

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 427 183**

51 Int. Cl.:

**C13K 1/02** (2006.01)

**C12P 7/10** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.04.2010 E 10714946 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.08.2013 EP 2430196**

54 Título: **Procedimiento para la producción de alcoholes**

30 Prioridad:

**07.05.2009 GB 0907879**

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

**29.10.2013**

73 Titular/es:

**WEYLAND AS (100.0%)  
Lonningsflaten 22  
5258 Blomsterdalen, NO**

72 Inventor/es:

**WEYDAHL, KARL RAGNAR**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 427 183 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

Procedimiento para la producción de alcoholes

Esta invención se refiere a mejoras en y a procedimientos para la producción de alcoholes a partir de material celulósico, en particular paja de arroz, y a un aparato para usar en tales procedimientos.

5 Los alcoholes, tales como el etanol y el butanol, producidos fermentando los azúcares de residuos o de biomasa, se están convirtiendo rápidamente en una alternativa a los hidrocarburos tales como el gas natural o el petróleo. Aunque el enfoque actual se centra en la producción de etanol a partir de semillas de plantas, por ej. maíz, la magnitud de la demanda de biocombustibles amenaza con reducir el área de tierra dedicada a la producción de alimentos y una alternativa deseable a las semillas de las plantas como materiales de partida es un material  
10 derivado de plantas diferente de las semillas, por ej., hierba, madera, papel, hojas de maíz, paja, etc. En este caso, el alcohol se produce descomponiendo en primer lugar la celulosa y la hemicelulosa (por conveniencia, en la presente memoria ambas se denominarán simplemente como celulosa) en azúcares fermentables. Esto puede hacerse con enzimas pero se consigue mucho más eficiente y económicamente mediante hidrólisis con ácidos fuertes, por ejemplo ácidos minerales tales como ácido sulfúrico y clorhídrico. Sin embargo, para la producción a  
15 gran escala de etanol de esta forma, una gran porción del ácido usado tiene que recuperarse y reciclarse.

En el documento WO 02/02826, los contenidos del cual se incorporan a la presente memoria por referencia, los inventores propusieron un procedimiento para la producción de alcoholes en el cual el ácido fuerte se recuperaba poniendo en contacto el hidrolizado con un disolvente orgánico de extracción, por ejemplo metil etil cetona, con separación de la lignina sólida y de los azúcares precipitados para dar una disolución ácida que comprendía agua, el  
20 disolvente de extracción, ácido y algunos azúcares disueltos. El disolvente de extracción en la disolución ácida se separaba a continuación por evaporación a vacío para ser reciclado y dejar una disolución acuosa del ácido y azúcares la cual se sometía a una evaporación adicional para dar una mezcla concentrada de ácido/azúcares, de nuevo para reciclar.

En una operación en continuo, el disolvente de extracción se alimenta por la base de una columna de separación en contracorriente y el disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa por la parte superior de la columna mientras que el hidrolizado se alimenta por la parte superior de la columna y una suspensión que comprende lignina y oligosacáridos no disueltos se separa por la base. Los presentes inventores han encontrado ahora que la recuperación de oligosacáridos se incrementa si el disolvente de extracción se introduce en el hidrolizado en al menos dos puntos de la ruta de flujo de oligosacáridos a través del separador y si la separación del disolvente de  
25 extracción que contiene ácido(s) del separador, por ejemplo para la recuperación y reutilización del disolvente de extracción, se efectúa en un punto de la ruta de flujo entre los puntos de introducción del disolvente de extracción.

Así, vista desde un aspecto, la invención proporciona un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico en el que dicho material celulósico se somete a una hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por al menos dos entradas del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde la separación de dicho disolvente de extracción de dicho separador a través de dicha salida de descarga ocurre aguas abajo de la al menos dicha una entrada del disolvente de extracción y aguas arriba de la al menos otra  
35 entrada del disolvente de extracción.

Particularmente deseable, el procedimiento implica un tiempo de retardo de al menos 10 segundos, más preferiblemente al menos 20 segundos, especialmente al menos 30 segundos, más especialmente al menos 60 segundos, por ejemplo hasta 120 segundos, entre el punto de contacto más temprano entre el hidrolizado y el disolvente de extracción y el disolvente de extracción que alcanza la salida de descarga del disolvente de extracción.  
45 Expresado de esta forma, la invención proporciona en otro aspecto un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, donde dicho material celulósico se somete a una hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada de hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por una entrada del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada del hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas para que el tiempo de flujo desde dicha entrada del hidrolizado a dicha salida de descarga del disolvente de extracción sea al menos 10 segundos.

Los tiempos de retardo para fluidos que fluyen a través del separador pueden calcularse fácilmente para la mayoría de los aparatos o condiciones de operación. Sin embargo, también pueden determinarse experimentalmente inyectando un bolo de un material detectable, por ejemplo un colorante soluble, en el hidrolizado y/o el disolvente de extracción antes de que él/ellos entre(n) en el separador, y detectando la salida del marcador en el disolvente de  
55

extracción descargado. Se entenderá que tal bolo marcador puede no alcanzar la descarga simultáneamente y que el medio, o más generalmente modo, debe usarse. El tiempo de retardo se ampliará particularmente cuando deflectores o agitadores se interpongan entre el punto de entrada del marcador y la descarga del disolvente de extracción.

- 5 En una realización particularmente preferida, el disolvente de extracción se separa por al menos dos salidas localizadas entre las entradas, retornándose al separador el disolvente separado por una de tales salidas a través de una de las entradas de disolvente. Así, en la dirección del flujo de los oligosacáridos el orden de entrada y salida del disolvente podría ser primera entrada, primera salida, segunda salida luego segunda entrada o, más preferiblemente, segunda entrada, segunda salida, primera salida luego primera entrada, es decir cuando la  
10 segunda salida es la salida por la cual se descarga del separador el disolvente de extracción que contiene ácido(s), por ejemplo para recuperar y reusar el disolvente.

