

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 458 554**

51 Int. Cl.:

D21C 1/00 (2006.01)

D21C 1/02 (2006.01)

D21C 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.08.2010** **E 10814265 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2014** **EP 2467532**

54 Título: **Procedimientos de producción de etanol y coproductos a partir de biomasa celulósica**

30 Prioridad:

24.08.2009 US 236345 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.05.2014

73 Titular/es:

**ABENGOA BIOENERGY NEW TECHNOLOGIES,
INC. (100.0%)
16150 Main Circle Drive, Suite 300
Chesterfield, Missouri 63017-4689, US**

72 Inventor/es:

NGUYEN, QUANG A.

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 458 554 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

Procedimientos de producción de etanol y coproductos a partir de biomasa celulósica

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a mejoras en uno o más aspectos de la preparación de etanol a partir de biomasa celulósica que incluyen, por ejemplo, procedimientos mejorados para la limpieza de materias primas de biomasa, impregnación ácida mejorada, y tratamiento con un vapor mejorado, o "explosión de vapor".

Antecedentes de la invención

- 10 La biomasa lignocelulósica es una estructura compleja que comprende celulosa, hemicelulosa, y lignina en la que la celulosa y la hemicelulosa están unidas a la lignina. La celulosa es un polímero de D-glucosa con uniones β [1-4] entre cada una de las aproximadamente 500 a 10.000 unidades de glucosa. La hemicelulosa es un polímero de azúcares, principalmente D-xilosa con otras pentosas y algunas hexosas con uniones β [1-4] derivada de materiales herbáceos y diversas especies de madera dura. La lignina es un polímero aleatorio polifenólico complejo.

- 15 Existen una diversidad de fuentes ampliamente disponibles de biomasa lignocelulósica que incluyen, por ejemplo, rastrojos de maíz, residuos agrícolas (por ejemplo, paja, mazorcas de maíz, etc.), materiales leñosos, cultivos energéticos (por ejemplo, sorgo, álamo, etc.), bagazo (por ejemplo, caña de azúcar). Por lo tanto, la biomasa lignocelulósica es un sustrato relativamente barato y fácilmente disponible para la preparación de azúcares, que se puede fermentar para producir alcoholes tales como etanol. El etanol tiene una diversidad de usos, incluyendo en combustibles. Por ejemplo, el etanol se puede usar como aditivo de la gasolina para elevar el número de octano, reducir la contaminación, y/o para reemplazar parcialmente a la gasolina y reducir las necesidades de petróleo.

- 20 En general, la preparación de etanol a partir de biomasa lignocelulósica implica (1) liberar la celulosa y la hemicelulosa de la lignina y/o aumentar la accesibilidad de la celulosa y la hemicelulosa a la hidrólisis enzimática, (2) despolimerizar los azúcares de los carbohidratos de la hemicelulosa y la celulosa en azúcares libres, y (3) fermentar los azúcares a etanol.

- 25 Los procedimientos por la preparación de etanol a partir de biomasa lignocelulósica son conocidos, pero aún queda la necesidad sin satisfacer de un procedimiento de producción de etanol que se pueda practicar de forma económica a escala comercial. Por ejemplo, existe la necesidad de procedimientos de producción de etanol que proporcionen una mejora de los rendimientos de etanol con respecto a los procedimientos convencionales y/o proporcionen coproductos útiles y mejorados de la producción de etanol.

Sumario de la invención

- 30 La presente invención se refiere a procedimientos de pretratamiento de materia prima de biomasa celulósica que comprende celulosa, hemicelulosa, y lignina.

- 35 En una realización, el procedimiento comprende poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica con un medio ácido líquido para formar una materia prima de biomasa impregnada con ácido; en el que la materia prima de biomasa impregnada con ácido comprende de 0,01 a 0,05 kg de ácido por kg de materia prima de biomasa celulósica en base al peso en seco; poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido con H₂O a una presión manométrica de 517 kPa a 1724 kPa y a una temperatura de 160 °C a 230 °C dentro de una zona de contacto para producir una materia prima tratada con vapor que comprende una fracción líquida que comprende xilosa; someter la materia prima tratada con vapor dentro de una zona de despresurización a una presión manométrica controlada de 34,5 kPa a 344 kPa y a una temperatura controlada de 110 °C a 150 °C durante 2 a 30 minutos para producir una materia prima tratada con vapor que comprende una fracción líquida que comprende xilosa y una fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor, en la que el control de la temperatura y de la presión dentro de la zona de despresurización consiste básicamente en liberar al menos una parte de la fracción volatilizada de la misma; y en la que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización es al menos un 5 % mayor que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de contacto, y en la que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización representa un rendimiento de xilosa de al menos un 60 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa celulósica.

- 40 En otra realización, el procedimiento de la invención para el pretratamiento de materia prima de biomasa celulósica que comprende celulosa, hemicelulosa, y lignina, comprende poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica con un medio líquido ácido para formar una materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido en el que la materia prima de biomasa impregnada con ácido comprende de 0,01 a 0,05 kg de ácido por kg de materia prima de biomasa celulósica en base al peso en seco; poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido con H₂O dentro de una zona de contacto que contiene una fase de vapor en la que la presión parcial de vapor de agua es al menos 379 kPa (manométrica) y la temperatura es de 150 °C a 240 °C para solubilizar la hemicelulosa y producir una fracción volatilizada de la materia prima impregnada con ácido; y liberar al menos una parte de la fracción volatilizada de la zona de contacto para controlar la presión en la zona de contacto durante 0,1 a 5 minutos y producir una fracción líquida que comprende xilosa, en la que la presión se reduce en al

menos 207 kPa y la presión se controla de 172 kPa (manométrica) a 1034 kPa (manométrica) y la temperatura se controla de 130 °C a 185 °C, y en la que el contenido de xilosa de la fracción líquida representa un rendimiento de xilosa de al menos un 60 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa.

5 Otros objetos y características en parte serán evidentes y en parte se señalarán en lo sucesivo el presente documento.

Breve descripción de las figuras

La Figura 1 representa el flujo de procedimiento de una realización de un procedimiento de producción de etanol.

La Figura 1A representa un procedimiento de limpieza en seco de la presente invención.

La Figura 2 representa un procedimiento de pretratamiento de la presente invención.

10 La Figura 3 representa un flujo de procedimiento de otra realización de un procedimiento de producción de etanol.

Los caracteres de referencia correspondientes indican las partes correspondientes en las figuras.

Descripción detallada de las realizaciones preferentes

15 En el presente documento se describen procedimientos mejorados para la producción de etanol a partir de biomasa lignocelulósica que incluyen, por ejemplo, procedimientos que proporcionan una mejora en el rendimiento de etanol. En el presente documento también se describen procedimientos que proporcionan diversos coproductos ventajosos. Como se detalla en el presente documento, las mejoras en el rendimiento de etanol y/o los coproductos ventajosos se pueden proporcionar mediante uno o más aspectos de diversos protocolos para el tratamiento de biomasa lignocelulósica que se puede usar en un procedimiento de producción de etanol.

20 Por ejemplo, se ha observado que diversos protocolos para el pretratamiento de biomasa lignocelulósica mejoran las eficacias de procedimiento. En general, estos protocolos de pretratamiento comprenden poner en contacto una materia prima de biomasa lignocelulósica con un medio líquido ácido en ciertas condiciones (por ejemplo, ciertas relaciones de masa de ácido con respecto a la alimentación de biomasa). Como se usa en el presente documento, el término "pretratamiento" se refiere al procesamiento de la materia prima de biomasa antes de la hidrólisis de la biomasa lignocelulósica con la finalidad principal de producir azúcares fermentables por hidrólisis de hemicelulosa y/o celulosa.

Diversas realizaciones de la presente invención implican protocolos de pretratamiento que usan una materia prima y/o proporcionan una materia prima pretratada que tiene un contenido en sólidos relativamente alto (es decir, bajo contenido de humedad). Diversos protocolos distintos proporcionan maneras prescritas para el contacto de la materia prima y el medio líquido ácido (por ejemplo, por remojo o pulverización) promoviendo la dispersión ventajosa del medio líquido ácido en la materia prima de biomasa. Estos y otros protocolos de pretratamiento también pueden usar procedimientos para la retirada de uno o más componentes volátiles por ventilación durante el contacto de la materia prima de biomasa impregnada con ácido y el vapor a temperatura y presión elevadas. A modo de ejemplo adicional, se controlan y/o se seleccionan uno o más parámetros del protocolo de pretratamiento para proporcionar una materia prima de biomasa pretratada que tiene una variación de temperatura mínima. Además, de acuerdo con la presente invención, la materia prima pretratada se puede someter a una operación de acondicionamiento para retirar uno o más componentes de la materia prima pretratada que pueden inhibir la fermentación de los azúcares derivados de hemicelulosa y/o celulosa.

30 La materia prima de biomasa se puede someter a una operación de limpieza con la finalidad de proporcionar una materia prima de biomasa limpia adecuada para una impregnación ácida eficaz. En particular, diversos procedimientos que se detallan en el presente documento son eficaces para proporcionar una materia prima de biomasa limpia que tiene una parte considerable de las impurezas (por ejemplo, componentes de la fracción de cenizas de la materia prima de biomasa) retirada de la misma. Como se detalla en otra parte en el presente documento, estos procedimientos proporcionan materias primas de biomasa que proporcionan un consumo ventajoso del ácido por la materia prima como se demuestra mediante, por ejemplo, rendimientos ventajosos de azúcares fermentables durante el pretratamiento. De forma ventajosa, estos procedimientos se realizan en ausencia de agua de lavado y, por lo tanto, se denominan en el presente documento procedimientos de "limpieza en seco".

También se ha observado que la hidrólisis enzimática de los azúcares derivados de hemicelulosa antes de y/o en paralelo con la hidrólisis de los azúcares fermentables derivados de celulosa contribuye a un procedimiento mejorado (por ejemplo, mejora de los rendimientos de etanol). Por ejemplo, los procedimientos para la producción de etanol pueden incluir la recuperación de azúcares derivados de hemicelulosa y su conversión en etanol junto con la recuperación de azúcares derivados de celulosa y su conversión en etanol.

Se puede integrar la generación de enzima celulasa en un procedimiento para preparar etanol a partir de biomasa lignocelulósica. Esto se refiere, por ejemplo, a la conversión de celulosa en glucosa mediante procedimientos que incluyen producir una enzima celulasa dentro de una zona de proliferación y poner en contacto la enzima celulasa producida de ese modo con la celulosa para generar azúcares derivados de celulosa (es decir, glucosa). En diversas realizaciones, la generación integrada de celulasa se combina con la recuperación de azúcares derivados de

hemicelulosa y su conversión en etanol.

La descripción también se refiere a productos de biomasa de destilería ricos en proteínas y a coproductos ricos en lignina. Más particularmente, los procedimientos se refieren a la recuperación de coproductos ricos en lignina de materia prima de biomasa antes de la producción de azúcares fermentables por hidrólisis de azúcares derivados de celulosa. Del mismo modo, los procedimientos se refieren a la recuperación de coproductos ricos en lignina después de la producción de etanol a partir de azúcares derivados de celulosa. Estos procedimientos para la recuperación de coproductos ricos en lignina se pueden combinar con la recuperación de azúcares derivados de hemicelulosa y su conversión en etanol, antes o después de la recuperación del coproducto rico en lignina. Además, la recuperación de coproductos ricos en lignina se puede combinar con la generación integrada de celulosa.

I. Materia prima

En general, la materia prima (1 en la Figura 1) comprende la biomasa celulósica leñosa y/o no leñosa proporcionada por, por ejemplo, biomasa de plantas, desechos agrícolas, residuos forestales, y residuos del procesamiento de azúcares. Más particularmente, la biomasa puede comprender hierbas, tales como, pasto varilla, espartillo, lolium, hierba cinta, miscanthus, o las combinaciones de las mismas. Además o alternativamente, la materia prima puede incluir desechos agrícolas tales como paja de arroz, cáscaras de arroz, paja de cebada, mazorcas de maíz, paja de trigo, paja de colza, paja de avena, cáscaras de avena, fibra de maíz, rastrojos (por ejemplo, sorgo, rastrojo de haba de soja y/o rastrojo de maíz), o las combinaciones de los mismos. Residuos de procesamiento de azúcares adecuados incluyen, por ejemplo, bagazo de caña de azúcar, sorgo dulce, pulpa de remolacha, y las combinaciones de los mismos. En diversas realizaciones, la materia prima comprende una biomasa no leñosa seleccionada entre el grupo que consiste en rastrojo de maíz, paja de trigo, paja de cebada, sorgo, pasto varilla, miscanthus, y una combinación de los mismos. En diversas realizaciones preferentes, la materia prima comprende rastrojo de maíz. En estas y otras realizaciones preferentes, la materia prima comprende paja de trigo. Aún más, en estas y diversas realizaciones preferentes distintas, la materia prima comprende pasto varilla. La materia prima también puede incluir madera y desechos forestales tales como, por ejemplo, fibra de pulpa de madera reciclada, serrín, madera dura, madera blanda, restos de aclareo de bosques, restos de aclareo de huertas, o las combinaciones de los mismos. Por lo tanto, en diversas realizaciones, la materia prima comprende una biomasa leñosa.

Gran parte de la siguiente discusión, incluyendo la discusión posterior con respecto a las Figuras 1 y 2, se centra en rastrojo de maíz como materia prima. Sin embargo, a menos que se indique específicamente otra cosa, se entiende que la siguiente discusión se aplica a todas las materias primas de biomasa lignocelulósica adecuadas.

La biomasa lignocelulósica es una mezcla de polímeros carbohidratos de las paredes celulares de las plantas (es decir, celulosa y hemicelulosa), lignina, y diversos componentes distintos (por ejemplo, cenizas y arena). Por ejemplo, el rastrojo de maíz tiene habitualmente un contenido de celulosa de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso, un contenido de hemicelulosa de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso, y un contenido de lignina de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso. El rastrojo de maíz contiene habitualmente una parte de cenizas (por ejemplo, al menos aproximadamente un 3 % en peso, de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso, o de aproximadamente un 4 % en peso a aproximadamente un 8 % en peso). Una parte mayoritaria de la ceniza en el rastrojo de maíz es sílice. Por lo tanto, por ejemplo, el contenido de sílice del rastrojo de maíz es en general al menos aproximadamente un 1 % en peso o al menos un 5 % en peso, habitualmente de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso o de aproximadamente un 1 % en peso a un 5 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 3 % en peso a un 5 % en peso).

La paja de trigo tiene habitualmente un contenido de celulosa de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso, un contenido de hemicelulosa de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso, y un contenido de lignina de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso. La paja de trigo contiene habitualmente una parte de cenizas (por ejemplo, al menos aproximadamente un 3 % en peso, de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso, o de aproximadamente un 4 % en peso a aproximadamente un 8 % en peso). Una parte de la ceniza en la paja de trigo es sílice. Por lo tanto, por ejemplo, el contenido de sílice de la paja de trigo es en general al menos aproximadamente un 1 % en peso y habitualmente de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso.

