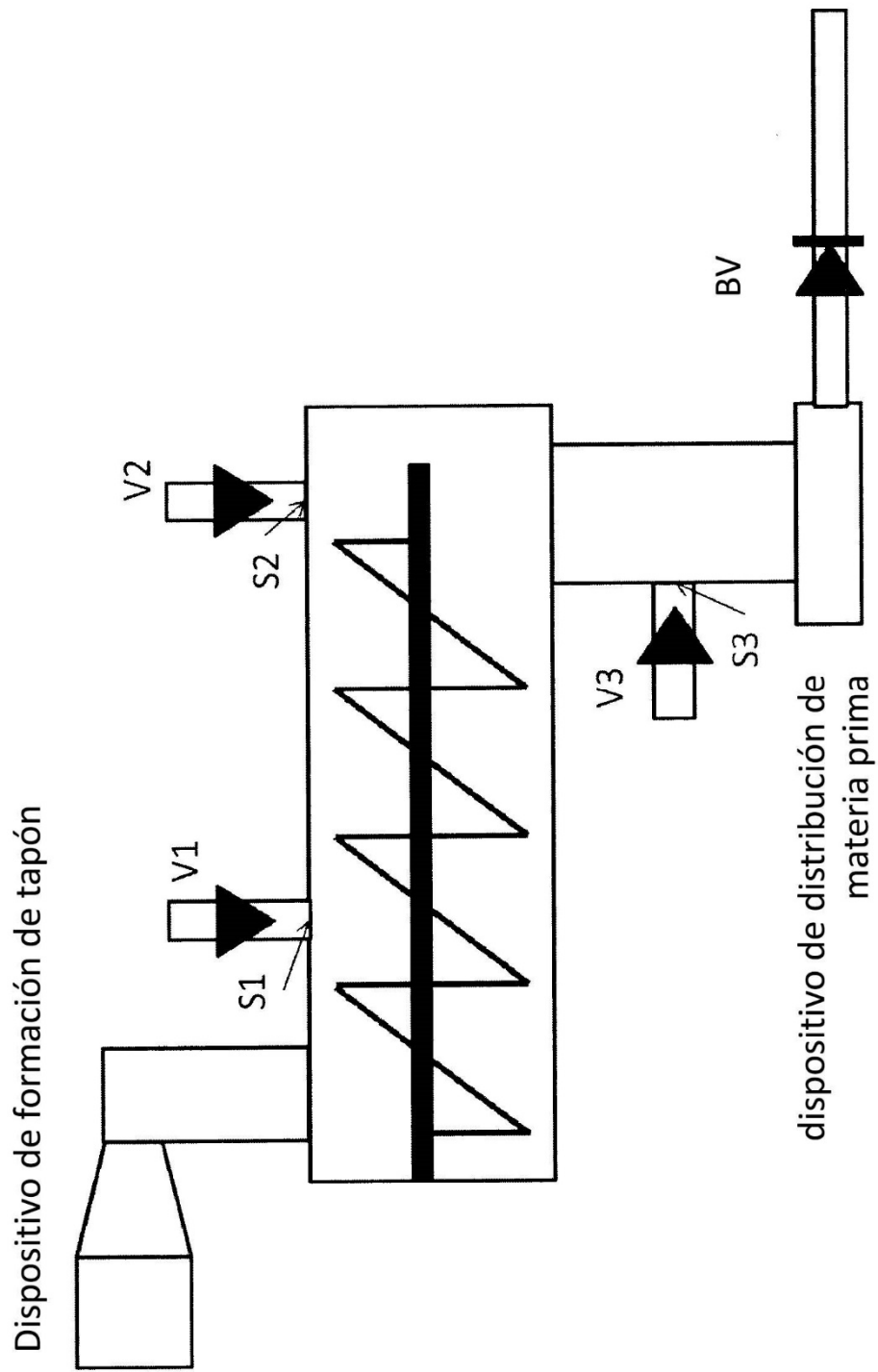


FIGURA 2