Puesto que un efecto del disolvente de extracción es separar el ácido del hidrolizado y dejar un residuo sin disolver (el cual contiene en general oligosacáridos y lignina), el residuo es en general mucho más fácilmente separado por una base del separador descargándose el disolvente de extracción por o cerca de la parte superior del fluido que  
15 fluye a través del separador, el separador adoptará mucho más convenientemente la forma de columnas sustancialmente verticales conectadas en serie alimentándose el hidrolizado por la parte superior de la primera columna, y descargándose el residuo por la base de la columna final. En este formato, las entradas del disolvente de extracción estarán convenientemente posicionadas en o cerca de la cabeza de la primera columna y cerca de la base de la columna final y las salidas del disolvente de extracción estarán convenientemente posicionadas en o  
20 cerca de la cabeza de la columna final y cerca de la base de la primera columna. Sin embargo, el uso de columnas verticales es preferido más que requerido – el separador podría por ejemplo adoptar la forma de un tubo con porciones alternantes inclinadas hacia arriba y hacia abajo, separándose el residuo por una porción final hacia abajo y estando posicionadas las salidas de disolvente en la parte superior de recodos de la parte superior del tubo.

Cuando el disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa del separador, el separador estará preferiblemente conformado de tal forma que se minimice el arrastre de residuo por el disolvente descargado. Así  
25 por ejemplo, en una realización la salida de descarga puede estar en la cabeza de una segunda o subsecuente columna en la que el flujo de hidrolizado por esa columna se produce hacia abajo de la columna. Alternativa y preferiblemente, la salida de descarga puede estar en una sección del separador lejos de la ruta principal de flujo de oligosacáridos. En este caso, por ejemplo, el separador puede comprender dos cilindros concéntricos siendo la ruta  
30 de flujo de oligosacáridos a través de la cabeza del cilindro interno, salida por la base del cilindro interno y entrada en el cilindro externo y luego salida a través de la base del cilindro externo. La descarga del disolvente de extracción puede ser entonces por el cilindro externo por una posición por encima de la base del cilindro interno. Desde luego, los cilindros no necesitan ser coaxiales y su forma precisa no es crítica. Esta disposición es particularmente adecuada para la primera columna de un separador de múltiples columnas.

- 35 Preferiblemente, el separador contiene un mezclador para asegurar el mezclado completo del disolvente de extracción y del hidrolizado. El mezclador puede ser activo, por ejemplo, un agitador, o pasivo, por ejemplo placas, aletas o deflectores. El uso de mezcladores pasivos es en general preferido. Cuando el separador contiene más que una columna, cada una se proporciona preferiblemente con un mezclador.

40 El separador está preferiblemente sellado para impedir la salida del fluido salvo a través de las salidas del residuo y del disolvente.

El separador, si comprende columnas verticales, está preferiblemente dotado de deflectores o placas para aumentar el tiempo de residencia en las columnas. El área de tales placas/deflectores aumenta preferiblemente en la dirección del flujo. Cuando el separador tiene deflectores o placas sobre las que podría ocurrir la acumulación de residuos,  
45 preferiblemente se deja un hueco entre el deflector/placa y la pared del separador para reducir la probabilidad de que ocurra esto. Asimismo, se prefiere disponer un mezclador activo para deshacerse de cualquier residuo que se deposite sobre tales placas/deflectores.

Para asegurar el mezclado completo del disolvente de extracción y del hidrolizado, el separador está preferiblemente equipado con una o más bombas para bombear el disolvente o el hidrolizado en el separador, o para transferir el  
50 disolvente y/o el hidrolizado entre columnas de un separador de múltiples columnas. Desde luego, el separador debe ser construido para soportar las presiones, la temperatura y los compuestos químicos usados.

La descarga del residuo puede ser continua o, más preferiblemente, discontinua. Así, el separador tiene preferiblemente una unidad de recogida del residuo aislable y evacuable, por ejemplo como una porción base de la  
columna final de un separador de múltiples columnas.

- 55 Preferiblemente, el separador forma parte de un sistema más grande en el cual también puede efectuarse la hidrólisis ácida.

Así, vista desde un aspecto, la invención proporciona un aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor para la hidrólisis ácida y un separador que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador: una entrada del hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor; al menos dos entradas para el disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s), donde dicha salida para la descarga del disolvente de extracción está aguas abajo en dicha ruta de flujo de al menos dicha una entrada del disolvente de extracción y aguas arriba en dicha ruta de flujo de al menos dicha otra entrada del disolvente de extracción.

El reactor puede operar discontinua o, más preferiblemente, continuamente. Para la operación en continuo, está convenientemente en forma de un conducto con puertos de entrada para el material celulósico y el ácido en un extremo y un puerto de salida para el hidrolizado en el otro. En este formato, está preferiblemente equipado con un husillo de accionamiento para mover la masa de reacción desde la entrada a la salida con un tiempo de residencia suficiente para que se lleve a cabo la reacción de hidrólisis. Puede usarse un reactor convencional.

Además del separador y de la etapa de extracción con disolventes, los restantes componentes del aparato y el resto de las etapas de proceso para la conversión del material celulósico en alcohol pueden ser convencionales; sin embargo, versiones ejemplo se describirán en la presente memoria.

Por otra parte, debe advertirse que la realización de la transformación del material celulósico en alcohol puede dividirse entre dos o más sitios, por ejemplo con la producción del residuo que contiene oligosacáridos en un sitio y la producción de alcohol y la extracción en otro.

Así, vista desde otro aspecto, la invención proporciona un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por al menos dos entradas del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y el disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida para la descarga del disolvente de extracción, donde la separación de dicho disolvente de extracción de dicho separador a través de dicha salida de descarga se produce aguas abajo de al menos dicha una entrada del disolvente de extracción y aguas arriba de al menos dicha otra entrada del disolvente de extracción. En otro aspecto, la invención también proporciona un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho material celulósico se somete a una hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada de hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por al menos dos entradas del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada del hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas para que el tiempo de flujo desde dicha entrada del hidrolizado a dicha salida de descarga del disolvente de extracción sea al menos 10 segundos.