A modo de ejemplo adicional, el pasto varilla tiene habitualmente un contenido de celulosa de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 38 % en peso, un contenido de hemicelulosa de aproximadamente un 22 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso, y un contenido de lignina de aproximadamente un 16 % en peso a aproximadamente un 22 % en peso. El pasto varilla también contiene habitualmente una parte minoritaria de cenizas (por ejemplo, de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 8 % en peso, o de aproximadamente un 4 % en peso a aproximadamente un 6 % en peso).

La biomasa leñosa, por ejemplo, tiene habitualmente un contenido de celulosa de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 55 % en peso, un contenido de hemicelulosa de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 35 % en peso, y un contenido de lignina de aproximadamente un 15 % en peso a

aproximadamente un 25 % en peso. La biomasa leñosa contiene habitualmente una parte muy minoritaria de cenizas (por ejemplo, menos de aproximadamente un 5 % en peso, menos de aproximadamente un 2 % en peso, de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 5 % en peso, o de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 2 % en peso). De forma similar, el contenido de sílice en la biomasa leñosa es en general muy bajo, aproximándose a cero en algunas especies. Por ejemplo, el contenido de sílice de la biomasa leñosa es en general menos de aproximadamente un 0,2 % en peso y habitualmente de aproximadamente un 0,01 % en peso a aproximadamente un 0,2 % en peso.

Diversos procedimientos para la producción de etanol a partir de biomasa lignocelulósica usan fuentes de celulosa que se han sometido a una o más operaciones previas al tratamiento que se detallan en el presente documento para descomponer el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina (es decir, el complejo) y proporcionar azúcares fermentables (por ejemplo, impregnación ácida seguida de tratamiento con vapor). Por ejemplo, el bagazo de caña de azúcar se procesa habitualmente para proporcionar una pasta que comprende materia prima de biomasa de la que se han retirado una parte sustancial de, si no básicamente todos, los componentes solubles. Estos tratamientos también pueden solubilizar la hemicelulosa, reduciendo de este modo el rendimiento de azúcares fermentables durante el procesamiento posterior. Además, el tratamiento previo del bagazo proporciona habitualmente un sustrato impregnado con humedad. Un sustrato impregnado con humedad impide la impregnación ácida (que se detalla en otra parte en el presente documento).

Los procedimientos de la presente invención son adecuados para el tratamiento de materia prima de biomasa antes de cualquier procesamiento que pudiera tener impacto en un procesamiento posterior con la finalidad de obtener azúcares fermentables y/o aumentar la biodisponibilidad de celulosa. Por lo tanto, la materia prima de biomasa tratada con los presentes procedimientos se puede denominar materia prima recogida en el campo o virgen. A diferencia de la materia prima sometida a un tratamiento previo (por ejemplo, bagazo de caña de azúcar) que se ha descrito anteriormente, los componentes solubles permanecen en la materia prima. Como se detalla en el presente documento, la hemicelulosa solubilizada proporciona azúcares fermentables que contribuyen al rendimiento de etanol. De ese modo, se pueden proporcionar rendimientos de azúcares fermentables y/o mejoras en la biodisponibilidad de celulosa máximos mediante los presentes procedimientos. En la materia prima recogida en el campo o virgen pueden estar presentes inhibidores de descomposición del complejo y/o de hidrólisis enzimática. Varias estrategias detalladas en el presente documento abordan estos problemas para minimizar básicamente, y preferentemente evitar, cualquier impacto en la descomposición del complejo y/o el rendimiento de azúcares fermentables.

Habitualmente, la biomasa lignocelulósica se proporciona para el procesamiento en su estado de almacenamiento y las propiedades precisas de la materia prima de biomasa no son estrictamente críticas. El contenido de humedad de la materia prima puede variar dependiendo de una diversidad de factores que incluyen, por ejemplo, la duración de almacenamiento antes del procesamiento. Por ejemplo, el rastrojo de maíz tiene habitualmente un contenido de humedad de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 20 % en peso o de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 15 % en peso, preferentemente menos de aproximadamente un 15 % en peso, e incluso más preferentemente menos de un 10 % en peso. Se debe entender que los contenidos de humedad que se proporcionan en el presente documento se refieren a la humedad tanto libre como enlazada. Si la materia prima proporcionada contiene un contenido de humedad relativamente alto (por ejemplo, mayor de un 20 % en peso, o mayor de aproximadamente un 25 % en peso), la materia prima se puede calentar antes de su uso para reducir su contenido de humedad. Sin embargo, son preferentes las materias primas que tienen un contenido de humedad dentro o por debajo de los intervalos indicados anteriormente. El calentamiento de la materia prima antes del procesamiento aumenta el coste del procedimiento. Además, los requisitos de energía de las operaciones de molienda (que se detallan en otra parte en el presente documento) aumentan del mismo modo a medida que aumenta el contenido de humedad de la materia prima.

Independientemente del contenido de humedad, si la materia prima se almacena a temperaturas relativamente bajas puede ser deseable calentar la materia prima antes del tratamiento. Por ejemplo, la cantidad de difusión de ácido en la materia prima disminuye al disminuir la temperatura, y calentar la materia prima relativamente fría a temperaturas que aseguran la suficiente difusión de ácido durante la impregnación ácida aumenta los costes de energía. En particular, durante los meses de invierno es en general preferente recalentar la materia prima de biomasa congelada para evitar el enfriamiento rápido del medio líquido ácido diluido después del contacto con la materia prima, lo que impide la difusión de ácido en la materia prima (por ejemplo, mediante la formación de una película ácida sobre la superficie de la materia prima). Además, se puede usar ácido relativamente caliente durante la impregnación ácida, pero en general no supera los problemas relacionados con la materia prima relativamente fría. El precalentamiento de la materia prima puede permitir una temperatura reducida del medio líquido ácido. Por lo tanto, en diversas realizaciones, la materia prima se puede calentar a temperaturas de hasta aproximadamente 40 °C, hasta aproximadamente 50 °C, o hasta aproximadamente 60 °C en un ambiente que comprende un gas que contiene oxígeno (por ejemplo, aire o gas residual tal como gas de escape de una caldera) para reducir el contenido de humedad y/o aumentar la temperatura de la materia prima, por ejemplo, a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 60 °C.

En general, la materia prima (molida como se describe en el presente documento o según se suministra para el procesamiento) contiene partículas de un tamaño en su mayor dimensión de menos de aproximadamente 6 cm (aproximadamente 2,5 pulgadas), menos de aproximadamente 5 cm (aproximadamente 2 pulgadas), menos de aproximadamente 4 cm (aproximadamente 1,5 pulgadas), o menos de aproximadamente 2,5 cm (aproximadamente 1 pulgada). Habitualmente, la materia prima contiene partículas de un tamaño de aproximadamente 0,01 cm (aproximadamente 0,004 pulgadas) a aproximadamente 6 cm (aproximadamente 2,4 pulgadas), de aproximadamente 0,1 cm (aproximadamente 0,04 pulgadas) a aproximadamente 5 cm (aproximadamente 2 pulgadas), o de aproximadamente 0,5 cm (aproximadamente 0,2 pulgadas) a aproximadamente 4 cm (aproximadamente 1,5 pulgadas).

Mientras que no es estrictamente crítico, el tamaño de la materia prima particulada puede tener impacto en el procesamiento. Por ejemplo, durante la impregnación ácida que se detalla en otra parte en el presente documento, una parte considerable de partículas relativamente grandes puede proporcionar un área superficial expuesta relativamente baja para el contacto ácido-biomasa. Por lo tanto, actualmente se cree que una fracción considerable de sólidos dentro de los intervalos preferentes indicados anteriormente promueve la impregnación del ácido en los sólidos. Si fuera necesario proporcionar sólidos dentro del intervalo o intervalos preferentes, la materia prima se puede triturar antes del procesamiento para proporcionar una materia prima de tamaño de partícula reducido y/o relativamente consistente (por ejemplo, que comprenda partículas dentro de los intervalos preferentes indicados anteriormente).

La Figura 1 representa una realización de un procedimiento, en particular, describe un procedimiento para, entre otros, la producción de etanol a partir de rastrojo de maíz (por ejemplo, rastrojo de maíz recogido en el campo, o virgen). La materia prima se puede tratar en una trituradora, molino de martillos u otro dispositivo de triturado adecuado conocido la técnica. Como se muestra en la Figura 1, el rastrojo de maíz 1 se introduce en un aparato de molienda 5 en el que se trata la materia prima para reducir el tamaño de partícula del material de materia prima y producir una materia prima molida 9. Si la materia prima se suministra en forma de balas, se retiran manual o mecánicamente las cuerdas o el envoltorio de la bala antes de la trituración. El envoltorio o las cuerdas de la bala se construyen habitualmente con polipropileno u otro material plástico que puede interferir con el procesamiento de la materia prima de biomasa.

De acuerdo con diversas realizaciones preferentes, las partículas de la materia prima molida se pueden describir mediante diversos parámetros de tamaño de partícula. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la materia prima molida comprende partículas de una distribución de tamaño tal que no más de aproximadamente un 40 % en peso, no más de aproximadamente un 30 % en peso, o no más de aproximadamente un 20 % en peso de las partículas de materia prima son retenidas por un Tamiz N° 10. Además o alternativamente, la materia prima molida adecuada para su uso en el procedimiento de la presente invención puede comprender partículas de una distribución de tamaño tal que al menos aproximadamente un 60 % en peso, al menos aproximadamente un 70 % en peso, o al menos aproximadamente un 80 % en peso de las partículas de materia prima son retenidas por un Tamiz N° 60.

Una parte o fracción considerable de partículas de materia prima relativamente finas puede ser indeseable debido a su impacto en el procesamiento de la materia prima. Por ejemplo, las partículas relativamente finas se pueden perder durante la filtración y el lavado de las partículas de materia prima, representando una pérdida de celulosa y/o hemicelulosa. Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, se retira una fracción de partículas de materia prima relativamente finas antes del procesamiento (es decir, la parte para impregnación ácida). Por ejemplo, se puede retirar de la materia prima antes del procesamiento una fracción de partículas de materia prima que comprende partículas que tienen un tamaño en su mayor dimensión de menos de aproximadamente 100 micrómetros. Las fracciones de partículas relativamente finas pueden incluir un contenido relativamente alto de cenizas (por ejemplo, hasta un 40 % en peso). Por lo tanto, la retirada de tal parte de la materia prima reduce del mismo modo la proporción de cenizas de la materia prima. Como se detalla en otra parte en el presente documento, la retirada de una fracción particulada fina proporciona una materia prima de biomasa limpia que exhibe una o más propiedades ventajosas en base al contenido reducido de cenizas. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, las materias primas de biomasa limpias proporcionan rendimientos ventajosos de azúcares fermentables durante el pretratamiento y/o la hidrólisis enzimática.

La molienda, o la trituración de la materia prima se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica. En diversas realizaciones, la operación de molienda o trituración se realiza como una operación de etapa individual. En tal realización, la materia prima (por ejemplo, balas sin cuerdas de materia prima de biomasa) se introduce en un aparato de molienda adecuado para proporcionar una materia prima molida de las propiedades deseadas. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, las operaciones de molienda adecuadas comprenden triturar la materia prima mediante su paso a través de un tamiz que tiene aperturas de un tamaño que varía de aproximadamente 1,25 cm (aproximadamente 0,5 pulgadas) a aproximadamente 4 cm (aproximadamente 1,5 pulgadas) (por ejemplo, aproximadamente 2,5 cm (aproximadamente 1 pulgada)).

Se ha observado que, en general, la molienda en una etapa de la materia prima proporciona materia prima de distribuciones adecuadas de tamaño de partícula. Sin embargo, tales procedimientos pueden adolecer de una o más desventajas. Por ejemplo, el desgaste de los tamices se puede acelerar debido a la falta de retirada de

contaminantes (por ejemplo, rocas, metales, y otros contaminantes presentes en la materia prima virgen) antes del paso de la materia prima sobre los tamices. Mientras que las distribuciones de tamaño de partícula proporcionadas por la molienda en una etapa son en general adecuadas, las distribuciones pueden ser más amplias que las que proporcionan otros procedimientos. En diversas realizaciones preferentes distintas, la molienda de la materia prima se realiza a través de procedimientos en dos etapas. En tales procedimientos, la materia prima (por ejemplo, balas sin cuerdas de materia prima) se somete en primer lugar a una reducción de tamaño relativamente basta y se pasa por los tamices con la finalidad principal de retirar las partículas más grandes (incluyendo los contaminantes) de la materia prima. Los tamices adecuados para la primera etapa de la operación de molienda en dos etapas comprenden habitualmente aperturas de un tamaño de aproximadamente 8 cm (aproximadamente 3 pulgadas) a aproximadamente 12,5 cm (aproximadamente 5 pulgadas). La segunda etapa usa tamices más pequeños con la finalidad de aislar y recuperar partículas de materia prima dentro de la distribución de tamaño de partícula deseada incluyendo, por ejemplo, los tamices que se han descrito anteriormente con respecto a la molienda en una etapa. En la actualidad se cree que la molienda en dos etapas comprende la retirada de las partículas más grandes antes de que la molienda final proporcione la recuperación de la materia prima molida que no solamente tiene la distribución deseada de tamaño de partícula sino que tiene una distribución de tamaño de partícula más reducida que la que se tiene en el procedimiento de etapa única. Sin embargo, esta ventaja puede quedar contrarrestada por el aumento de coste asociado con el procesamiento adicional. El experto en la materia puede seleccionar un protocolo de molienda apropiado en base a, por ejemplo, las propiedades de la materia prima virgen, o sin tratar y las propiedades deseadas de la materia prima molida.

Independientemente de si se usa una operación de molienda en una etapa o en dos etapas, se pueden retirar los contaminantes (por ejemplo, rocas y/o metales) de la materia prima mediante el paso de la materia prima sobre imanes durante, entre, o después de las operaciones de molienda. Por ejemplo, en las realizaciones en las que se usa una operación de molienda en dos etapas, la materia prima se pasa sobre imanes entre las operaciones de molienda.

En diversas realizaciones, la materia prima (por ejemplo, rastrojo de maíz molido) se puede someter a una operación de limpieza antes del tratamiento adicional para retirar diversas impurezas y contaminantes (por ejemplo, rocas, suciedad, arena, y materiales no deseados) y partículas de materia prima de un tamaño deseado. La limpieza de la materia prima molida se realiza en general como se conoce en la técnica incluyendo, por ejemplo, mediante un procedimiento que comprende el paso de la materia prima por un tamiz adecuado que separa a las partículas deseadas y no deseadas. Habitualmente, las partículas deseadas y no deseadas se separan mediante vibración y/o agitación del tamiz. También se pueden retirar los contaminantes (por ejemplo, contaminantes ferrosos) y las partículas de gran tamaño y finas mediante separación magnética. Los contaminantes también se pueden retirar de la materia prima por contacto con un flujo de aire adecuado (es decir, clasificación por aire) y/o contacto con un medio de lavado adecuado (por ejemplo, agua). Se ha observado que el lavado con agua de la materia prima es eficaz para la retirada de diversas impurezas (por ejemplo, tierra y arena). Sin embargo, el lavado con agua puede ser indeseable dado que proporciona una materia prima pretratada relativamente húmeda para la impregnación ácida, que puede ser indeseada debido a que puede impedir la dispersión del ácido en la materia prima. De nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima molida 9 se introduce en un recipiente 13 para formar una corriente de vapor 17 y materia prima molida y limpia 21. En diversas realizaciones preferentes, los contaminantes se retiran usando una combinación de uno o más de los procedimientos indicados anteriormente (por ejemplo, clasificación por aire y separación magnética).

De acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1, el rastrojo de maíz molido y limpio 21 tiene un contenido total de sólidos de al menos aproximadamente un 70 % en peso, o al menos aproximadamente un 80 % en peso (por ejemplo, aproximadamente un 90 % en peso). En general, el rastrojo de maíz molido y limpio se almacena y/o procesa en condiciones ambientales de relativamente suaves a templadas (por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 20 °C y presión atmosférica).

En general, con referencia al procedimiento que se representa en la Figura 1, la parte sólida de la materia prima limpia y molida comprende habitualmente una fracción considerable de azúcares que incluyen, por ejemplo, diversos polisacáridos tales como glucano, xilano, arabinano, manano, y galactano, diversos monosacáridos tales como xilosa y glucosa, y las combinaciones de los mismos. Por ejemplo, en diversas realizaciones, el contenido total de glucano del rastrojo de maíz molido y limpio es habitualmente de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 35 % en peso a aproximadamente un 42 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 37 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso. En estas y diversas realizaciones distintas, el contenido total de xilano del rastrojo de maíz molido y limpio es habitualmente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 25 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 25 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 18 a aproximadamente un 22 % en peso. Además o alternativamente, el contenido de arabinano del rastrojo de maíz molido y limpio es habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 5 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 4,0 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 2,5 a aproximadamente un 3,5 % en peso.

El contenido de lignina del rastrojo de maíz molido y limpio es habitualmente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 25 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 25 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 18 a aproximadamente un 23 % en peso.

- 5 La parte de ceniza del rastrojo de maíz molido y limpio constituye habitualmente de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 8 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 6 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 4 a aproximadamente un 5 % en peso del rastrojo de maíz molido y limpio. El rastrojo de maíz limpio y molido también comprende habitualmente proporciones minoritarias (por ejemplo, de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 12 % en peso, o
- 10 aproximadamente un 8 % en peso) de diversos componentes distintos (por ejemplo, acetato, ácido urónico, y proteínas).

II. Pretratamiento

- Diversos procedimientos para obtener azúcares fermentables (por ejemplo, glucosa) a partir de biomasa lignocelulósica incluyen hidrólisis ácida usando ácidos relativamente concentrados (por ejemplo, ácidos que tienen un contenido ácido de hasta un 70 % en peso, o mayor) para disolver e hidrolizar el componente de celulosa de la biomasa en glucosa. Estos procedimientos proporcionan habitualmente rendimientos de glucosa adecuados, pero en general adolecen de una o más desventajas. Por ejemplo, los ácidos concentrados requieren el uso de equipo especializado y del control preciso de la humedad en el sistema. Además, los azúcares producidos a través de hidrólisis catalizada por ácidos a menudo se degradan por las condiciones de hidrólisis relativamente severas. Por
- 20 ejemplo, la celulosa se puede hidrolizar en última instancia para producir hidroximetil furfural en lugar de glucosa, que además se puede degradar para producir ácido levulínico o ácido fórmico. Además, la xilosa producida por hidrólisis de la hemicelulosa se puede degradar para producir furfural, alquitranes y diversos productos de degradación distintos (por ejemplo, compuestos de condensación asociados con y/o derivados de la lignina).

- Para evitar una o más de estas desventajas, se han desarrollado procedimientos de pretratamiento que usan un ácido relativamente diluido (por ejemplo, un medio líquido ácido que contiene menos de un 5 % en peso de ácido). En lugar de la hidrólisis de la celulosa y/o la hemicelulosa para producir azúcares fermentables, la finalidad principal del tratamiento con ácido diluido (a menudo denominado en el presente documento impregnación ácida, o pretratamiento) es la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática posterior que produce azúcares fermentables. Por ejemplo, como se detalla en otra parte en el presente documento, los protocolos de pretratamiento que combinan un tratamiento con ácido diluido y un tratamiento de la materia prima impregnada con ácido a temperatura y presión elevadas (denominado en otra parte en el presente documento tratamiento con vapor, o explosión de vapor) degradan, o descomponen el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina de la biomasa. De ese modo, la celulosa es más susceptible a la hidrólisis enzimática para producir azúcares fermentables. El aumento de la susceptibilidad de la celulosa para la hidrólisis enzimática se denomina en general en el presente documento aumento de biodisponibilidad o digestibilidad de la celulosa. Tales protocolos de pretratamiento también resultan habitualmente en la solubilización de al menos una parte (por ejemplo, hasta o que excede de un 50 %) de la hemicelulosa. La solubilización de la hemicelulosa aumenta la disponibilidad de la celulosa para las enzimas celulasa y proporciona hemicelulosa que se puede hidrolizar para producir azúcares fermentables. Una ventaja adicional del aumento de biodisponibilidad de la celulosa es la reducción de la proporción de enzimas celulasa requerida para proporcionar rendimientos adecuados de azúcares fermentables derivados de celulosa.
- 40

A. Impregnación ácida

- De nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima molida y limpia (rastrojo de maíz) 21 se introduce en un recipiente de impregnación ácida 25. El ácido 29 introducido en el recipiente de impregnación ácida 25 comprende habitualmente un ácido seleccionado entre el grupo que consiste en ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido sulfuroso, dióxido de azufre, ácido nítrico, y las combinaciones de los mismos. Como se ha indicado, la finalidad principal de la impregnación ácida es la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. Es decir, la finalidad principal de la impregnación ácida es aumentar la biodisponibilidad de la materia prima, en lugar de la hidrólisis de la celulosa y/o la hemicelulosa para producir azúcares fermentables. Por lo tanto, el ácido 29 está habitualmente en forma de un ácido relativamente diluido. Más particularmente, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1, el ácido 29 está habitualmente en forma de un medio líquido ácido que tiene una concentración de ácido de menos de aproximadamente un 5 % en peso, menos de aproximadamente un 4 % en peso, o menos de aproximadamente un 3 % en peso. Por ejemplo, el rastrojo de maíz limpio y molido se pone en contacto habitualmente con un medio líquido ácido que incluye un ácido con una concentración de aproximadamente un 0,2 % en peso a aproximadamente un 4,5 % en peso, preferentemente de aproximadamente un 0,7 % en peso a aproximadamente un 3,5 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente un 1,0 % en peso a aproximadamente un 3,0 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 2,0 % en peso a aproximadamente un 2,5 % en peso). Independientemente de la composición precisa del medio líquido ácido, la materia prima de biomasa se pone en contacto habitualmente con (es decir, la captación de ácido por la materia prima) al menos aproximadamente 0,005 kg de ácido (por ejemplo, H₂SO₄ o HCl) (en base al peso de ácido) por kg de materia prima (en base al peso en seco), o al menos aproximadamente 0,01 kg de ácido por kg de materia prima. Preferentemente, la captación de ácido por la materia prima es de aproximadamente 0,01 kg a
- 60

aproximadamente 0,05 kg de ácido por kg de materia prima, más preferentemente de aproximadamente 0,02 kg a aproximadamente 0,04 kg de ácido por kg de materia prima y, aún más preferentemente, de aproximadamente 0,02 kg a aproximadamente 0,03 kg de ácido por kg de materia prima. El contenido de sólidos de la biomasa impregnada con ácido varía en general entre un 25 % en peso y un 50 % en peso, o de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso.

La configuración precisa del recipiente de impregnación ácida 25 no es estrictamente crítica y se puede seleccionar fácilmente entre aparatos adecuados conocidos en la técnica. Por ejemplo, la impregnación ácida que se detalla en el presente documento se puede realizar en un reactor discontinuo (por ejemplo, un reactor de tanque agitado), o en una mezcladora discontinua (por ejemplo, una mezcladora de circulación forzada, una mezcladora de palas, una mezcladora de cinta), o se puede realizar en un recipiente adecuado para la operación continua (por ejemplo, un reactor de tanque agitado continuo o un reactor de lecho fluido), o una mezcladora continua (por ejemplo, una mezcladora de circulación forzada, una mezcladora de palas, una mezcladora de cinta, una mezcladora de tornillo).

La temperatura del ácido 29 introducido en el recipiente de impregnación ácida 25 y/o la mezcla de materia prima de biomasa y el ácido es en general al menos aproximadamente 30 °C, al menos aproximadamente 40 °C, o al menos aproximadamente 50 °C. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la temperatura del ácido es de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 95 °C, o de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 75 °C.

El tiempo de contacto para el contacto de la materia prima de biomasa y el ácido por pulverización o remojo es habitualmente de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 15 minutos, más habitualmente de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 10 minutos y, más habitualmente, de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 6 minutos. Para el contacto por pulverización, antes del procesamiento adicional, el rastrojo de maíz pulverizado con ácido se mantiene habitualmente en un depósito aislado o con una camisa calentada de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 60 minutos, de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 45 minutos, o de aproximadamente 15 minutos a aproximadamente 30 minutos. En el caso de materia prima puesta en contacto con el ácido por remojo, el tiempo de contacto está seguido habitualmente por una etapa de drenaje y deshidratación para retirar el exceso de solución ácida y proporcionar una materia prima impregnada con ácido con un contenido adecuado de sólidos (por ejemplo, de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 65 % en peso) para su introducción en el reactor de pretratamiento.

El flujo total de rastrojo de maíz molido y limpio que se puede tratar mediante los procedimientos de la presente intervención y, en particular, el procedimiento que se representa en la Figura 1, no es estrictamente crítico. El flujo total de rastrojo de maíz molido y limpio depende de una diversidad de factores que incluyen, por ejemplo, la densidad aparente de la materia prima y el factor de llenado del reactor deseado. En general, el flujo total de rastrojo de maíz molido y limpio 21 introducido en el recipiente de impregnación ácida (por ejemplo, un recipiente de impregnación por pulverización continua de ácido) es de aproximadamente 0,09 - 0,40 kg/s-m³ (20 a aproximadamente 90 libras por hora-ft³ de volumen de reactor (lb/h-ft³ de volumen de reactor)), de aproximadamente 0,13 - 0,31 kg/s-m³ (30 a aproximadamente 70 lb/h-ft³ de volumen de reactor), o de aproximadamente 0,18 - 0,27 kg/s-m³ (40 a aproximadamente 60 lb/h-ft³ de volumen de reactor). Dependiendo de diversos factores que incluyen, por ejemplo, la composición del medio líquido ácido y/o la materia prima limpia y molida, la proporción total de medio líquido ácido introducido en el recipiente de impregnación ácida es en general de aproximadamente 0,13 - 0,27 kg/s-m³ (30 a aproximadamente 60 libras por hora-ft³ de volumen de reactor (lb/h-ft³ de volumen de reactor)), o de aproximadamente 0,18 - 0,22 kg/s-m³ (40 a aproximadamente 50 lb/h-ft³ de volumen de reactor). Se debe entender que las cantidades de introducción de materia prima y/o medio líquido ácido usadas en el procedimiento de la presente invención no son estrictamente críticas. Estos flujos se proporcionan para indicar en general flujos adecuados, pero actualmente se cree que los procedimientos de la presente invención son adecuados del mismo modo para procedimientos que usan proporciones de materia prima fuera de los intervalos especificados.

En el caso del contacto de la materia prima y el ácido por remojo, el contenido total de sólidos en el recipiente de impregnación ácida depende en general de varios factores que incluyen, por ejemplo, la composición del medio líquido ácido, la composición de la materia prima limpia y molida, y/o la distribución de tamaño de partícula de la materia prima, pero es en general de aproximadamente un 4 % en peso a aproximadamente un 12 % en peso, de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso, o de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso.

El contacto de la materia prima de biomasa y el medio líquido ácido proporciona una materia prima impregnada con ácido 33 en forma de una suspensión que comprende sólidos de biomasa dispersados en el medio líquido ácido. En general, la temperatura del rastrojo de maíz impregnado con ácido alcanza aproximadamente la temperatura del medio líquido ácido puesto en contacto con el rastrojo de maíz. Es decir, la temperatura del rastrojo de maíz impregnado con ácido es habitualmente de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 95 °C, o de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 80 °C (por ejemplo, aproximadamente 60 °C). Además, el pH del rastrojo de maíz impregnado con ácido es preferentemente menos de aproximadamente 4, menos de aproximadamente 3, o menos de aproximadamente 2 (por ejemplo, aproximadamente 1).

Como se ha indicado, en lugar de la preparación de azúcares fermentables, la finalidad principal de la impregnación ácida es aumentar la biodisponibilidad, o pretratabilidad de la materia prima. Por lo tanto, la composición de la

materia prima impregnada con ácido corresponde en general con la composición de la materia prima molida y limpia, ajustada en base a la presencia del medio líquido ácido dispersado en la materia prima. Por ejemplo, la materia prima impregnada con ácido 33 tiene en general un contenido total de sólidos de al menos aproximadamente un 25 % en peso, o al menos aproximadamente un 30 % en peso (por ejemplo, al menos aproximadamente un 35 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o al menos aproximadamente un 45 % en peso). Habitualmente, el contenido de sólidos de la materia prima impregnada con ácido es de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 70 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 55 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 50 % en peso.

Habitualmente, el contenido total de glucano de la materia prima impregnada con ácido (por ejemplo, rastrojo de maíz) es de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 50 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 45 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 40 % en peso. En estas y diversas realizaciones diferentes, el contenido total de xilano es habitualmente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 35 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 30 % en peso y, aún más habitualmente de aproximadamente un 20 a aproximadamente un 25 % en peso. Además o alternativamente, el contenido de arabinano de la materia prima impregnada con ácido es habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 5 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 4 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 3,5 % en peso.

El contenido de lignina de la materia prima impregnada con ácido (por ejemplo, rastrojo de maíz) es habitualmente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 25 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 25 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 22 % en peso.

La parte de ceniza de la materia prima impregnada con ácido 33 constituye habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 8 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 8 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 6 % en peso de la materia prima molida y limpia (por ejemplo, rastrojo de maíz). La materia prima impregnada con ácido también comprende habitualmente proporciones minoritarias de diversos componentes distintos (por ejemplo, de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 6 % en peso o de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 4 % en peso de proteínas, de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 4 % en peso de compuestos de acetilo, y de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 4 % en peso de ácidos urónicos).

Como se detalla posteriormente, los sólidos de biomasa se pueden poner en contacto por remojo en el medio líquido ácido o por pulverización del medio líquido sobre la materia prima. Cada forma de contacto del ácido diluido y la materia prima proporciona una impregnación adecuada. Pero dependiendo de la forma de contacto usada, se pueden emplear diversas estrategias para promover la dispersión del ácido en la materia prima. Por ejemplo, como se detalla posteriormente, cuando el ácido se pulveriza sobre la materia prima, se puede emplear agitación o mezcla para promover la dispersión del ácido en la materia prima.

