

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 405 298**

21 Número de solicitud: 201131881

51 Int. Cl.:

C08B 37/14 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

23.11.2011

43 Fecha de publicación de la solicitud:

30.05.2013

71 Solicitantes:

**UNIVERSIDAD DE HUELVA (100.0%)
C/ Dr. Cantero Cuadrado, 6
21071 HUELVA ES**

72 Inventor/es:

**GARCÍA DOMÍNGUEZ, Juan Carlos;
COLODETTE, Jorge Luiz;
LÓPEZ BALDOVÍN, Francisco y
DÍAZ BLANCO, Manuel Jesús**

74 Agente/Representante:

TEMIÑO CENICEROS, Ignacio

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE FRACCIONAMIENTO DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA.**

57 Resumen:

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de hemicelulosa, a temperatura ambiente, a partir de material lignocelulósico que comprende la adición de una solución de NaOH.

ES 2 405 298 A1

DESCRIPCIÓN

PROCEDIMIENTO DE FRACCIONAMIENTO DE BIOMASA LIGNOCELULÓSICA

Campo de la invención

La presente invención se encuadra en general en campo de la ingeniería química y en particular se refiere a un procedimiento de fraccionamiento de biomasa lignocelulósica a temperatura ambiente.

Estado de la técnica

Los materiales lignocelulósicos, también denominados biomasa, constituyen un recurso natural importante para la producción de diversos materiales como los biocombustibles, plásticos, etc., considerándose un componente esencial para un desarrollo industrial sostenible.

En este sentido, la biorrefinería del material lignocelulósico, intenta obtener una gran variedad de productos de alto valor añadido a partir de la separación de los componentes del material de partida.

Entre los componentes principales de los materiales lignocelulósicos destacan la celulosa, las ligninas y las hemicelulosas. La celulosa está siendo muy utilizada industrialmente en la fabricación de pasta de celulosa y papel. Las hemicelulosas, por su parte, tras su despolimerización constituyen la base de para la obtención de biocombustibles.

Las principales vías de separación de las hemicelulosas pueden clasificarse:

- Métodos de hidrólisis con ácidos como el sulfúrico, clorhídrico, fluorhídrico, etc: Estos métodos implican la separación de hemicelulosas a temperatura media- alta, separación de parte de la celulosa e implica que una fracción de éstas es degradada.
- Métodos enzimáticos para hidrólisis de la celulosa: Las temperaturas utilizadas son bajas aunque los tiempos para la reacción hidrolítica son altos. Implica la adición de enzimas específicas y el mantenimiento de la reacción en márgenes de pH, temperatura y potencial redox muy estrechos.

- Métodos autohidrolíticos: Utilizan agua a elevada temperatura, produciendo la hidrólisis de los grupos aceto a ácido acético que actúa como catalizador para la separación de las hemicelulosas. Se produce una separación de la celulosa y de las hemicelulosas a alta temperatura.

5

La solicitud de patente US2008199573 describe un método para producir pasta de hemicelulosa en la que se extrae la hemicelulosa de un material que la contenga en un medio alcalino a una temperatura comprendida entre 50 a 90°C en un periodo de tiempo de 0,5 a 4 horas.

- 10 La solicitud de patente WO2004067572 describe un método para la producción de celulosa en el que se emplea una solución de NaOH para extraer hemicelulosa a una temperatura superior a 40°C.

La solicitud de patente US2006128952 se refiere a un proceso de obtención de hemicelulosas a partir de lignocelulosas utilizando una extracción alcalina.

- 15 Empleando como base el hidróxido sódico. El proceso de extracción se puede llevar a cabo a temperatura ambiente, o a una temperatura superior. La concentración de NaOH empleada depende de la materia prima empleada y está comprendida preferiblemente entre 0,75 y 2,5 equ/l.

- 20 Como se ha comentado anteriormente, los métodos de hidrólisis con ácidos y autohidrólisis al ser necesaria una cierta temperatura, se produce una buena separación de los componentes de la biomasa, sin embargo producen un arrastre de la celulosa y una alta degradación de estos componentes ante las severas condiciones en las que tiene lugar la reacción.

- 25 Por otra parte los métodos enzimáticos, si bien no poseen los inconvenientes anteriores, poseen un intervalo muy estrecho en los cuales es operativa y, también, implica unos tiempos de reacción muy largos con el consiguiente incremento en los costes en equipos.

- 30 Existe pues la necesidad de encontrar un procedimiento de obtención de hemicelulosas a partir de material lignocelulósico como material de partida que no produzca degradación de la celulosa y de la lignina.

Descripción de la invención

La presente invención en un primer aspecto, se refiere a un procedimiento de obtención de hemicelulosa a temperatura ambiente, a partir de material lignocelulósico que comprende la adición de una solución de NaOH con una
5 concentración p/v comprendida entre 70-140 g/l de NaOH. Más preferentemente, la concentración de NaOH está comprendida entre 70-110 g/l.

En una realización preferente, la temperatura está comprendida entre 20-40 °C, más preferentemente entre 20-35°C. En otra realización preferente, el tiempo de reacción está comprendido entre 15-120 minutos, más preferentemente entre 15-60
10 minutos.