Más particularmente, el procedimiento global comprenderá en general las siguientes etapas: (i) hidrolizar el material celulósico con un ácido acuoso para producir un hidrolizado; (ii) extraer el ácido y el agua del hidrolizado con un disolvente de extracción para dar (a) una primera disolución acuosa ácida que contiene el disolvente de extracción, y (b) un residuo que contiene oligosacáridos; (iii) someter al residuo a una reacción de escisión de los oligosacáridos para dar una disolución acuosa de azúcares fermentables; (iv) fermentar los azúcares fermentables y destilar el alcohol de la mezcla fermentada resultante; (v) evaporar el disolvente de extracción de la primera disolución para dar (a) una segunda disolución ácida, y (b) un disolvente de extracción gaseoso; (vi) opcional, pero preferiblemente, condensar el disolvente de extracción gaseoso para reciclar; y, opcional pero preferiblemente, (vii) concentrar la segunda disolución acuosa ácida para reciclar.

La etapa de extracción, etapa (ii), puede efectuarse a presión ambiente o elevada, por ej., de 1 a 10 bares, preferiblemente 1 a 6 bares. En general, se efectuará a elevada temperatura, por ej., 30 a 70°C, preferiblemente 40 a 60°C, especialmente 50 a 55°C. Preferiblemente, la etapa de extracción se realiza a una temperatura dentro de 15°C de la de la etapa (i), especialmente dentro de 10°C y a una presión dentro de 1 bar de la de la etapa (i), especialmente dentro de 0,5 bares.

La etapa de evaporación, etapa (v), también puede realizarse a presión ambiente o elevada, por ej., hasta 8 bares, preferiblemente 1 a 5 bares, y a una temperatura de 25 a 60°C, preferiblemente 40 a 55°C. Sin embargo, la combinación de temperatura y presión será una a la cual el disolvente de extracción es gaseoso. Preferiblemente, la etapa de evaporación se realiza a una temperatura dentro de 15°C de la temperatura de la etapa (ii), especialmente dentro de 10°C. Asimismo, la etapa de evaporación se realiza preferiblemente a una presión dentro de 5 bares de la de la etapa (ii), especialmente dentro de 3 bares. Así, se prefiere llevar a cabo la etapa (ii) a presión elevada y la

etapa (v) a una presión menor.

La etapa de condensación, etapa (vi), se efectúa preferiblemente a una temperatura en el intervalo de 0 a 60°C, especialmente 20 a 55°C, y a presión ambiente o elevada, por ej., hasta 10 bares, especialmente hasta 6 bares. Sin embargo, la combinación de temperatura y presión debe ser una a la cual el disolvente de extracción sea líquido.

5 Preferiblemente, la etapa de condensación se efectúa a una temperatura dentro de 15°C de la de la etapa (ii), especialmente dentro de 10°C, y una presión dentro de 1 bar de la de la etapa (ii), especialmente dentro de 0,5 bares. El enfriamiento para efectuar la condensación se efectúa preferiblemente usando agua del entorno local, por ej., de un río, un lago o, especialmente, la mar.

10 El disolvente de extracción condensado obtenido mediante la etapa (vi) puede, desde luego, contener agua; sin embargo, el contenido de agua no será en general tan alto como para impedir la precipitación de oligosacáridos en la etapa (ii). Si se desea, el disolvente de extracción reciclado puede combinarse con disolvente de extracción nuevo para la etapa (ii).

15 El disolvente de extracción puede ser un único compuesto disolvente o una combinación de al menos dos compuestos. Los compuestos serán al menos típicamente disolventes orgánicos parcialmente miscibles con agua, convenientemente disolventes seleccionados de alcoholes, éteres y cetonas con hasta ocho átomos de carbono por molécula; sin embargo, pueden usarse otros disolventes orgánicos parcialmente miscibles con agua. Preferiblemente, los compuestos no son unos que sean muy tóxicos para las levaduras o bacterias ya que parte del disolvente de extracción puede arrastrarse a la etapa de fermentación. Ejemplos de compuestos preferidos incluyen metil etil cetona, acetona, metanol, etanol, n-propanol e isopropanol.

20 El ácido usado en el procedimiento de la invención puede ser cualquier ácido fuerte, pero en general será un ácido inorgánico tal como ácido fosfórico o sulfúrico. Se prefiere el uso de ácido sulfúrico; en general, no se prefiere el uso de ácido clorhídrico. El uso de una mezcla de ácido sulfúrico y ácido fosfórico, por ejemplo en una relación en volumen de 1:1 a 4:1, especialmente una relación en volumen de aproximadamente 2:1, es especialmente preferido. La disolución ácida cuando entra en contacto con el material celulósico de partida corresponde preferiblemente a una relación en peso ácido:agua de 1:1 a 4:1, especialmente aproximadamente 3:1. Pueden usarse disoluciones ácidas de los pHs convencionalmente usados en la hidrólisis con un ácido fuerte de materiales celulósicos. Debe advertirse que el ácido y el agua pueden añadirse separadamente o que el ácido inicial añadido puede ser diluido o concentrado para dar el equilibrio ácido:agua deseado.

30 La hidrólisis ácida puede realizarse de una manera convencional. Típicamente, la hidrólisis, que es exotérmica, se realizará en continuo, con refrigeración, por ejemplo agua de refrigeración, para mantener la mezcla de hidrólisis a de 50 a 55°C. La relación disolución ácida:materias celulósicas es típicamente 2:1 a 4:1 en peso y la duración de la hidrólisis será en general 1 a 4, especialmente aproximadamente 2 horas. De esta forma, la celulosa es descompuesta para producir oligosacáridos los cuales pueden separarse por precipitación mediante el disolvente de extracción para dar una suspensión de lignina/azúcares.

35 El residuo en forma de suspensión procedente del separador puede lavarse con disolvente de extracción si se desea, pueden drenarse los líquidos que contiene, si se desea, y, si se desea, puede secarse. Alternativamente, puede usarse directamente en la etapa de escisión de oligosacáridos después de la adición de agua para disolver los azúcares. La reacción de escisión de los oligosacáridos puede efectuarse enzimáticamente o, alternativa y preferiblemente, por hidrólisis ácida. En la práctica, el residuo de ácido retenido en la suspensión no lavada es adecuado para que la escisión de los oligosacáridos transcurra vía una segunda etapa de hidrólisis ácida.