1. Remojo

Para el remojo de la materia prima de biomasa, se selecciona habitualmente una proporción apropiada de medio líquido ácido que tiene una relación de concentración de ácido y/o proporciona ácido con respecto a los sólidos de biomasa como se ha indicado anteriormente. La cantidad de medio líquido usado se puede seleccionar fácilmente por un experto en la materia dependiendo de la concentración de ácido, la cantidad de materia prima que se va a tratar, etc. Por ejemplo, la materia prima y el ácido se ponen en contacto habitualmente por remojo de la materia prima en al menos aproximadamente 10 kg de medio líquido ácido por kg de materia prima, o al menos aproximadamente 15 kg de medio líquido ácido por kg de materia prima. El uso de una proporción relativamente alta de medio líquido ácido puede permitir el uso de ácidos diluidos incluyendo ácidos con concentraciones en o cercanas a los límites inferiores de concentración de ácido indicados anteriormente (por ejemplo, aproximadamente un 1,0 % en peso) habida cuenta de la proporción relativamente alta de medio líquido puesto en contacto con la materia prima.

El remojo de la materia prima se produce en general durante un tiempo que promueve una dispersión suficiente del ácido en los sólidos de la materia prima de biomasa. La duración del remojo se puede seleccionar en general basándose en las propiedades de la materia prima, el contenido de ácido deseado de la suspensión resultante y/o el contenido de humedad de la suspensión resultante. Por ejemplo, el tiempo de mantenimiento de contacto por remojo (es decir, el tiempo de contacto entre la materia prima y el ácido antes de cualquier procesamiento adicional) es habitualmente al menos aproximadamente 1 minuto, al menos aproximadamente 5 minutos, o al menos aproximadamente 10 minutos (por ejemplo, al menos aproximadamente 15 minutos, al menos aproximadamente 20 minutos, o al menos aproximadamente 25 minutos). Mientras que se desea un tiempo de mantenimiento adecuado para promover la impregnación de la materia prima, puede comenzar a producirse la degradación de las fibras a medida que el tiempo de mantenimiento y la temperatura alcanzan ciertos límites. Como se usa en el presente documento, la degradación de las fibras de la materia prima se refiere en general a la disolución o hidrólisis de la

hemicelulosa, en lugar de a la descomposición del complejo celulosa-hemicelulosa-lignina. De ese modo, la degradación excesiva de fibras reduce los rendimientos de azúcares fermentables y/o las mejoras en la biodisponibilidad de celulosa y, por lo tanto, se minimiza preferentemente. En diversas realizaciones preferentes, el tiempo de mantenimiento para el contacto por remojo es habitualmente de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 60 minutos, más habitualmente de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 30 minutos y, aún más habitualmente, de aproximadamente 4 minutos a aproximadamente 20 minutos.

El remojo de la materia prima de biomasa puede proporcionar una suspensión de los sólidos de la materia prima en el medio líquido que tiene un contenido de humedad relativamente alto. Como se detalla en otra parte en el presente documento, en diversas realizaciones preferentes, el contenido de humedad de la materia prima impregnada con ácido es inferior a ciertos niveles, o está dentro de diversos intervalos preferentes. Habitualmente, la materia prima de biomasa remojada se deshidrata para reducir su contenido de humedad, si fuera necesario. Cuando se ponen en contacto la materia prima de biomasa y el ácido por remojo, la masa completa de la materia prima se sumerge preferentemente en el medio líquido ácido. La inmersión de la materia prima promueve el movimiento de la mayoría de la materia prima y/o el medio líquido para proporcionar un contacto dinámico y continuo de la materia prima y el medio líquido ácido. Para promover el contacto físico dinámico de la materia prima y el medio líquido ácido, la suspensión materia prima/medio líquido ácido se agita habitualmente y, preferentemente, se agita de forma continua. La agitación se puede realizar usando aparatos convencionales conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, agitadores, mezcladoras, y cintas transportadoras mezcladoras, dependiendo del recipiente de impregnación ácida que se va a usar.

2. Pulverización

Como se ha indicado, la materia prima y el ácido también se pueden poner en contacto por pulverización del medio líquido ácido sobre la materia prima de biomasa. La forma precisa de pulverizar no es estrictamente crítica y se realiza en general de acuerdo con medios conocidos en la técnica. En comparación con el remojo de la materia prima en un medio líquido ácido, se usan habitualmente proporciones reducidas de medio líquido ácido para el contacto de la materia prima y el líquido ácido por pulverización. De ese modo, se reduce el coste de materiales. Para compensar la reducción de la proporción de medio líquido, se pueden usar distintos enfoques para promover la dispersión del ácido en la materia prima.

Por ejemplo, la materia prima de biomasa se agita en general mientras se pulveriza el medio líquido ácido sobre la materia prima y/o después de completar la pulverización del medio líquido ácido sobre la materia prima. Más particularmente, la materia prima se agita para distribuir el medio líquido ácido en la materia prima y poner las partículas en contacto con otras partículas. En diversas realizaciones preferentes, la agitación proporciona un contacto mutuamente abrasivo de las partículas y la acción de frotamiento resultante entre las partículas promueve la distribución del medio líquido ácido en la materia prima. Habitualmente, la materia prima se agita durante un período de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 10 minutos y, más habitualmente, de aproximadamente 2 a aproximadamente 5 minutos. En ciertas realizaciones preferentes, la materia prima y el medio líquido ácido se ponen en contacto en un recipiente adecuado que comprende ejes de contrarrotación que proporcionan una agitación de la materia prima de modo que promueve la distribución del medio en la materia prima.

Como se detalla en otra parte en el presente documento, la materia prima impregnada con ácido exhibe preferentemente unos contenidos de humedad dentro de diversos intervalos preferentes (por ejemplo, menos de aproximadamente un 70 % en peso o menos de aproximadamente un 50 % en peso). El remojo de la biomasa proporciona habitualmente una suspensión que tiene un contenido de humedad que necesita deshidratación para conseguir tales contenidos de humedad preferidos a menudo. Por el contrario, la pulverización de ácido diluido se controla para preparar una materia prima impregnada con ácido que exhibe habitualmente un contenido de humedad después de finalizar la etapa de pulverización que entra dentro de estos intervalos preferentes, evitando de ese modo la necesidad de deshidratación. Por lo tanto, el contacto por pulverización puede ser preferente en diversas realizaciones.

Al igual que en el contacto por remojo, la materia prima de biomasa y el medio líquido ácido se ponen en contacto preferentemente durante un tiempo suficiente para dispersar adecuadamente el ácido en la materia prima. A menudo, la proporción reducida del medio líquido usada en el contacto por pulverización puede conducir a un aumento de los tiempos de contacto o de mantenimiento para la impregnación ácida. Por ejemplo, el tiempo de mantenimiento puede ser al menos aproximadamente 10 minutos, al menos aproximadamente 20 minutos, o al menos aproximadamente 40 minutos. Sin embargo, la proporción reducida del medio líquido ácido se compensa preferentemente mediante la agitación de la biomasa. Por lo tanto, el tiempo de mantenimiento para el contacto por pulverización es habitualmente no más de aproximadamente 60 minutos, más habitualmente no más de aproximadamente 40 minutos y, aún más habitualmente, no más de aproximadamente 20 minutos. En diversas realizaciones preferentes, el tiempo de mantenimiento es de aproximadamente 2 a aproximadamente 35 minutos, de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 minutos, o de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 minutos.

3. Agente humectante

Independientemente de su composición precisa (por ejemplo, contenido de humedad) o de su forma de contacto con la materia prima (por ejemplo, por remojo o pulverización), el medio líquido ácido puesto en contacto con la materia prima puede incluir un tensioactivo, o agente humectante, para promover la dispersión del ácido en la suspensión resultante de biomasa impregnada con ácido. Más particularmente, la inclusión de un tensioactivo o tensioactivos en el medio líquido ácido puede reducir la tensión superficial del medio líquido para promover la dispersión del medio líquido y del ácido contenido en el mismo en la materia prima de biomasa. Los tensioactivos adecuados son en general biodegradables y no tóxicos e incluyen en general tensioactivos disponibles en el mercado (por ejemplo, diversos tensioactivos aniónicos, catiónicos, y no iónicos). En base a la menor proporción de medio líquido ácido usado, a menudo es preferente el uso de un agente humectante durante la impregnación ácida en las realizaciones en las que la materia prima se pone en contacto con el medio líquido ácido por pulverización.

Tensioactivos aniónicos adecuados incluyen sales de sulfato de alquilo, sulfonatos de arilalquilo, sales de ácidos grasos, y las combinaciones de los mismos. Por ejemplo, tensioactivos aniónicos disponibles en el mercado incluyen, por ejemplo, DOWFAX y TRITON (Dow Chemicals), BIO-TERGE (Stepan), y OT-A (Cytec). Tensioactivos catiónicos adecuados incluyen sales de alquil amonio cuaternario que incluyen, por ejemplo, los tensioactivos disponibles en el mercado PRAEPAGEN (Clariant). Tensioactivos no iónicos adecuados incluyen etoxilatos de alcoholes (por ejemplo, óxidos de alquil polietileno), propoxilatos de alcoholes, etoxilatos-propoxilatos de alcoholes, alcoholes grasos, y las combinaciones de los mismos. Tensioactivos no iónicos disponibles en el mercado incluyen, por ejemplo, TERGITOL 15-S-12 y TRITON DF-16 (Dow Chemicals), SILWET L-77 (Helena Chemical Co.), y Activator 90 (Loveland Products, Inc.). En diversas realizaciones, son preferentes los tensioactivos no iónicos ya que su rendimiento en general no se ve afectado por la presencia de un medio líquido ácido.

Además de los tensioactivos indicados anteriormente, los humectantes adecuados incluyen diversos alcoholes tales como, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, y butanol. De forma ventajosa, se pueden generar alcoholes adecuados para su uso como tensioactivos en otra parte en el procedimiento y reciclarse en el recipiente de impregnación ácida.

Además o alternativamente, en diversas realizaciones preferentes la materia prima de biomasa y el tensioactivo se pueden poner en contacto antes del contacto de la materia prima y el ácido. Por ejemplo, la materia prima (opcionalmente sometida a la operación de molienda y/o limpieza) se puede poner en contacto con una cantidad de agente humectante antes de la impregnación ácida. La materia prima se puede poner en contacto con el agente humectante por remojo de la materia prima en una proporción adecuada de agente humectante o de medio líquido que comprende una proporción adecuada de agente humectante. Preferentemente, la materia prima y el agente humectante se ponen en contacto por pulverización sobre la materia prima de una proporción adecuada de agente humectante o de un medio líquido que comprende el agente humectante. Aunque el contacto de la materia prima y el agente humectante dispersa el agente humectante en la materia prima, la dispersión del agente humectante en la materia prima se produce principalmente durante la dispersión del ácido en la materia prima durante la impregnación ácida.

4. Calentamiento durante la impregnación ácida

En diversas realizaciones, se emplea calentamiento durante el contacto de la materia prima de biomasa y el ácido diluido para promover la dispersión del ácido en la suspensión resultante de biomasa impregnada con ácido. Habitualmente, cualquier calentamiento con esta finalidad involucra el calentamiento de la materia prima de biomasa/mezcla ácida diluida a temperaturas de al menos aproximadamente 10 °C, al menos aproximadamente 20 °C, o al menos aproximadamente 40 °C. Sin embargo, preferentemente, no se produce la solubilización del componente de hemicelulosa de la materia prima de biomasa en ningún grado considerable durante la impregnación ácida sino que, por el contrario, se produce preferentemente durante el procesamiento posterior (por ejemplo, el pretratamiento con vapor y/o la hidrólisis enzimática como se detalla en otra parte en el presente documento). Por lo tanto, la temperatura durante la impregnación ácida y cualquier calentamiento de la materia prima de biomasa y el ácido diluido asociado con la misma se controla preferentemente para minimizar, y preferentemente evitar, la solubilización de la hemicelulosa. En base a lo expuesto anteriormente, las temperaturas de impregnación ácida (y cualquier calentamiento asociado, se mantienen preferentemente en no más de aproximadamente 100 °C, no más de aproximadamente 90 °C, o no más de aproximadamente 80 °C. De ese modo, de acuerdo con lo expuesto anteriormente, la temperatura durante la impregnación ácida es preferentemente de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 100 °C, más preferentemente de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 90 °C y, aún más preferentemente, de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 80 °C.

Además de contribuir a la solubilización de la hemicelulosa, el contacto de la materia prima con humedad antes del contacto con ácido puede ser indeseable dado que la humedad se puede dispersar en la materia prima e inhibir la dispersión de ácido en la materia prima de biomasa y/o resultar en una dispersión de ácido relativamente irregular en la materia prima de biomasa. De ese modo, de acuerdo con las realizaciones en las que la materia prima se calienta durante la impregnación ácida, la materia prima se calienta en presencia de un entorno de humedad relativamente baja. En general, la materia prima se calienta en presencia de un entorno que tiene una humedad relativa de menos de aproximadamente un 100 %, o menos de aproximadamente un 80 %. De acuerdo con diversas realizaciones

preferentes, la materia prima se calienta en presencia de aire calentado a una temperatura de al menos aproximadamente 20 °C, o al menos aproximadamente 40 °C. La materia prima también se puede calentar por contacto con un gas de escape a tales temperaturas.

5. Exposición al vapor previa a la impregnación ácida

5 Aunque se desea en ciertas situaciones que incluyen, por ejemplo, cuando la materia prima de biomasa entrante se almacena a temperaturas relativamente bajas tal como durante los meses de invierno, a menudo no se desea el calentamiento de la materia prima de biomasa ya que aumenta los costes de energía y operación. De ese modo, en lugar del calentamiento, en diversas realizaciones, la materia prima de biomasa se pone en contacto con vapor antes del contacto con ácido. Es decir, en diversas realizaciones preferentes se somete a una operación previa de exposición al vapor antes de la impregnación ácida. La exposición previa al vapor de la materia prima de biomasa proporciona diversas ventajas. Por ejemplo, la exposición previa al vapor retira regiones de la materia prima de biomasa compuestas fundamentalmente por pequeñas bolsas de aire que durante la impregnación ácida proporcionarían captación de ácido, pero no contribuirían a la captación de ácido por parte de las partículas de materia prima. La inyección de vapor en la materia prima retira las partes aerificadas de la materia prima y las regiones de materia prima que contienen vapor se retiran cuando la materia prima infundida con vapor se pone en contacto con el medio líquido ácido. La retirada de estas pequeñas bolsas de vapor después del contacto de la estructura de materia prima con el medio líquido ácido causa que la materia prima se colapse y proporcione una materia prima con una retirada de una parte considerable, y preferentemente cercana a la totalidad, de las pequeñas bolsas de aire que no contribuyen a una impregnación ácida eficaz. De ese modo, la exposición previa al vapor proporciona una materia prima de biomasa que promueve una impregnación ácida más eficaz por retirada de las regiones en la masa de materia prima de biomasa que no contribuyen a la captación de ácido por parte de las partículas de materia prima. La exposición previa al vapor también permite el uso de un medio líquido ácido a menores temperaturas en comparación con el medio líquido usado habitualmente en relación con materias primas que no se han sometido a una exposición previa al vapor. La exposición previa al vapor se puede realizar de acuerdo con procedimientos y usando aparatos conocidos en general en la técnica incluyendo, por ejemplo, como se describe en los documentos de Patente de Estados Unidos con números 3.383.277 y 4.746.404, la totalidad de los contenidos de los cuales se incorpora por referencia a todos los efectos.