En una realización preferente, el procedimiento comprende una etapa adicional de lavado del sólido obtenido y posterior neutralización con ácido diluido. Más preferentemente el lavado se realiza con agua y la neutralización con ácido acético 2N.
15

Descripción detallada de la invención

Ejemplo 1: Obtención de hemicelulosa con NaOH a temperatura ambiente.

En un primer ensayo el material de partida fue bagazo de caña de azúcar, material considerado como recalcitrante para su extracción cuya composición original fue de
20 41.9 % en glucano y del 27.7 % en hemicelulosas. Los ensayos se realizaron por triplicado.

En primer lugar, el material de partida fue sometido a un astillado y un tamizado, hasta obtener un tamaño de astilla uniforme que estaba comprendido entre (8-2.5 mm). A continuación, las astillas fueron tratadas con NaOH en un rango de
25 concentraciones comprendido entre 70 a 140 g/l, a una temperatura comprendida entre 20 y 40°C (el control de temperatura fue interno con resistencias, no obstante, el control de la temperatura puede realizarse externamente con un baño de agua) y en un tiempo de reacción comprendido entre 15 y 60 minutos. La relación líquido/sólido fue de 10/1 para todos los experimentos.

Finalizado el tratamiento la suspensión fue filtrada y el sólido lavado con agua y a continuación se sometió a una neutralización. Cualquier ácido diluido puede servir para la neutralización pero en los ensayos utilizamos ácido acético 2 N ya que con dicho ácido no se produjo degradación de la fibra.

- 5 Mediante este procedimiento, el rendimiento obtenido en las fases solubles fue (100- rendimiento del sólido) de entre el 28-43.5%. Los contenidos en hemicelulosas en la fase líquida, entre 39.5 – 52.0% respecto al contenido inicial de hemicelulosas en la materia prima.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de hemicelulosa, a temperatura ambiente, a partir de material lignocelulósico que comprende la adición de una solución de NaOH con una concentración p/v comprendida entre 70-140 g/l de NaOH.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, donde la temperatura está comprendida entre 20-40 °C.
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, donde el tiempo de reacción está comprendido entre 15-120 minutos.
4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende una etapa de lavado del sólido obtenido y una neutralización con ácido diluido.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, donde la neutralización se realiza con ácido acético 2N.

15



- ②¹ N.º solicitud: 201131881
②² Fecha de presentación de la solicitud: 23.11.2011
③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **C08B37/14** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	JP S6440502 A (OKINAWA NORIN GYOGYO GIJUTSU K) 10.02.1989, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos EPODOC. Recuperado de EPOQUE.	1-5
A	JP H021701 A (NISSHIN FLOUR MILLING CO) 08.01.1990, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE.	1-5
A	CA 1322366 C (NGUYEN QUANG A) 21.09.1993, página 8, líneas 16-25; página 12, línea 23 – página 13, línea 8.	1-5
A	RU 2170236 C2 (AKADEMIJA; PJATIGORSKAJA G FARMATSEVTICHE) 10.07.2001, (resumen) [en línea] Resumen de la base de datos WPI. Recuperado de EPOQUE.	1-5

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe
29.04.2013

Examinador
A. Rúa Agüete

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C08B

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, TXTE, NPL, XPESP, CAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 29.04.2013

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 3-5	SI
	Reivindicaciones 1-2	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-5	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	JP S6440502 A (OKINAWA NORIN GYOGYO GIJUTSU K)	10.02.1989

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento de obtención de hemicelulosa a temperatura ambiente a partir de material lignocelulósico que comprende la adición de una solución de NaOH con una concentración comprendida entre 70 y 140 g/l.

El documento D1 divulga un procedimiento de obtención de hemicelulosa a una temperatura comprendida entre 20 y 50°C partiendo de bagazo que comprende la adición de una solución de NaOH con una concentración comprendida entre 5 y 150 g/L. El tiempo de reacción está comprendido entre 8 y 24 horas. (Ver resumen EPODOC/EPO).

En consecuencia, las reivindicaciones 1 a 2 de la solicitud carecen de novedad en base a lo divulgado en D1. (Art.6 LP).

Si bien es posible reconocer novedad al objeto de la invención recogido en las reivindicaciones 3 a 5, no se puede reconocer actividad inventiva. En ausencia de información en descripción de las ventajas de la utilización de ácido acético en la etapa posterior de neutralización, se considera que se trata de una opción conocida en el estado de la técnica, por lo que un experto en la materia la seleccionaría de forma rutinaria.

La diferencia entre las condiciones de reacción divulgadas en D1 y las recogidas en la reivindicación 3 de la solicitud radica en la selección del tiempo de reacción requerido. El experto en la materia en el ejercicio de una actividad inventiva rutinaria, podría modificar las condiciones de concentración de NaOH dentro del rango definido en D1 comprendido entre 5 y 150 g/l para la reacción realizada en las mismas condiciones de temperatura comprendidas entre 20 y 40°C y los tiempos de reacción necesarios para la obtención de un rendimiento de extracción óptimo.

Por lo tanto las reivindicaciones 3 a 5 de la solicitud carecen de actividad inventiva en base a lo conocido en el estado de la técnica. (Art. 8 LP).