40 Alternativamente, puede añadirse más ácido, por ejemplo para subir el contenido de ácido de la disolución de azúcares hasta aproximadamente 0,1 a 5% en peso, especialmente 0,5 a 2% en peso, particularmente aproximadamente 1% en peso. La adición de ácido en exceso es indeseable ya que, tras una segunda hidrólisis ácida, el hidrolizado resultante tiene que neutralizarse a un pH adecuado para los microorganismos responsables de la fermentación (generalmente levaduras). Esta segunda hidrólisis ácida puede efectuarse en condiciones convencionales para una hidrólisis ácida débil de oligosacáridos, por ejemplo a aproximadamente 140°C, una presión de 5-6 bares y una duración de aproximadamente dos horas.

45 Antes de la fermentación, los azúcares fermentables en disolución acuosa son preferiblemente filtrados para recuperar cualquier lignina. Ésta se lava preferiblemente para recuperar cualquier azúcar arrastrado para fermentar y comprimir para usar como un combustible, por ejemplo para proporcionar energía para una o más de las etapas en el procedimiento global de producción de alcohol.

El material celulósico puede ser cualquier material celulósico conveniente, por ejemplo césped, paja, madera (por ejemplo, serrín o virutas de madera), papel, hojas de maíz, etc. El uso de paja de arroz es especialmente preferido.

55 Cuando el material celulósico es paja de arroz, la mezcla de lignina/azúcares contendrá partículas finas de sílice. Éstas pueden recuperarse por filtración, por ejemplo usando mallas de diferentes tamaños para la lignina y la sílice o

pueden recuperarse del residuo de la combustión de la lignina. Tales partículas de sílice son útiles como, por ejemplo, aditivos para pinturas, compuestos auxiliares para la fabricación de comprimidos farmacéuticos, o soportes de catalizadores (por ejemplo, para la polimerización de olefinas), y su recogida y uso forman otros aspectos de la presente invención.

- 5 El microorganismo usado en la etapa de fermentación puede ser cualquier microorganismo capaz de convertir azúcares fermentables en alcohol, por ejemplo levadura de cerveza. Sin embargo, preferiblemente se usa una levadura o mezcla de levaduras que pueda transformar las pentosas producidas mediante hidrólisis de holocelulosa así como las hexosas producidas por la hidrólisis de la celulosa. Tales levaduras están comercialmente disponibles. Cuando la fermentación se realiza usando microorganismos diferentes de la levadura de cerveza (por ejemplo, *C. beijerinckii* BA101), pueden producirse alcoholes diferentes de etanol, en particular butanol, y éstos también pueden usarse como biocombustibles. La invención cubre la producción de tales otros alcoholes.

La destilación puede efectuarse de manera convencional.

- 15 Los azúcares producidos usando la invención pueden ser fermentados o respirados por la levadura de cerveza u otros microorganismos tipo levaduras para producir muchos compuestos biológicos diferentes tales como glicerol, acetona, ácidos orgánicos (por ej., ácido butírico, ácido láctico, ácido acético), hidrógeno, metano, biopolímeros, proteínas de célula única (SCP), antibióticos y otros compuestos farmacéuticos. También podrían extraerse de las células hechas crecer con los azúcares, proteínas específicas, enzimas u otros compuestos. Por otra parte, los azúcares pueden transformarse en productos finales deseados por medios químicos y físicos más que biológicos, por ejemplo, la ebullición a reflujo de la xilosa producirá furfural. La invención también cubre por tanto la producción de todos tales otros compuestos producidos además de los alcoholes.

- 20 El aparato usado en los procedimientos de la invención típicamente comprende: un reactor de hidrólisis, un primer separador dispuesto para recibir el hidrolizado de dicho reactor y descargar una suspensión de oligosacáridos; un segundo separador dispuesto para recibir una mezcla de disolvente de extracción/agua de dicho primer separador y descargar una disolución acuosa ácida; y un reservorio de ácido dispuesto para suministrar ácido a dicho reactor; un reservorio de disolvente de extracción para suministrar un disolvente orgánico de extracción a dicho primer separador; y un condensador dispuesto para recibir dicho disolvente de extracción gaseoso de dicho segundo separador y descargar dicho disolvente de extracción en forma líquida para reciclar.

- 25 El aparato también comprende preferiblemente componentes para reciclar el ácido y el disolvente de extracción, y para alimentar material celulósico al reactor. Convenientemente, también comprende componentes para la manipulación aguas abajo de la suspensión de oligosacáridos, por ej., más reactores de hidrólisis, reservorios para una base para neutralizar el ácido residual, fermentadores y unidades de destilación.

- 30 Para permitir operar en continuo el procedimiento cuando las etapas individuales se realizan en discontinuo, las unidades individuales dentro del aparato pueden estar duplicadas, es decir usándose tales unidades en paralelo, de modo que una pueda estar en operación mientras que la otra está siendo cargada/descargada. Este es particularmente el caso para la segunda hidrólisis ácida, la fermentación, la destilación y las etapas de separación de la lignina.

- 35 La recuperación de oligosacáridos también puede reforzarse mediante dos procedimientos alternativos los cuales forman otros aspectos de la presente invención. En un primero de estos aspectos, la invención proporciona un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico en el que dicho un material celulósico es sometido a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, se introduce un disolvente de extracción en dicho separador por una entrada de disolvente de extracción, se separa de dicho separador un residuo que contiene oligosacáridos por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas por encima de dicha entrada del disolvente de extracción, dicha entrada de hidrolizado está posicionada en o por debajo de dicha salida de descarga del disolvente de extracción, y dicho separador tiene un área transversal interna que es mayor en dicha entrada de hidrolizado o entre dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción que la media entre dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción. En el segundo de estos dos otros aspectos, la invención proporciona un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, se introduce un disolvente de extracción en dicho separador por una entrada de disolvente de extracción, se separa de dicho separador un residuo que contiene oligosacáridos por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada de hidrolizado está posicionada en dicho separador al menos un 10% por debajo de la ruta de flujo del disolvente de extracción desde dicha entrada del disolvente de extracción a dicha salida de descarga del disolvente de extracción. En este contexto, mediante un porcentaje de la ruta de flujo se quiere decir un porcentaje de tiempo.