En general, durante la exposición previa al vapor, la materia prima de biomasa se pone en contacto con el vapor en un recipiente o reactor adecuado. Habitualmente, la materia prima de biomasa se pone en contacto con vapor introducido en el recipiente a una presión manométrica de vapor de aproximadamente 34,5 kPa (5 psig) y una temperatura de vapor de aproximadamente 110 °C, una presión manométrica de vapor de aproximadamente 69,0 kPa (10 psig) y una temperatura de vapor de aproximadamente 115 °C, o una presión manométrica de vapor de aproximadamente 103,5 kPa (15 psig) y una temperatura del vapor de aproximadamente 120 °C. Habitualmente, la materia prima de biomasa se pone en contacto con vapor a una temperatura de aproximadamente 100 a aproximadamente 130 °C, de aproximadamente 100 a aproximadamente 120 °C, o de aproximadamente 100 a aproximadamente 114 °C. En general, el vapor se introduce en el recipiente en una cantidad de al menos aproximadamente 10 kg/hora, o de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 kg/hora. Aunque no es estrictamente crítico, la exposición previa al vapor se realiza en general durante un tiempo de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 minutos, o de aproximadamente 10 a aproximadamente 20 minutos. En diversas realizaciones, se puede introducir una parte minoritaria de ácido diluido en el recipiente de exposición previa al vapor. Por ejemplo, se puede introducir en el recipiente de exposición previa al vapor un medio líquido ácido que contiene ácido con una concentración de menos de aproximadamente un 3 % en peso, menos de aproximadamente un 2 % en peso, menos de aproximadamente un 1 % en peso, o menos de aproximadamente un 0,5 % en peso. La proporción total de medio líquido ácido no es estrictamente crítica y depende en general de la forma de contacto entre la materia prima y el medio líquido ácido. Por ejemplo, el medio líquido ácido y la materia prima pueden ponerse en contacto con una proporción de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 15 g de medio líquido ácido por gramo de materia prima introducida en el recipiente de exposición previa al vapor.

6. Retirada de ceniza

50 Mientras que se ha descubierto que la impregnación ácida de acuerdo con la descripción precedente impregna adecuadamente la materia prima, se pueden emplear diversos tratamientos antes de la impregnación para mejorar la eficacia de esta operación. Por ejemplo, la ceniza presente en la materia prima puede consumir el ácido (por ejemplo, por reacción para formar sales) y, de ese modo, reducir la impregnación del ácido en la materia prima. A medida que la proporción de ceniza se aproxima y/o excede los límites superiores de concentración de ceniza indicados anteriormente, puede ser preferente la retirada de ceniza antes de la impregnación ácida. La retirada de ceniza de la materia prima se puede realizar, por ejemplo, por lavado de la materia prima impregnada con ácido como se detalla en otra parte en el presente documento, o pasando la materia prima por un tamiz adecuado para la retirada de las partículas finas y sueltas (por ejemplo, suciedad).

En general, la parte de ceniza de la materia prima de biomasa incluye diversos componentes tales como sílice, componentes que contienen calcio, componentes que contienen magnesio, componentes que contienen sodio, componentes que contienen potasio, componentes que contienen fósforo, componentes que contienen aluminio, y las combinaciones de los mismos. Habitualmente, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa es de

aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso o de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso para la biomasa no leñosa, o de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 5 % en peso o de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 2 % en peso para la biomasa leñosa. El contenido de ceniza de la materia prima de biomasa incluye en general una fracción soluble en ácido y una fracción insoluble en ácido. La fracción de ceniza insoluble en ácido comprende en general sílice. Habitualmente, la sílice constituye la parte mayoritaria de la fracción insoluble y habitualmente constituye al menos aproximadamente un 1 % en peso, o al menos aproximadamente un 3 % en peso de la materia prima de biomasa. En general, la fracción de ceniza soluble en ácido constituye al menos aproximadamente un 30 % en peso, o al menos aproximadamente un 40 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso de la ceniza de la materia prima). La fracción de ceniza insoluble en ácido constituye habitualmente al menos aproximadamente un 50 % en peso, o al menos aproximadamente un 60 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 60 % en peso de la ceniza de la materia prima).

Por ejemplo, el rastrojo de maíz tiene habitualmente un contenido de ceniza de al menos aproximadamente un 3 % en peso o de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso. Además o alternativamente, el rastrojo de maíz tiene habitualmente un contenido de sílice de al menos aproximadamente un 1 % en peso, al menos aproximadamente un 3 % en peso, o al menos aproximadamente un 5 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso o de aproximadamente un 1 % en peso a un 5 % en peso, o de aproximadamente un 3 % en peso a un 5 % en peso). En general, la fracción de ceniza soluble en ácido del rastrojo de maíz constituye de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 45 % en peso de la ceniza y la fracción de ceniza insoluble en ácido constituye de aproximadamente un 55 % en peso a aproximadamente un 65 % en peso de la ceniza de la materia prima.

La paja de trigo tiene habitualmente un contenido de ceniza de al menos un 3 % en peso o de aproximadamente un 3 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso. Además o alternativamente, la paja de trigo tiene habitualmente un contenido de sílice de al menos aproximadamente un 1 % en peso, de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso o de aproximadamente un 1 % en peso a un 5 % en peso. En general, la fracción de ceniza soluble en ácido de la paja de trigo constituye de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 45 % en peso de la ceniza y la fracción de ceniza insoluble en ácido constituye de aproximadamente un 55 % en peso a aproximadamente un 65 % en peso de la ceniza de la materia prima.

Las materias primas de biomasa leñosa tienen en general un contenido de ceniza de menos de aproximadamente un 5 % en peso o menos de aproximadamente un 2 % en peso. Habitualmente, las materias primas de biomasa leñosa tienen un contenido de ceniza de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 5 % en peso o más habitualmente de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 2 % en peso. En general, las materias primas de biomasa leñosa tienen un contenido de sílice de menos de aproximadamente un 0,2 % en peso o de aproximadamente un 0,01 % en peso a aproximadamente un 0,2 % en peso.

7. Limpieza en seco

Como se ha indicado, la parte de ceniza de las materias primas de biomasa usadas de acuerdo con la presente invención incluyen habitualmente uno o más componentes inorgánicos tales como, por ejemplo, sílice, componentes que contienen calcio, componentes que contienen magnesio, componentes que contienen sodio, componentes que contienen potasio, componentes que contienen fósforo, componentes que contienen aluminio, y las combinaciones de los mismos. Estos componentes inorgánicos pueden interferir con la impregnación ácida que tiene la finalidad de la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. Más particularmente, estos componentes pueden reaccionar con y/o neutralizar el ácido usado en la impregnación ácida, haciendo de ese modo que al menos una parte del ácido puesto en contacto con la materia prima de biomasa sea considerablemente menos eficaz o incluso ineficaz para la impregnación ácida y la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. La compensación de la reducción en la eficacia del ácido para la impregnación puede requerir una carga adicional de ácido en la forma de un medio líquido ácido más concentrado y/o el uso de medio líquido ácido adicional en la etapa de impregnación ácida. El uso de un medio líquido ácido más concentrado es en general indeseado en base a preocupaciones de manipulación y/o el aumento del riesgo de corrosión del equipo. Del mismo modo, el uso de medio líquido ácido adicional suscita estas preocupaciones y además la generación de desechos líquidos adicionales que se deben manipular y eliminar. Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento para proporcionar una materia prima de biomasa en la que se haya retirado una parte considerable de la fracción de ceniza, evitando preferentemente de ese modo la necesidad de proporcionar ácido adicional a través del uso de un medio líquido ácido más concentrado y/o el uso de medio líquido ácido adicional.

Los componentes inorgánicos de la ceniza, tales como, por ejemplo, la sílice, también pueden afectar negativamente al equipamiento de procedimiento por aumento del desgaste, particularmente de las partes móviles. Por lo tanto, la retirada de una parte significativa considerable de ceniza también puede aumentar beneficiosamente la vida del equipamiento de procedimiento.

Se ha descubierto que se puede retirar una fracción considerable de la parte de ceniza de la materia prima de

biomasa mediante un procedimiento en el que se retiran diversas fracciones de la materia prima de biomasa antes de la impregnación ácida. En general, la retirada de ceniza de la materia prima de biomasa con la finalidad de mejorar la eficacia de la impregnación ácida incluye la retirada de una fracción particulada fina de la materia prima de biomasa antes de la impregnación ácida. Además, el procedimiento puede incluir la retirada de una fracción rica en contaminantes densos de la materia prima de biomasa. Esta fracción de contaminantes densos contiene diversos componentes que son indeseados dado que no contribuyen al rendimiento de azúcar fermentable y/o etanol y su presencia puede inhibir la preparación de la materia prima para la recuperación de azúcares fermentables y la recuperación de azúcares fermentables. La retirada de estas fracciones se realiza en general mediante una o más separaciones, o técnicas de clasificación. Como se usa en el presente documento, los términos "clasificado", "clasificar", o "clasificación" se refieren a cualquier operación que es capaz de separar los componentes sólidos de una materia prima de biomasa en dos o más fracciones que tienen diferentes intervalos de tamaño de partícula. Se pueden usar varias técnicas de clasificación de acuerdo con la presente invención. Por ejemplo, las técnicas de clasificación adecuadas incluyen técnicas de clasificación por aire, separación con tamices, filtración y sedimentación o por medio de un separador ciclónico. En diversas realizaciones preferentes que se detallan en el presente documento, la separación de los componentes sólidos de una materia prima de biomasa en dos o más fracciones que tienen diferentes intervalos de tamaño de partícula se realiza mediante clasificación por aire y/o separación con tamiz.

La retirada de la parte de ceniza de la materia prima de biomasa de acuerdo con la presente invención mediante una combinación de una o más operaciones de clasificación y/o tamizado se realiza en general en ausencia de la adición de humedad a la materia prima de biomasa mediante, por ejemplo, contacto de la materia prima de biomasa y cualquier fracción retirada de la misma con agua de lavado. Por lo tanto, los procedimientos para la retirada de la fracción de ceniza de la materia prima que se detallan en el presente documento se pueden denominar convenientemente procedimientos de "limpieza en seco". Evitar la adición de agua de lavado en esta fase del procedimiento proporciona numerosas ventajas. La fracción particulada fina de la materia prima de biomasa es rica en contenido de ceniza. Se conoce que los procedimientos de lavado con agua retiran particulados finos. Sin embargo, además de la retirada de la fracción particulada fina, el agua de lavado también disuelve una parte de los componentes solubles de la materia prima de biomasa incluyendo, por ejemplo, celulosa, hemicelulosa y almidones. La retirada de estos componentes solubles en este punto del procedimiento reduce los rendimientos de azúcar fermentable y/o etanol durante el procesamiento posterior. Además, el lavado con agua puede ser indeseable dado que puede proporcionar una materia prima relativamente húmeda para la impregnación ácida, lo que puede ser indeseado debido a que puede impedir la dispersión del ácido en la materia prima. Los procedimientos de limpieza en seco que se detallan en el presente documento proporcionan la retirada y la recuperación de la fracción de ceniza en la forma de una fracción particulada fina, pero sin la retirada indeseada de componentes solubles de la materia prima de biomasa. Del mismo modo, los procedimientos de retirada de ceniza por limpieza en seco son ventajosos dado que no introducen una carga de líquido adicional en el procedimiento, que se añadiría a la proporción de agua residual que se debe desechar y/o limpiar antes de su uso. Además, como se ha indicado anteriormente y se detalla en otra parte en el presente documento, la retirada de una fracción particulada fina rica en contenido de ceniza contribuye a mejorar la eficacia de la impregnación ácida.

Como se ha indicado, el componente de ceniza de la materia prima de biomasa incluye una fracción soluble en ácido y una fracción insoluble en ácido. Los procedimientos de limpieza en seco que se detallan en el presente documento son eficaces para la retirada de una fracción particulada fina que incluye componentes de ceniza tanto solubles en ácido como insolubles en ácido y pueden proporcionar la retirada de una proporción de la ceniza total mayor que la que se proporciona por lavado con agua, pero sin la retirada concomitante de componentes solubles deseados y los problemas asociados con el uso de una materia prima húmeda en la impregnación ácida. Sin embargo, dado que no se usa agua de lavado, la fracción remanente de ceniza de las materias primas de biomasa limpiadas por de acuerdo con los presentes procedimientos de lavado en seco puede incluir habitualmente una mayor proporción de componentes de ceniza solubles en ácido que la fracción remanente después de lavado con agua. Por lo tanto, la fracción de ceniza soluble de las materias primas de biomasa limpiadas proporcionada por la presente invención puede constituir una mayor proporción del contenido total de ceniza que las materias primas limpiadas proporcionadas por lavado con agua. Por lo tanto, las materias primas de biomasa limpiadas proporcionadas por los procedimientos de limpieza en seco que se detallan en el presente documento pueden proporcionar materias primas de biomasa limpiadas que tienen un menor contenido de cenizas que las proporcionadas por limpieza con agua, pero un contenido de ceniza identificado por una mayor proporción de componentes de ceniza solubles en ácido con respecto al contenido total de ceniza de la materia prima de biomasa limpia y/o componentes insolubles en ácido en comparación con los procedimientos de lavado con agua. De ese modo, las materias primas de biomasa limpiadas proporcionadas por la presente invención se identifican, o se distinguen, por la proporción de componentes de ceniza solubles de la fracción de ceniza. Aunque estos componentes de ceniza son solubles durante la impregnación ácida, tales materias primas de biomasa limpiadas son adecuadas para la impregnación ácida debido al bajo contenido global de ceniza.

La Figura 1A representa un procedimiento de limpieza en seco. Como se muestra en la Figura 1A, la materia prima de biomasa 300 se introduce en un sistema de separación de contaminantes 310 para la retirada de una fracción de contaminantes densos 315 de la materia prima de biomasa para proporcionar una materia prima de biomasa 320. Además, la materia prima de biomasa 320 se introduce en una zona de separación de particulado fino 330 para la

retirada de una fracción de particulado fino 335 de la materia prima de biomasa para proporcionar una materia prima de biomasa limpia 340.

Opcionalmente, como se muestra en la Figura 1A, la materia prima de biomasa 300 se puede someter a una operación de reducción del tamaño de partícula (por ejemplo, molienda o triturado) en un recipiente o zona adecuados (es decir, el 305 mostrado en la Figura 1A) para proporcionar la materia prima de biomasa 305A para su introducción en la zona de separación de contaminantes 310. Además o alternativamente, la materia prima de biomasa 320 que sale de la zona de separación de contaminantes se puede someter a una operación de reducción del tamaño de partícula en una zona o recipiente adecuados (es decir, el 325 mostrado en la Figura 1A) para proporcionar una materia prima de biomasa 325A para su introducción en la zona de separación de particulado fino 330.

En diversas realizaciones preferentes, las una o más operaciones de reducción del tamaño de partícula opcionales proporcionan una materia prima de biomasa 305A para su introducción en la zona de separación de contaminantes 310 y/o una materia prima de biomasa 325A para su introducción en la zona de separación de particulado fino 330 que tiene una distribución de tamaño de partícula preferente. Por ejemplo, la materia prima de biomasa 305A y/o la materia prima de biomasa 325A está habitualmente en forma de una materia prima de biomasa particulada que comprende partículas que tienen una distribución de tamaño de partícula tal que no más de aproximadamente un 20 a aproximadamente un 40 % en peso de las partículas de la materia prima quedan retenidas en un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 5 (4 mm). En diversas realizaciones preferentes distintas, la materia prima de biomasa está en forma de una materia prima de biomasa particulada que comprende partículas que tienen una distribución del tamaño de partícula tal que de aproximadamente un 90 a aproximadamente un 95 % en peso de las partículas de materia prima de biomasa quedan retenidas en un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 μ m).

(i) Zona de separación de contaminantes

De nuevo con referencia a la Figura 1A, de acuerdo con diversas realizaciones preferentes, la zona de separación de contaminantes 310 comprende uno o más clasificadores por aire en los que la materia prima de biomasa se pone en contacto con una corriente de gas (por ejemplo, aire) en el clasificador o clasificadores por aire. Clasificadores por aire adecuados incluyen separadores por densidad del aire, separadores ciclónicos, aspiradores de desnivel de lecho, y clasificadores de aire turbo. La operación del clasificador por aire se realiza en general de acuerdo con procedimientos conocidos en la técnica y dependiendo de la composición de la materia prima de biomasa introducida en la zona de separación de contaminantes (por ejemplo, la proporción de materia prima constituida por la fracción de contaminantes densos que se va a retirar). En general la velocidad del aire dentro del clasificador por aire se mantiene (por ejemplo, ajustando el amortiguador) de modo que no se arrastren los contaminantes densos o pesados, o a través del clasificador por aire con el flujo de aire. En diversas realizaciones de la presente invención, la zona de separación de contaminantes incluye una serie de clasificadores por aire en la que la materia prima de biomasa se pone en contacto con la corriente de gas en cada una de las series de clasificadores por aire, formando de ese modo una pluralidad de fracciones de contaminante denso y una pluralidad de fracciones de materia prima de biomasa reducida en contaminantes densos. En estas y otras realizaciones, la zona de separación de contaminantes incluye al menos 2, al menos 3, o al menos 4 clasificadores por aire.

En diversas realizaciones distintas, la zona de separación de contaminantes incluye al menos un tamiz de clasificación, recuperando de ese modo la fracción de contaminantes densos en el al menos un tamiz de clasificación y la materia prima de biomasa reducida en contaminantes densos que ha pasado a través del al menos un tamiz de clasificación. En estas realizaciones, el al menos un tamiz de clasificación de la zona de separación de contaminantes tiene habitualmente aperturas de un tamaño de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) o de aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) a aproximadamente 1 pulgada (25,4 mm). Habitualmente, la fracción de contaminantes densos 315 retirada de la materia prima de biomasa usando la zona de separación de contaminantes comprende uno o más componentes seleccionados entre grupo que consiste en gravilla e impurezas metálicas. La fracción de contaminantes densos también contiene habitualmente partículas de materia prima de biomasa que tienen una distribución de tamaño de partícula tal que al menos aproximadamente un 95 % en peso de las partículas quedan retenidas en un tamiz que tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm).

(ii) Zona de separación de particulado fino

De nuevo con referencia a la Figura 1A, la materia prima de biomasa 320 (u opcionalmente 325A) se introduce en una zona de separación de particulado fino 330 para la retirada de una fracción de particulado fino 335 y la formación de una materia prima de biomasa limpia 340. En general, la zona de separación de particulado fino 330 comprende al menos un tamiz de clasificación para recuperar la materia prima de biomasa limpia 340 sobre el al menos un tamiz de clasificación y la fracción de particulado fino 335 que ha pasado a través del tamiz. Se pueden usar diversos tipos de tamices en el sistema de clasificación de tamices incluyendo, por ejemplo, tamices de hilo metálico tejidos y/o tamices de hilo metálico de tipo cuña.

En diversas realizaciones preferentes, el sistema de separación de tamices incluye un tamiz. Habitualmente, el tamiz

tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 20 (840 μm) o de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 80 (175 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 μm). Por ejemplo, el sistema de separación de tamices comprende habitualmente un tamiz que tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 20 (840 μm), aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 μm), aproximadamente un Tamiz U.S. N° 80 (175 μm), o aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm).

En diversas realizaciones distintas, el sistema de separación de tamices comprende dos tamices. Habitualmente, el primer tamiz tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) a aproximadamente 1 pulgada (25,4 mm) y el segundo tamiz tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 20 (840 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm).

En otras realizaciones más, el sistema de separación de tamices comprende tres tamices o cuatro tamices incluyendo, por ejemplo, uno o más tamices que tienen aperturas de un tamaño de aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) a aproximadamente 1 pulgada (25,4 mm) y dispuestos, por ejemplo, en serie y uno o más tamices que tienen aperturas de un tamaño de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 20 (840 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm) dispuestos, por ejemplo, en serie.

En diversas realizaciones preferentes, la zona de separación de contaminantes y la zona de separación de particulado fino se combinan en una única zona que incluye uno o más clasificadores por aire equipados con uno o más tamices de clasificación. Por lo tanto, en estas realizaciones, se proporciona el uso de uno o más clasificadores por aire adicionales que comprenden uno o más tamices de clasificación para la recuperación de (i) una fracción de contaminantes densos retenida en el al menos un tamiz de clasificación, (ii) una materia prima de biomasa limpia que ha pasado a través del al menos un tamiz de clasificación, y (iii) una fracción de particulado fino que ha entrado en la corriente de gas que sale del clasificador por aire. En diversas realizaciones, el al menos un tamiz de clasificación del clasificador por aire tiene aperturas de un tamaño de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) o de aproximadamente 0,5 pulgadas (12,7 mm) a aproximadamente 1 pulgada (25,4 mm).

La zona de separación de contaminantes y/o la zona de separación de particulado fino puede incluir un sistema de separación magnética para retirar la fracción ferromagnética de la materia prima de biomasa antes de la retirada de la fracción de particulado fino de la misma y/o la materia prima de biomasa reducida en contaminantes densos. La localización o posición del sistema de separación magnética no es estrictamente crítica y se puede ubicar en cualquier punto en el procedimiento de limpieza que sea eficaz para la retirada de tal fracción ferromagnética.

(iii) Fracción de particulado fino

Como se ha indicado, actualmente se cree que una fracción considerable de la parte de ceniza de la materia prima de biomasa está presente en forma de partículas relativamente pequeñas. Dado que la parte de ceniza de la materia prima de biomasa contiene diversos componentes que impiden o interfieren con la impregnación ácida, la retirada de una fracción de particulado fino y la retirada concomitante de una parte considerable de la fracción de ceniza de la biomasa son ventajosas dado que contribuye a una eficacia mejorada de la impregnación ácida. De acuerdo con la presente invención, se ha descubierto que la recuperación de una fracción de particulado fino que comprende partículas dentro de diversos intervalos de tamaño preferentes proporciona la retirada ventajosa de una fracción considerable de la parte de ceniza de la materia prima de biomasa presente en el particulado fino de la materia prima de biomasa. Por ejemplo, de acuerdo con diversas realizaciones preferentes, al menos aproximadamente un 95 % en peso de la fracción de particulado fino pasa a través de un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 20 (840 μm). En diversas realizaciones distintas, al menos aproximadamente un 95 % en peso de la fracción de particulado fino pasa a través de un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 80 (175 μm) a aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 μm). En aún otras realizaciones preferentes, al menos aproximadamente un 95 % en peso de la fracción de particulado fino pasa a través de un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 μm), a través de un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 80 (175 μm), o a través de un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 100 (150 μm).

Además de la distribución de tamaño de partícula, el contenido de ceniza de la fracción de particulado fino también puede indicar la eficacia de limpieza de la materia prima. Dado que una fracción considerable del contenido de ceniza de la materia prima de biomasa está presente en particulados finos, la fracción de particulado fino tiene habitualmente un contenido de ceniza considerablemente mayor (es decir, un porcentaje en peso de ceniza) que la materia prima de biomasa introducida en el sistema de separación de tamaño particulado 330. En general, la fracción de particulado fino tiene un contenido de ceniza de al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o al menos aproximadamente un 50 % en peso. Habitualmente, la fracción de particulado fino tiene un contenido de ceniza de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 70 % en peso y, aún más habitualmente de aproximadamente un 45 a aproximadamente un 60 % en peso. Habitualmente, la fracción de particulado fino tiene un contenido de sílice de al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso, o de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso.

En general, la fracción de ceniza soluble en ácido constituye de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso de la ceniza de la fracción de particulado fino. Habitualmente, el potasio constituye al menos aproximadamente un 30 % en peso o de aproximadamente un 35 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso de la fracción soluble en ácido. La fracción insoluble en ácido constituye en general de aproximadamente un 60 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso de la ceniza de la fracción de particulado fino. Habitualmente, la sílice constituye al menos aproximadamente un 90 % en peso o al menos aproximadamente un 95 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 95 a aproximadamente un 99 % en peso) de la fracción insoluble en ácido.

Además de la proporción absoluta de contenido de ceniza de la fracción de particulado fino, la proporción de ceniza presente en la fracción de particulado fino con respecto al contenido de ceniza de la materia prima de biomasa es un indicador de la eficacia de retirada de ceniza. Por ejemplo, la relación del contenido de ceniza (% en peso de ceniza) de la fracción de particulado fino con respecto al contenido de ceniza de la materia prima de biomasa es en general al menos aproximadamente 3:1, al menos aproximadamente 4:1, al menos aproximadamente 5:1, al menos aproximadamente 6:1, al menos aproximadamente 7:1, o al menos aproximadamente 8:1. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes en las que el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa es de aproximadamente un 8 % en peso a aproximadamente un 12 % en peso, el contenido de ceniza de la fracción de particulado fino es al menos aproximadamente un 40 % en peso, al menos aproximadamente un 50 % en peso, al menos aproximadamente un 60 % en peso, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, o de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso.

En general, la fracción de particulado fino tiene un contenido de humedad de menos de aproximadamente un 20 % en peso, menos de aproximadamente un 15 % en peso, o menos de aproximadamente un 10 % en peso. Habitualmente, la fracción de particulado fino tiene un contenido de humedad de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 20 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 15 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso. En general, la fracción de particulado fino tiene un contenido de celulosa de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso, un contenido de hemicelulosa de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso, y/o un contenido de lignina de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso.

(iv) Materia prima de biomasa limpia

Como se ha indicado, la retirada de diversas fracciones de la materia prima de biomasa de acuerdo con la presente invención como se representa en Figura 1A proporciona una materia prima de biomasa limpia que tiene diversos contaminantes retirados de la misma incluyendo, por ejemplo, diversos contaminantes densos y una fracción de particulado fino rica en contenido de ceniza.

En general, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de ceniza de menos de aproximadamente un 10 % en peso, menos de aproximadamente un 9 % en peso, menos de aproximadamente un 8 % en peso, menos de aproximadamente un 7 % en peso, menos de aproximadamente un 6 % en peso, menos de aproximadamente un 5 % en peso, menos de aproximadamente un 4 % en peso, menos de aproximadamente un 3 % en peso, menos de aproximadamente un 2 % en peso, o menos de aproximadamente un 1 % en peso. Por ejemplo, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia es habitualmente de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso, de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 8 % en peso, o de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso, de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 6 % en peso, o de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 5 % en peso.

Además de una baja proporción de contenido total de ceniza, la retirada de una fracción considerable del componente de ceniza de la materia prima de biomasa también se puede indicar mediante la proporción del contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia en comparación con el contenido inicial de ceniza de la materia prima. Por ejemplo, en diversas realizaciones, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia (es decir, % en peso de ceniza) es no más de aproximadamente un 75 %, no más de aproximadamente un 70 %, no más de aproximadamente un 65 %, no más de aproximadamente un 60 %, no más de aproximadamente un 55 %, del contenido de ceniza de la materia prima de biomasa (en base al peso en seco). Habitualmente, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia es no más de aproximadamente un 50 %, no más de aproximadamente un 45 %, o no más de aproximadamente un 40 % del contenido de ceniza en la materia prima de biomasa (en base al peso en seco).

Como se ha indicado, la parte de ceniza de la materia prima de biomasa y las fracciones retiradas de la misma incluyen componentes solubles e insolubles. En general, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia indica la retirada de una fracción considerable de ceniza de la materia prima de biomasa. Sin embargo, en comparación con los procedimientos de lavado con agua, el contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia proporcionada por los presentes procedimientos de limpieza en seco incluye habitualmente una mayor fracción de componentes que ceniza solubles en ácido. Por ejemplo, la fracción de ceniza soluble en ácido constituye habitualmente al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 35 % en

peso, o al menos aproximadamente un 40 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 35 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso o de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 45 % en peso) del contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia. La retención de una fracción de ceniza soluble en ácido en las materias primas de biomasa limpias de acuerdo con la presente invención representa por lo tanto la retirada de ceniza no deseada de la materia prima de biomasa, pero sin las desventajas relacionadas con el lavado con agua (por ejemplo, retiradas de otros componentes solubles deseados de la materia prima de biomasa tales como celulosa, hemicelulosa, y otros almidones).

La eficacia de los procedimientos de limpieza también se puede indicar mediante las proporciones relativas del contenido de ceniza de la fracción de particulado fino y de la materia prima de biomasa limpia. Por ejemplo, la relación del contenido de ceniza de la fracción de particulado fino (% en peso de ceniza) con respecto al contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia es al menos aproximadamente 3:1, al menos aproximadamente 4:1, o al menos aproximadamente 5:1. De acuerdo con diversas realizaciones preferentes, la relación del contenido de ceniza de la fracción de particulado fino (% en peso de ceniza) con respecto al contenido de ceniza de la materia prima de biomasa limpia es al menos aproximadamente 6:1, al menos aproximadamente 7:1, al menos aproximadamente 8:1, al menos aproximadamente 9:1, al menos aproximadamente 10:1, al menos aproximadamente 11:1, al menos aproximadamente 12:1, al menos aproximadamente 13:1, al menos aproximadamente 14:1, o al menos aproximadamente 15:1.

En general, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de humedad de menos de aproximadamente un 20 % en peso, menos de aproximadamente un 15 % en peso, o menos de aproximadamente un 10 % en peso. Habitualmente, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de humedad de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 20 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 15 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso. Como se ha indicado, los procedimientos de limpieza en seco que se detallan en el presente documento se realizan ventajosamente en ausencia de la adición de líquido, o agua de lavado, con la finalidad de retirar contaminantes. Por lo tanto, el contenido de humedad de la materia prima y de las fracciones retiradas de la misma es relativamente constante. Por ejemplo, el contenido de humedad de una o más y preferentemente de cada una de la materia prima de biomasa, la fracción de contaminantes densos, la materia prima de biomasa reducida en contaminantes densos, la materia prima de biomasa limpia, y la fracción de particulado fino varía en general en no más de aproximadamente un 10 % en peso, no más de aproximadamente un 5 % en peso, o no más de aproximadamente un 3 % en peso. Habitualmente, el contenido de humedad de una o más y preferentemente de cada una de la materia prima de biomasa, la fracción de contaminantes densos, la materia prima de biomasa reducida en contaminantes densos, la materia prima de biomasa limpia, y la fracción de particulado fino varía en no más de aproximadamente 1 % en peso.