Éste puede calcularse teóricamente o puede determinarse experimentalmente usando un marcador como se trató anteriormente.

Alternativamente visto, en otros aspecto la invención proporciona un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico en el que dicho un material celulósico es sometido a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, se introduce un disolvente de extracción en dicho separador por una entrada de disolvente de extracción, se separa de dicho separador un residuo que contiene oligosacáridos por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas por encima de dicha entrada del disolvente de extracción, dicha entrada de hidrolizado está posicionada en o por debajo de dicha salida de descarga del disolvente de extracción, y dicho separador tiene un área transversal interna que es mayor en dicha entrada de hidrolizado o entre dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción, que la media entre dicha entrada del disolvente de extracción y dicha salida de descarga del disolvente de extracción. Asimismo, en otro aspecto, la invención proporciona un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, se introduce un disolvente de extracción en dicho separador por una entrada de disolvente de extracción, se separa de dicho separador un residuo que contiene oligosacáridos por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción, donde dicha entrada de hidrolizado está posicionada en dicho separador al menos un 10% por debajo de la ruta de flujo del disolvente de extracción desde dicha entrada del disolvente de extracción a dicha salida de descarga del disolvente de extracción.

El aparato usado para realizar estos dos otros aspectos de la invención forma en sí mismo otros aspectos de la invención. Así, vista desde otro aspecto, la invención proporciona un aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor para la hidrólisis ácida y un separador que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador: una entrada del hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor; una entrada del disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s), donde dicha salida del hidrolizado y dicha para la descarga del disolvente de extracción están posicionadas por encima de dicha entrada del disolvente de extracción, dicha entrada de hidrolizado está posicionada en o por debajo de dicha salida de descarga del disolvente de extracción, y dicho separador tiene un área transversal interna que es mayor en dicha entrada de hidrolizado o entre dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción, que la media entre dicha entrada del disolvente de extracción y dicha salida de descarga del disolvente de extracción. Vista aún desde otro aspecto, la invención proporciona un aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor para la hidrólisis ácida y un separador que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador: una entrada del hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor; una entrada del disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s), donde la salida del hidrolizado está posicionada en dicho separador al menos un 10% por debajo de la ruta de flujo del disolvente de extracción desde dicha entrada del disolvente de extracción a dicha salida de descarga del disolvente de extracción.

En el primero de estos dos otros aspectos, el efecto del separador de área transversal no uniforme es crear una región de menor velocidad de flujo para el disolvente de extracción por la entrada de hidrolizado o entre ésta y la salida del disolvente. De esta forma, se deja que las partículas de sacáridos crezcan hasta un tamaño en el que la gravedad impedirá que sean arrastradas con el disolvente cuando deja el separador. Esta sección transversal no uniforme puede conseguirse de diferentes formas, por ejemplo dando al separador una forma cónica invertida o dotándolo con una extensión lateral en la cual se abre la entrada de hidrolizado. Sin embargo, es especialmente preferido conseguirla teniendo el separador en forma de dos cilindros coaxiales unidos teniendo la parte superior un mayor diámetro. En general, cualquier reducción del caudal del disolvente de extracción desde la vecindad de la entrada de hidrolizado a la salida del disolvente aumentará la recuperación de sacáridos; sin embargo, la reducción del caudal, relativa al caudal medio desde la entrada a la salida del disolvente es preferiblemente 10 a 90%, especialmente 30 a 80%

En el segundo de los dos otros aspectos, la entrada del disolvente está preferiblemente cerca de la base del separador (por ej., dentro del 10% de la longitud del separador) y la salida del disolvente está preferiblemente en o cerca de la cabeza del separador, estando la entrada de hidrolizado preferiblemente dentro del 50 al 95%, especialmente 65 al 85%, de la longitud del separador desde su base. Si se desea, los diversos aspectos de la invención pueden combinarse, por ejemplo con la entrada de hidrolizado en una parte intermedia de la longitud del

separador en, cerca o por debajo de una región de menor velocidad de flujo del disolvente.

Para estos dos otros aspectos, pueden usarse las características del procedimiento y del aparato descritas anteriormente en relación con el primer aspecto dondequiera que sean compatibles.

5 Cuando se desea, el separador puede comprender más que un depósito, y en una realización particularmente preferida, el hidrolizado y el disolvente de extracción acuoso ácido se alimentan a un primer depósito separador, el disolvente de extracción acuoso ácido se descarga desde ese primer depósito para la recuperación del disolvente de extracción, y el hidrolizado que contiene partículas se alimenta desde ese primer depósito separador en un segundo depósito separador al cual también se alimenta el disolvente de extracción. Desde ese segundo depósito, el disolvente de extracción acuoso ácido se alimenta al primer depósito y los sólidos que contienen lignina se descargan. En este formato, el primer depósito, que preferiblemente es de mayor diámetro que el segundo, y que preferiblemente contiene un agitador u otro medio para mezclar fluidos, funciona efectivamente como un primer depósito de sedimentación. Si se desea, los sólidos que se separan por sedimentación en el primer depósito pueden separarse directamente más que pasarse al segundo depósito separador.

10 Ahora se describirán adicionalmente realizaciones de la invención con referencia a los siguientes ejemplos no limitantes y los dibujos acompañantes, en los cuales:

15 La Figura 1 es un diagrama esquemático de un aparato según la invención;

La Figura 2 es un diagrama esquemático de un separador de dos columnas útil para un primer procedimiento de la invención;

20 La Figura 3 es un diagrama esquemático de un separador de diámetro no uniforme útil para otro procedimiento de la invención;

La Figura 4 es un diagrama esquemático de otro separador útil para un procedimiento de la invención; y

La Figura 5 es un diagrama esquemático de otro separador de diámetro no uniforme útil para otro procedimiento de la invención.

25 Con referencia ahora a la Figura 1, se muestra un aparato 1 para la conversión de pasta de madera en etanol. La paja de arroz 2 se alimenta desde la tolva 3 a un reactor de hidrólisis 4 que contiene un husillo rotante operado para asegurar un tiempo de residencia de la paja de arroz dentro del reactor de aproximadamente dos horas. El reactor está equipado con una camisa para refrigerar con agua para mantener la mezcla de hidrólisis a aproximadamente 50-55°C. Ácido sulfúrico y ácido fosfórico y agua, en una relación en peso de 2:1:1 se alimentan al reactor 4 desde los reservorios 5 y 6, la línea 7 de alimentación de agua, y el reservorio 23 para reciclar el ácido. El hidrolizado del reactor 4 se alimenta por la cabeza de una primera columna de separación 8 y desde la salida 14 en la base de la primera columna 8 a la cabeza de una segunda columna de separación 9 en contracorriente, la cual tiene placas 10 internas para retardar el flujo a su través. En la base de la columna 9 se introduce un disolvente de extracción orgánico, por ejemplo metil etil cetona, desde el reservorio 59. Dentro de la columna 9, se extrae agua y ácido mediante el disolvente de extracción y la lignina y los oligosacáridos precipitados se pasan desde la base de la columna a una unidad 61 de filtración en continuo. La mezcla ácido/agua/disolvente de extracción se descarga desde la cabeza de la columna 9 y se alimenta por la cabeza de la primera columna 8 de separación la cual está equipada con un mezclador 52. La base de la columna 8 tiene una cámara 13 con la salida 14 como su base y otra salida 15 de descarga en su cabeza desde la cual se separa el disolvente de extracción para pasarlo a una tercera columna 16 de separación.

30 El residuo sólido de la unidad 61 de filtración se pasa a un secador 62 y la mezcla seca de lignina/oligosacáridos se disuelve a continuación en agua y se pasa a un segundo reactor 63 de hidrólisis. El líquido de la unidad 61 de filtración se pasa a la columna 16 de separación.

35 En el segundo reactor 63 se efectúa una hidrólisis ácida adicional a 140°C durante dos horas a 5-6 bar. El hidrolizado se filtra en la unidad 64 de filtración para separar lignina (que es comprimida y quemada para proporcionar energía para todo el aparato). La disolución restante de azúcares fermentables se neutraliza con carbonato de calcio en la unidad 65 de neutralización antes de pasarse a la unidad 66 de fermentación en la que se añade levadura de cerveza y se deja que se produzca la fermentación. La mezcla fermentada se alimenta entonces a la unidad 67 de destilación en la que el etanol se separa por destilación vía la línea 68.

40 La mezcla ácido/agua/disolvente de extracción en la columna 16 del separador es despresurizada para provocar que el disolvente de extracción se evapore. El disolvente de extracción gaseoso es llevado desde la columna 16 del separador a un condensador 20 en el que la presión se aumenta suficientemente para licuar el disolvente de extracción y el disolvente de extracción se recicla vía la línea 21 al reservorio 59. El ácido acuoso restante se alimenta desde la columna 16 del separador a la unidad 22 de evaporación en la que el agua se separa a vacío. El ácido restante, que contiene algo de azúcar disuelto, se recicla al reservorio 23.

Con referencia a la Figura 2, se muestra con más detalle el separador mostrado en la Figura 1, incluyendo las bombas 28 y 29 usadas para transferir el hidrolizado y la bomba 20 usada para inyectar disolvente de extracción.

5 Con referencia a la Figura 3, se muestra un separador 31 que tiene una entrada 32 de hidrolizado, una entrada 33 de disolvente de extracción, una salida 34 de descarga del disolvente de extracción, y una salida 35 de descarga del residuo. El separador está en forma de dos cilindros verticales 36 y 37 unidos, el superior de los cuales tiene un diámetro mayor para reducir la velocidad de flujo del disolvente antes de que se alcance la salida del disolvente. Dentro del separador están dispuestas placas 10 como en la Figura 1.

10 Con referencia a la Figura 4, se muestra un separador 38 que tiene una entrada 39 de hidrolizado, una entrada 40 de disolvente de extracción, una salida 41 de descarga del disolvente de extracción, y una salida 42 de descarga del residuo. El separador es en general cilíndrico con la entrada de hidrolizado posicionada suficientemente mucho más baja que la salida del disolvente como para permitir que se produzca el crecimiento y la precipitación de las partículas de sacáridos en la zona entre la entrada del hidrolizado y la salida del disolvente. Dentro del separador están dispuestas placas 10 como en la Figura 1.

15 Con referencia a la Figura 5, se muestra un separador 43 que comprende un depósito de sedimentación 44 y una columna 45 de separación, el primero equipado con un agitador 46 y la última con placas 47. El depósito de sedimentación 44 recibe el hidrolizado a través de la entrada 48 del hidrolizado y disolvente de extracción acuoso ácido desde la columna de separación vía el conducto 49. El hidrolizado y el disolvente de extracción son mezclados mediante el agitador 46 provocando la precipitación parcial de los sólidos. Los sólidos y el hidrolizado se transfieren desde el depósito de sedimentación 44 vía el conducto 50 usando una bomba 51. Disolvente de extracción nuevo (o reciclado) se alimenta por la base de la columna 45 a través de la entrada 52 y el disolvente de extracción acuoso ácido se descarga desde la cabeza de la columna 45 vía el conducto 49 en el depósito de sedimentación 44 desde el cual el disolvente de extracción acuoso es descargado vía la salida 53 para la recuperación del disolvente de extracción. Los sólidos, es decir los azúcares y la lignina, se descargan por la base de la columna 45 vía la salida 54.