En general, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de celulosa de al menos aproximadamente un 30 % en peso o de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 60 % en peso. En general, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de hemicelulosa de al menos aproximadamente un 20 % en peso o de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso. En general, la materia prima de biomasa limpia tiene un contenido de lignina de al menos aproximadamente un 10 % en peso o de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso.

Habitualmente, la materia prima de biomasa limpia tiene una distribución de tamaño de partícula tal que al menos aproximadamente un 95 % en peso de las partículas quedan retenidas en un tamiz que tiene aperturas de un tamaño de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 µm). Habitualmente, la materia prima de biomasa limpia tiene una distribución de tamaño de partícula tal que de aproximadamente un 95 a aproximadamente un 99 % en peso de la materia prima de biomasa queda retenida en un tamiz que tiene aperturas de aproximadamente un Tamiz U.S. N° 60 (250 µm).

8. Requisitos de energía

Preferentemente, la impregnación ácida se realiza de modo que se equilibren una impregnación eficaz con el consumo de energía, y los costes asociados con el mismo. Actualmente se cree que numerosos factores afectan a la energía requerida para proporcionar una impregnación ácida eficaz incluyendo, por ejemplo, la composición de la materia prima y/o el medio líquido ácido. Además o alternativamente, las condiciones de contacto que incluyen, por ejemplo, tiempo de contacto, temperatura de contacto, y forma de contacto (por ejemplo, por pulverización o remojo). En general, de acuerdo con la presente invención (y como se detalla en el Ejemplo 2), se ha observado que un aporte de energía de menos de aproximadamente 10 kilovatios-hora por tonelada de rastrojo de maíz (kWh/t), o menos de aproximadamente 8 kWh/t proporciona una impregnación ácida eficaz. Habitualmente, el aporte de energía varía de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 kWh/t o de aproximadamente 3 a aproximadamente 6 kWh/t.

9. Materia prima impregnada con ácido

El contacto de la materia prima y el medio líquido ácido proporciona en general una materia prima impregnada con ácido (33 en la Figura 1) en la forma de una suspensión o torta de biomasa particulada dispersada en un medio líquido.

- 5 El contenido de humedad relativamente bajo de la materia prima impregnada con ácido reduce en general la energía requerida durante el calentamiento posterior. Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, la materia prima impregnada con ácido tiene en general un contenido de humedad de menos de aproximadamente un 70 % en peso, habitualmente menos de aproximadamente un 60 % en peso, más habitualmente menos de aproximadamente un 55 % en peso y, aún más habitualmente, menos de aproximadamente un 50 % en peso. Tales contenidos de humedad se pueden conseguir por pulverización de un medio líquido ácido sobre la materia prima, remojo de la materia prima en una proporción apropiada de medio líquido ácido y/o remojo de la materia prima seguido de deshidratación.

- 15 Además de promover la dispersión del ácido en la materia prima, es preferente una cierta proporción de humedad en la materia prima impregnada con ácido para minimizar considerablemente, y preferentemente evitar básicamente, el riesgo de pirólisis de la materia prima durante el posterior tratamiento a temperatura y presión elevadas (por ejemplo, tratamiento con vapor como se detalla en otra parte en el presente documento). Por lo tanto, el contenido de humedad de la materia prima impregnada con ácido es habitualmente al menos aproximadamente un 20 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 30 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 40 % en peso.

- 20 Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, el contenido de humedad de la suspensión es habitualmente de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 70 % en peso o de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 60 % en peso, preferentemente de aproximadamente un 35 % en peso a aproximadamente un 55 % en peso y, más preferentemente, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso.

- 25 Independientemente de la forma de contacto de la materia prima y el ácido (por ejemplo, remojo, remojo seguido de deshidratación, o pulverización), la suspensión de biomasa impregnada con ácido exhibe en general un contenido de sólidos de al menos aproximadamente 0,25 g de sólidos por g de suspensión. Habitualmente, la materia prima impregnada con ácido exhibe un contenido de sólidos de al menos aproximadamente 0,30 g de sólidos por g de suspensión y, más habitualmente, al menos aproximadamente 0,35 g de sólidos por g de suspensión. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la suspensión de biomasa impregnada con ácido exhibe un contenido total de sólidos de aproximadamente 0,35 a aproximadamente 0,65 g de sólidos por g de mezcla húmeda, o de aproximadamente 0,45 a aproximadamente 0,55 g de sólidos por g de mezcla húmeda.

10. Lavado

- 35 Además de la impregnación de la materia prima para facilitar el tratamiento adicional, se puede usar la impregnación ácida en un procedimiento que retira una o más impurezas de la materia prima. Por ejemplo, la materia prima recogida en el campo puede comprender una o más impurezas (por ejemplo, ceniza, tierra, suciedad, rocas, y metales no deseados). Además, el contacto de la materia prima y el medio líquido ácido puede generar una o más impurezas tales como, por ejemplo, compuestos fenólicos derivados de la parte de lignina del complejo. Estas impurezas pueden inhibir posteriormente la hidrólisis enzimática de la materia prima pretratada. Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, la materia prima impregnada con ácido se somete a una operación de lavado (no se muestra en la Figura 1) antes del procesamiento adicional. Más particularmente, se puede retirar habitualmente una fracción líquida acuosa de la materia prima impregnada con ácido para formar una materia prima impregnada con ácido que tiene un contenido reducido de una o más impurezas.

En general, el lavado de la materia prima se puede realizar por contacto a contracorriente de la materia prima y un medio de lavado líquido. Habitualmente, el medio de lavado es un medio acuoso (por ejemplo, agua de procedimiento) y el lavado se realiza usando un recipiente o reactor adecuado conocido en la técnica.

- 45 El objeto del lavado es la retirada de impurezas que pueden tener impacto en el procesamiento adicional. Sin embargo, la operación de lavado no degrada preferentemente las fibras de materia prima de biomasa en un grado que inhiba básicamente o evite la obtención de azúcares fermentables a partir de la materia prima. En general, la fase sólida de biomasa comprende una fase sólida fibrosa que se puede poner en contacto a contracorriente con el líquido de lavado en una zona de mezcla. En diversas realizaciones preferentes, la zona de mezcla comprende ejes de contrarrotación (en general en una disposición en paralelo) que tienen palas para la agitación de la biomasa. Las condiciones del contacto a contracorriente y de la agitación de la biomasa se controlan para proporcionar un contacto que aumente la biodisponibilidad de celulosa sin excesiva degradación de las fibras de la fase sólida. Por ejemplo, habitualmente el lavado no degrada las fibras en más de un 5 %, más habitualmente no más de aproximadamente un 3 % y, aún más habitualmente, no más de aproximadamente un 2 %, según se mide mediante la longitud media de las fibras después del lavado en comparación con la longitud media de las fibras antes del lavado.

La Figura 2 representa un procedimiento que combina lavado e impregnación con ácido diluido de biomasa. Como se muestra en la Figura 2, la materia prima molida y limpia 200 (es decir, 21 mostrado en relación con el procedimiento de la Figura 1) se introduce en un recipiente 205 al que también se introduce una corriente de ácido 210. La materia prima molida/limpa y el ácido se ponen en contacto habitualmente dentro del recipiente a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 90 °C y, más habitualmente, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 80 °C. El tiempo de contacto dentro del recipiente 205 es habitualmente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20 minutos y, más habitualmente, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 10 minutos. En general, la proporción de medio líquido ácido introducido en el recipiente 205 es adecuada para proporcionar una suspensión en el recipiente que tiene una concentración de sólidos en el recipiente de aproximadamente un 4 a aproximadamente un 10 % en peso. Para aflojar impurezas tales como arena y suciedad de la materia prima, la suspensión se agita habitualmente usando una mezcladora o un agitador adecuados conocidos en la técnica.

De nuevo con referencia a la Figura 2, la materia prima impregnada con ácido 215 se retira del recipiente 205 y se introduce en el recipiente 220 y se mantienen dentro del recipiente durante un período de tiempo que promueve la dispersión de ácido en las partículas de la materia prima impregnada con ácido y que permite que los contaminantes pesados tales como gravilla, arena y metales se suelten de las fibras de materia prima y se depositen en el fondo del recipiente. En general, la materia prima impregnada con ácido se mantiene en el recipiente 220 de aproximadamente 1 a aproximadamente 60 minutos, o de aproximadamente 1 a aproximadamente 30 minutos. La temperatura de la materia prima dentro del recipiente 220 es habitualmente de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 90 °C y, más habitualmente, de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 80 °C. A medida que el contenido de sólidos de la materia prima impregnada con ácido disminuye, la solubilización de azúcares puede aumentar, lo que no es deseado dado que esto puede reducir el rendimiento final de azúcar fermentable. Si fuera necesario, el contenido de sólidos de la materia prima impregnada con ácido se puede controlar mediante el control de la cantidad de solución ácida añadida a la materia prima y/o la retirada del exceso de solución ácida usando separadores sólido/líquido. Preferentemente, el contenido de sólidos de la materia prima de biomasa impregnada con ácido es de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 15 % en peso, más preferentemente de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 10 % en peso y, aún más preferentemente, de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 7 % en peso.

De nuevo con referencia a la Figura 2, la materia prima impregnada con ácido 215A se introduce en un separador sólido/líquido 225 que comprende un transportador sin fin de drenaje, tamiz, filtro, centrífuga, sedimentador, prensa de husillo de deshidratación, o otros instrumentos de separación sólido/líquido para la retirada de líquido (por ejemplo, agua). La forma de la retirada de líquido no es estrictamente crítica y en general se realiza de acuerdo con procedimientos adecuados conocidos en la técnica. La retirada de líquido de la materia prima impregnada con ácido proporciona la materia prima impregnada con ácido 230. Se debe entender que la materia prima impregnada con ácido del procedimiento de la Figura 1 (es decir, 33 en la Figura 1) se puede preparar mediante el procedimiento que se representa en la Figura 2. El contacto de la materia prima y el ácido se puede realizar por remojo de la materia prima en un medio líquido ácido y/o pulverización del medio líquido ácido sobre la materia prima, como se detalla en otra parte en el presente documento. En general, se cree que el lavado ácido promueve la distribución de ácido en las partículas de biomasa mientras que también retira una parte (preferentemente una parte considerable) de los contaminantes presentes en la materia prima (por ejemplo, suciedad, arena, y gravilla). La retirada de contaminantes es ventajosa ya que estos pueden interferir o causar impacto en el procesamiento corriente abajo, por ejemplo, por desgaste y/o daño del equipo usado.

De nuevo con referencia a la Figura 2, la deshidratación de la materia prima puesta en contacto con ácido 215A produce una corriente de desechos acuosos 235. Además de promover la dispersión de ácido en las partículas de materia prima, el mantenimiento de la materia prima puesta en contacto con ácido 215 dentro del recipiente 220 permite la retirada de impurezas de la materia prima lavada con ácido y la retirada de agua de la materia prima que podría interferir con la deshidratación posterior de la materia prima. De acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 2, el recipiente 220 se equipa con aparatos adecuados (por ejemplo, un tamiz) mediante o a través del que se retiran diversas impurezas de particulado fino de la materia prima lavada con ácido. Además, de acuerdo con el procedimiento de la Figura 2, las impurezas 240 se retiran del recipiente 220 y se combinan con la corriente de desechos acuosos 235 y se introducen en otro separador sólido/líquido 245, por ejemplo, un tamiz, filtro, centrífuga, sedimentador, separador hidrociclónico o recipiente de flotación. También se introduce la corriente de agua 250 en el separador sólido/líquido 245. El separador 245 se puede equipar para la recuperación de una diversidad de impurezas relativamente finas que se han separado de la materia prima lavada con ácido. La forma de recuperación de la fracción 255 del separador 245 no es estrictamente crítica y de forma ventajosa se puede conseguir por incorporación de un tamiz de tamaño adecuado para la recuperación de las partículas deseadas. De acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 2, las impurezas 255 están en forma de un producto rico en arena (por ejemplo, una fracción de arena lavada con ácido). La recuperación de la fracción 255 del separador 245 proporciona una corriente de ácido consumido 260 en forma de una fracción líquida acuosa ácida. Como se muestra en la Figura 2, la corriente de ácido consumido 260 se recicla y se combina con ácido reciente 265 en el recipiente 270 para formar una corriente de ácido de tratamiento 272 que se calienta en el recipiente 275 para formar una corriente de ácido de tratamiento caliente 210 que se pone en contacto con la materia prima limpia/molida. Aunque se muestra en la Figura 2, no se requiere la recuperación de la fracción de impurezas (por

ejemplo, arena lavada con ácido). Es decir, el procedimiento de la Figura 2 se puede usar simplemente con la finalidad de la impregnación ácida y la retirada de impurezas de la materia prima como se ha descrito anteriormente.

(i) Capacidad de neutralización

Sin el deseo de quedar ligados a teoría alguna, actualmente se cree que durante la impregnación ácida, habitualmente solo una parte del medio líquido ácido contribuye en cualquier grado considerable a la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. Los particulados finos de la materia prima de biomasa son en general ricos en componentes inorgánicos, incluyendo, por ejemplo, sílice, componentes que contienen calcio, componentes que contienen magnesio, componentes que contienen sodio, componentes que contienen potasio, componentes que contienen fósforo, componentes que contienen aluminio, y las combinaciones de los mismos. Estos componentes de la materia prima de biomasa pueden neutralizar el ácido durante la impregnación ácida. El consumo o la neutralización de una fracción considerable del medio líquido ácido por parte de la fracción de particulado fino (por ejemplo, como resultado de la presencia de compuestos alcalinos) es indeseada ya que en general no proporciona una impregnación ácida que contribuye en cualquier grado considerable a la preparación de la materia prima para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. Diversos procedimientos para la limpieza de la materia prima de biomasa detallados anteriormente (por ejemplo, limpieza en seco) retiran una parte considerable de la fracción de particulado fino de la materia prima de biomasa, en particular, una fracción de particulado fino rica en contenido de ceniza.

La presencia de componentes que pueden neutralizar el ácido durante la impregnación ácida se puede indicar mediante la capacidad de neutralización ácida de la materia prima determinada de acuerdo con procedimientos conocidos en la técnica. En particular, la capacidad de neutralización ácida de las materias primas de biomasa y de las fracciones retiradas y obtenidas a partir de las mismas (por ejemplo, fracciones de particulado fino y materias primas de biomasa limpias) se puede determinar de acuerdo con el Protocolo A como se detalla en el Ejemplo 8. Preferentemente, de acuerdo con la presente invención, los procedimientos de limpieza en seco que se detallan en el presente documento proporcionan materias primas de biomasa limpias que tienen una menor capacidad de neutralización ácida que las conseguidas mediante otros procedimientos (por ejemplo, lavado con agua). Por ejemplo, las materias primas de biomasa limpias preparadas de acuerdo con la presente invención tienen habitualmente una capacidad de neutralización ácida como se determina de acuerdo con el Protocolo A de menos de aproximadamente 0,01, más habitualmente menos de aproximadamente 0,009 y aún más habitualmente, menos de aproximadamente 0,008, o menos de aproximadamente 0,007 (gramos de ácido/gramo de biomasa seca). En diversas realizaciones, las materias primas de biomasa limpias tienen una capacidad de neutralización ácida de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 0,01, de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 0,01, de aproximadamente 0,002 a aproximadamente 0,01, de aproximadamente 0,003 a aproximadamente 0,01, de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 0,009, o de aproximadamente 0,0001 a aproximadamente 0,008.