25

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción; caracterizado porque dicho disolvente de extracción se introduce en dicho separador por al menos dos entradas del disolvente de extracción y la separación de dicho disolvente de extracción que contiene ácido(s) de dicho separador a través de dicha salida de descarga se produce aguas abajo de al menos una de dichas entradas del disolvente de extracción y aguas arriba de al menos otra de dichas entradas del disolvente de extracción.
2. Un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico usando el procedimiento según la reivindicación 1, y que además comprende: someter el residuo que contiene oligosacáridos a una reacción de escisión de oligosacáridos para dar una disolución acuosa de azúcares fermentables; y fermentar los azúcares fermentables para producir alcohol.
3. Aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor (4) para la hidrólisis ácida y un separador (8, 9; 31; 38) que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador (8, 9; 31; 38): una entrada (28; 32) para el hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor (4); una entrada para el disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida (35) para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida (15; 34) para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s); caracterizado porque dicho separador (8, 9; 31; 38) tiene al menos dos entradas para el disolvente de extracción para la introducción de dicho disolvente de extracción y porque dicha salida (15; 34) para la descarga del disolvente de extracción está aguas abajo en dicha ruta de flujo de al menos dicha una entrada del disolvente de extracción y aguas arriba en dicha ruta de flujo de al menos dicha otra entrada del disolvente de extracción.
4. Un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción; caracterizado porque dicho disolvente de extracción se introduce en dicho separador por al menos dos entradas del disolvente de extracción y dicha entrada del hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas para que el tiempo de flujo desde dicha entrada del hidrolizado a dicha salida de descarga del disolvente de extracción sea al menos 10 segundos.
5. Un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por una entrada del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción; caracterizado porque dicha entrada del hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas para que el tiempo de flujo desde dicha entrada del hidrolizado a dicha salida de descarga del disolvente de extracción sea al menos 10 segundos.
6. Un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico usando el procedimiento según la reivindicación 4 ó 5, y que además comprende: someter el residuo que contiene oligosacáridos a una reacción de escisión de oligosacáridos para dar una disolución acuosa de azúcares fermentables; y fermentar los azúcares fermentables para producir alcohol.
7. Un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho un material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por una entrada del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción; caracterizado porque dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción están posicionadas por encima de dicha entrada del disolvente de extracción, dicha entrada de hidrolizado está posicionada en o por debajo de dicha salida de descarga del disolvente de extracción, y dicho

separador tiene un área transversal interna que es mayor en dicha entrada de hidrolizado o entre dicha entrada de hidrolizado y dicha salida de descarga del disolvente de extracción que la media entre dicha entrada del disolvente de extracción y dicha salida de descarga del disolvente de extracción.

- 5 8. Un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico usando el procedimiento según la reivindicación 7, y que además comprende: someter el residuo que contiene oligosacáridos a una reacción de escisión de oligosacáridos para dar una disolución acuosa de azúcares fermentables; y fermentar los azúcares fermentables para producir alcohol.
- 10 9. Aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor (4) para la hidrólisis ácida y un separador (31) que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador (31): una entrada (32) para el hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor (4); una entrada (33) para el disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida (35) para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida (34) para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s); caracterizado porque dicha entrada (32) de hidrolizado y dicha salida (34) de descarga del disolvente de extracción están posicionadas por encima de dicha entrada (33) del disolvente de extracción, dicha entrada (32) de hidrolizado está posicionada en o por debajo de dicha salida (34) de descarga del disolvente de extracción, y dicho separador (31) tiene un área transversal interna que es mayor en dicha entrada (32) de hidrolizado o entre dicha entrada (32) de hidrolizado y dicha salida (34) de descarga del disolvente de extracción que la media entre dicha entrada (33) del disolvente de extracción y dicha salida (34) de descarga del disolvente de extracción.
- 15 20
- 25 10. Un procedimiento para la producción de un residuo que contiene oligosacáridos a partir de un material celulósico, en el que dicho material celulósico se somete a hidrólisis ácida para dar un hidrolizado acuoso, dicho hidrolizado se introduce en un separador por una entrada del hidrolizado, un disolvente de extracción se introduce en dicho separador por una entrada del disolvente de extracción, un residuo que contiene oligosacáridos se separa de dicho separador por una salida de descarga del residuo, y un disolvente de extracción que contiene ácido(s) se separa de dicho separador por una salida de descarga del disolvente de extracción; caracterizado porque dicha entrada de hidrolizado está posicionada en dicho separador al menos un 10% por debajo de la ruta de flujo del disolvente de extracción desde dicha entrada del disolvente de extracción a dicha salida de descarga del disolvente de extracción.
- 30
- 35 11. Un procedimiento para la producción de alcoholes a partir de un material celulósico usando el procedimiento según la reivindicación 10, y que además comprende: someter el residuo que contiene oligosacáridos a una reacción de escisión de oligosacáridos para dar una disolución acuosa de azúcares fermentables; y fermentar los azúcares fermentables para producir alcohol.
- 40 12. Aparato para la producción de oligosacáridos a partir de un material celulósico, comprendiendo dicho aparato un reactor (4) para la hidrólisis ácida y un separador (38) que tiene a lo largo del mismo una ruta de flujo para los oligosacáridos, teniendo dicho separador (38): una entrada (39) para el hidrolizado dispuesta para recibir el hidrolizado desde dicho reactor (4); una entrada (40) para el disolvente de extracción para la introducción de un disolvente de extracción; una salida (42) para la descarga del residuo para la separación de un residuo que contiene oligosacáridos; y una salida (41) para la descarga del disolvente de extracción para la separación del disolvente de extracción que contiene ácido(s); caracterizado porque dicha entrada (39) de hidrolizado está posicionada en dicho separador (38) al menos un 10% por debajo de la ruta de flujo del disolvente de extracción desde dicha entrada (40) del disolvente de extracción a dicha salida (41) de descarga del disolvente de extracción.



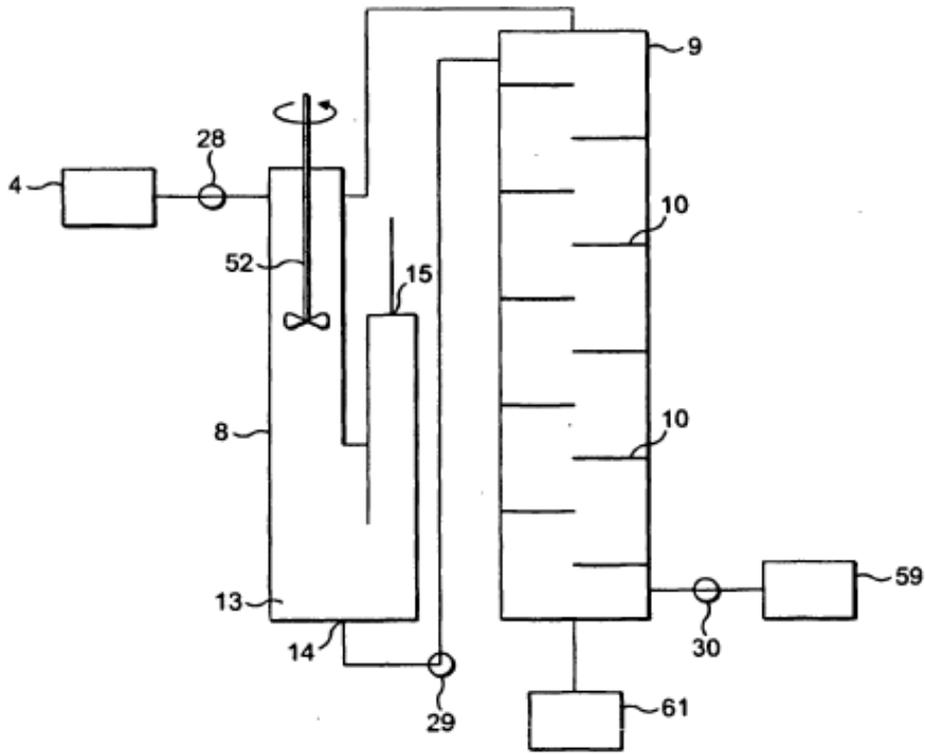


FIG. 2

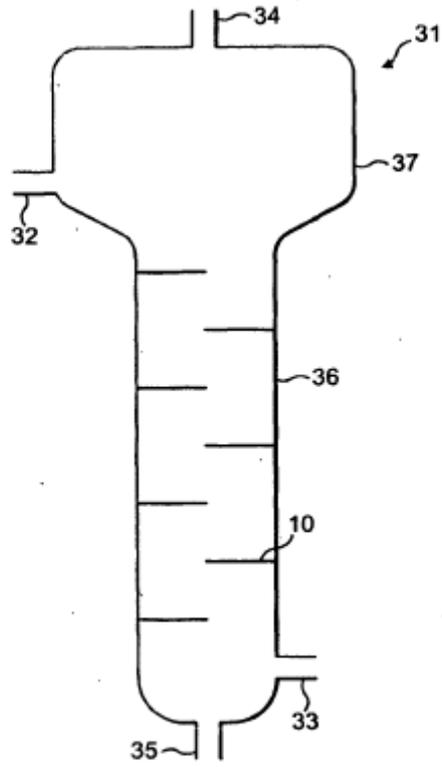


FIG. 3

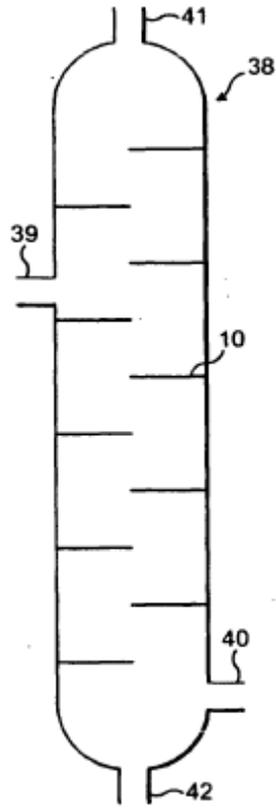


FIG. 4

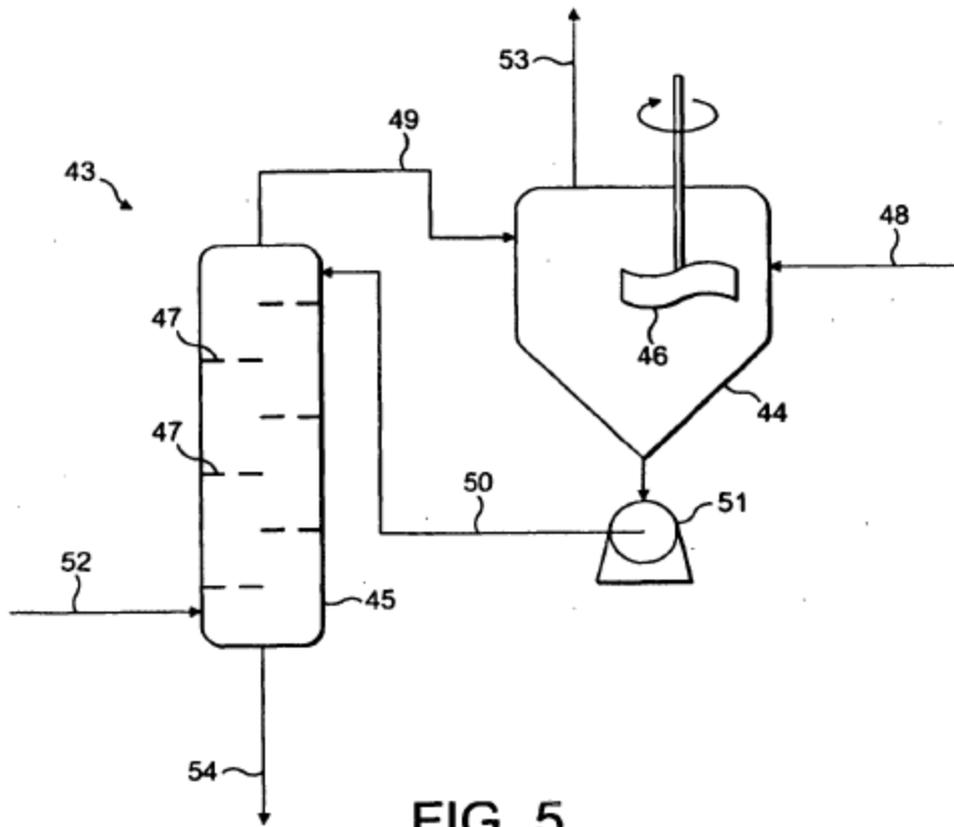


FIG. 5