Además o alternativamente, la eficacia del procedimiento de limpieza se puede indicar mediante la reducción de la capacidad de neutralización ácida de la materia prima limpia en comparación con la materia prima de biomasa de partida. Por ejemplo, la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de biomasa particulada limpia es habitualmente no más de aproximadamente un 90 % de la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de partida, no más de aproximadamente un 85 % de la neutralización ácida de la materia prima de partida, no más de aproximadamente un 80 % de la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de partida, no más de aproximadamente un 75 %, no más de aproximadamente un 70 %, no más de un 65 %, no más de aproximadamente un 60 %, no más de aproximadamente un 55 %, no más de aproximadamente un 50 %, o no más de aproximadamente un 45 % de la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de biomasa. En diversas realizaciones, la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de biomasa particulada limpia es de aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 10 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 20 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 20 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 20 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 30 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 30 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 30 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 40 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 40 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 40 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 50 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 50 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 50 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 80 %, de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 90 %, o de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 80 %, de la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de biomasa. La eficacia de los procedimientos de limpieza se puede indicar mediante cualquiera de los dos o ambas medidas de la capacidad de neutralización ácida. Es decir, las materias primas de biomasa limpias pueden exhibir una capacidad de neutralización ácida dentro de los límites e intervalos indicados anteriormente y/o pueden exhibir una reducción de la capacidad de neutralización ácida en comparación con la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de partida.

Además o alternativamente, la eficacia de los procedimientos de limpieza también se puede indicar mediante la capacidad de neutralización de la fracción de particulado fino. Por ejemplo, la fracción de particulado fino tiene

habitualmente una capacidad de neutralización ácida como se determina de acuerdo con el Protocolo A de al menos aproximadamente 0,001, al menos aproximadamente 0,005, al menos aproximadamente 0,008, al menos aproximadamente 0,01, al menos aproximadamente 0,012, al menos aproximadamente 0,02, al menos aproximadamente 0,03, al menos aproximadamente 0,04, o al menos aproximadamente 0,05. Dado que una fracción considerable de los componentes neutralizantes de la ceniza de la materia prima está presente en la fracción de particulado fino, la capacidad de neutralización ácida relativa de la fracción de particulado fino y de la materia prima de biomasa limpia y/o la materia prima de biomasa de partida también puede indicar la eficacia del procedimiento de limpieza. Por ejemplo, la relación de la capacidad de neutralización ácida del particulado fino con respecto a la capacidad de neutralización ácida de la materia prima de biomasa limpia es habitualmente al menos aproximadamente 0,5:1, al menos aproximadamente 0,7:1, al menos aproximadamente 0,9:1, al menos aproximadamente 1,1:1, al menos aproximadamente 1,3:1, al menos aproximadamente 1,5:1, o al menos aproximadamente 2:1.

(ii) Consumo de ácido

La eficacia de los procedimientos de limpieza de la presente invención también se puede indicar mediante la eficacia del ácido consumido por la materia prima durante la impregnación ácida. En particular, la eficacia del consumo de ácido se puede indicar mediante la eficacia de la impregnación ácida para obtener azúcares fermentables (por ejemplo, azúcares derivados de hemicelulosa) y/o proporcionar una materia prima que durante la hidrólisis enzimática posterior con la finalidad de obtener azúcares fermentables proporciona rendimientos de azúcares fermentables ventajosos. La obtención de xilosa durante el pretratamiento y la provisión de una materia prima pretratada que tiene una digestibilidad de celulosa eficaz para la hidrólisis enzimática posterior, se puede determinar de acuerdo con procedimientos conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, los que se describen en los Ejemplos 10 y 11, respectivamente. Por ejemplo, la eficacia de los procedimientos de limpieza se puede indicar mediante cualquiera de las dos o ambas mediciones en combinación con el uso de una proporción relativamente baja de ácido durante la impregnación ácida. Es decir, dado que se ha limpiado la materia prima y se ha retirado una fracción considerable de la materia prima que consume el ácido pero no contribuye a una impregnación ácida eficaz, se pueden usar menores cantidades de ácido (por ejemplo, una proporción relativamente menor de ácido diluido en el medio líquido con respecto a la proporción total de sólidos de la materia prima de biomasa) durante la impregnación ácida que, no obstante, proporcionan una impregnación ácida eficaz.

Por ejemplo, de acuerdo con diversas realizaciones preferentes, la relación en peso de ácido (es decir, masa de ácido) con respecto a la fracción de sólidos de la materia prima de biomasa particulada limpia introducida en la zona de impregnación ácida es menos de aproximadamente 0,1:1, menos de aproximadamente 0,05:1, menos de aproximadamente 0,045:1, menos de aproximadamente 0,04:1, menos de aproximadamente 0,035:1, menos de aproximadamente 0,03:1, menos de aproximadamente 0,025:1 (por ejemplo, menos de aproximadamente 0,02:1 o menos de aproximadamente 0,01:1).

En diversas realizaciones, la relación en peso de ácido con respecto a la fracción de sólidos de la materia prima de biomasa particulada limpia introducida en la zona de impregnación ácida es de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,05:1, de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,045:1, de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,04:1, de aproximadamente 0,02:1 a aproximadamente 0,04:1, de aproximadamente 0,02:1 a aproximadamente 0,04:1, de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,035:1, de aproximadamente 0,02:1 a aproximadamente 0,035:1, de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,03:1, de aproximadamente 0,02:1 a aproximadamente 0,03:1, de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,025:1, o de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,02:1. De forma ventajosa, como se determina de acuerdo con el Protocolo B que se describe en el Ejemplo 10, el contenido de xilosa de la fracción líquida de la materia prima de biomasa pretratada representa un rendimiento de xilosa de al menos aproximadamente un 70 %, al menos aproximadamente un 75 %, al menos aproximadamente un 80 %, al menos aproximadamente un 85 %, o al menos aproximadamente un 90 % (en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa particulada). En estas y otras realizaciones, la fracción líquida de la materia prima de biomasa pretratada preparada a partir de la materia prima impregnada con ácido tiene un contenido de xilosa que representa un rendimiento de xilosa de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 85 %, de aproximadamente un 75 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 75 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 75 % a aproximadamente un 85 %, de aproximadamente un 80 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 80 % a aproximadamente un 95 % o de aproximadamente un 85 % a aproximadamente un 95 % (en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa particulada).

Además o alternativamente, se pueden usar materias primas impregnadas con ácido proporcionadas por una proporción relativamente baja de ácido con respecto a los sólidos de biomasa (por ejemplo, una relación de menos de aproximadamente 0,01:1) en un procedimiento que proporciona una fracción de sólidos que contienen celulosa que indica una digestibilidad de celulosa ventajosa y por lo tanto una materia prima pretratada adecuada para una hidrólisis enzimática eficaz. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, la digestibilidad de celulosa de la materia prima de biomasa pretratada, como se determina de acuerdo con el Protocolo C que se describe en el Ejemplo 11, es al menos aproximadamente un 60 %, al menos aproximadamente un 70 %, al menos aproximadamente un 80 %, o al menos aproximadamente un 90 %. Habitualmente, el contenido de azúcar

fermentable derivado de celulosa de la suspensión de hidrolizado de celulosa representa un rendimiento de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 60 % a aproximadamente un 90 % de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 95 %; de aproximadamente un 70 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 80 % a aproximadamente un 95 %, de aproximadamente un 80 % a aproximadamente un 90 %, de aproximadamente un 85 % a aproximadamente un 95 %, o de aproximadamente un 90 % a aproximadamente un 95 %.

Se puede proporcionar una impregnación ácida eficaz en combinación con los procedimientos de limpieza en seco en diversas combinaciones de cantidad de ácido usado, cantidad de medio líquido ácido usado, contenido de sólidos de la materia prima de biomasa, etc.

El contenido de ácido del medio líquido ácido no es estrictamente crítico y la cantidad deseada de ácido puesta en contacto con la materia prima de biomasa celulósica se puede comprobar mediante la cantidad total de medio líquido ácido puesto en contacto con la materia prima de biomasa. Por ejemplo, con mayores concentraciones de ácido, se puede usar un medio líquido menos ácido. Sin embargo, el medio líquido ácido puesto en contacto con la materia prima de biomasa tiene en general una concentración de ácido de menos de aproximadamente un 5 % en peso, menos de aproximadamente un 4 % en peso, menos de aproximadamente un 3 % en peso, menos de aproximadamente un 2 % en peso, menos de aproximadamente un 1 % en peso, menos de aproximadamente un 0,75 % en peso, o menos de aproximadamente un 0,5 % en peso. Habitualmente, el medio líquido ácido tiene una concentración de ácido de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 4 % en peso, de aproximadamente un 0,1 % en peso a aproximadamente un 3 % en peso, de aproximadamente un 0,2 % en peso a aproximadamente un 4,5 % en peso, de aproximadamente un 0,5 % en peso a aproximadamente un 2 % en peso, o de aproximadamente un 0,5 % en peso a aproximadamente un 1 % en peso, de aproximadamente un 0,7 % en peso a aproximadamente un 3,5 % en peso, de aproximadamente un 0,5 % en peso a aproximadamente un 3 % en peso, de aproximadamente un 1,0 % en peso a aproximadamente un 3,0 % en peso, o de aproximadamente un 2,0 % en peso a aproximadamente un 2,5 % en peso.

En general, la materia prima de biomasa celulósica y el medio líquido ácido se ponen en contacto a una temperatura de al menos aproximadamente 75 °C, al menos aproximadamente 100 °C, al menos aproximadamente 125 °C, al menos aproximadamente 150 °C, al menos aproximadamente 175 °C o al menos aproximadamente 200 °C. Habitualmente, la materia prima de biomasa celulósica y medio líquido ácido se ponen en contacto a una temperatura de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 200 °C y más habitualmente de aproximadamente 125 °C a aproximadamente 175 °C.

Aunque no es estrictamente crítico y se selecciona en general para proporcionar una captación de ácido adecuada, en general la materia prima de biomasa y el medio líquido ácido se ponen en contacto en general durante un tiempo de al menos aproximadamente 1 minuto, al menos aproximadamente 2 minutos, al menos aproximadamente 3 minutos, al menos aproximadamente 5 minutos, al menos aproximadamente 10 minutos, o al menos aproximadamente 15 minutos. Habitualmente, la materia prima de biomasa y el medio líquido ácido se ponen en contacto durante un tiempo de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 120 minutos, de aproximadamente 1 minuto a aproximadamente 60 minutos, de aproximadamente 2 minutos a aproximadamente 30 minutos, de aproximadamente 5 minutos a aproximadamente 30 minutos, o de aproximadamente 10 minutos a aproximadamente 20 minutos.

Además, de acuerdo con estas y diversas realizaciones diferentes, el uso de una proporción relativamente baja de ácido puede representar el uso de una proporción relativamente baja de medio líquido ácido. Por lo tanto, la materia prima de biomasa impregnada con ácido tiene habitualmente un contenido total de sólidos mayor que el que se proporciona habitualmente mediante diversos procedimientos convencionales que incluyen remojo de la materia prima de biomasa en una gran cantidad de medio líquido ácido. En general, el contenido total de sólidos de la materia prima impregnada con ácido es al menos aproximadamente un 25 % en peso, al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o al menos aproximadamente un 50 % en peso, al menos aproximadamente un 60 % en peso, al menos aproximadamente un 70 % en peso, y al menos aproximadamente un 80 % en peso. Habitualmente, el contenido total de sólidos de la materia prima de biomasa impregnada con ácido es de aproximadamente un 25 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, de aproximadamente un 25 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, de aproximadamente un 60 % en peso a aproximadamente un 90 % en peso, o de aproximadamente un 60 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso.

De forma ventajosa, se consigue una captación de ácido adecuada para materias primas de biomasa de sólidos elevados mientras que se usan ácidos relativamente diluidos. Por ejemplo, la concentración de ácido del medio líquido ácido es habitualmente menos de aproximadamente un 4 % en peso, menos de aproximadamente un 3 % en peso, o menos de aproximadamente un 2 % en peso. Además o alternativamente, la captación de ácido adecuada se puede conseguir por contacto de proporciones relativamente bajas de medio líquido ácido diluido. Por ejemplo, la

relación en peso de medio líquido ácido con respecto al contenido de sólidos de la materia prima de biomasa puesta en contacto en el recipiente de impregnación ácida es no más de aproximadamente 3:1, no más de aproximadamente 2:1, no más de aproximadamente 1:1, o no más de aproximadamente 0,5:1. En diversas realizaciones, la relación en peso de medio líquido ácido con respecto al contenido de sólidos de la materia prima de biomasa puesta en contacto en el recipiente de impregnación ácida es de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 4:1, de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 3:1, de 1:1 a aproximadamente 3:1, de aproximadamente 0,5:1 a aproximadamente 2:1. Por lo tanto, en diversas realizaciones, la relación en peso de medio líquido ácido con respecto al contenido de sólidos de la materia prima de biomasa introducida en la zona de impregnación ácida es no más de aproximadamente 1,1:1 y el medio líquido ácido tiene una concentración de ácido de menos de aproximadamente un 4 % en peso.

En general, estas realizaciones proporcionan una materia prima impregnada con ácido que tiene un contenido de sólidos relativamente alto y una concentración de ácido relativamente baja. Por ejemplo, en diversas realizaciones, el contenido de sólidos de la materia prima impregnada con ácido es al menos aproximadamente un 25 % en peso y la concentración de ácido de la materia prima impregnada con ácido es menos de aproximadamente un 4 % en peso.

En diversas realizaciones, se forma una materia prima de biomasa impregnada con ácido que tiene un contenido total de sólidos de al menos un 20 % en peso por contacto de una materia prima de biomasa que tiene un contenido total de sólidos de al menos aproximadamente un 80 % en peso con un medio líquido ácido que tiene una concentración de ácido de menos de aproximadamente un 4 % en peso en una zona de impregnación ácida, en las que la relación en peso del ácido con respecto a los sólidos de la materia prima de biomasa es no más de aproximadamente 0,04:1.

B. Tratamiento con vapor

El pretratamiento de la materia prima de biomasa celulósica comprende habitualmente someter la materia prima impregnada con ácido a condiciones que comprenden temperatura y presión elevadas para descomponer el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina. En general, y de nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima impregnada con ácido 33 se somete a presión y temperatura de vapor elevadas en presencia de H₂O (por ejemplo, vapor) en un reactor o recipiente adecuado 37 como se muestra en la Figura 1. Después de un periodo de contacto con H₂O en las condiciones de presión y temperatura de vapor elevadas, la materia prima pretratada se descarga a un entorno de presión reducida. El cambio brusco de presión descompone la estructura de las fibras de biomasa incluyendo, por ejemplo, el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina (por ejemplo, rompe los enlaces entre lignina y hemicelulosa y/o celulosa).

El tratamiento con vapor disocia habitualmente la celulosa de la hemicelulosa y la lignina y, por lo tanto, proporciona celulosa disponible para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. El tratamiento con vapor también disocia habitualmente la hemicelulosa del complejo, en general en forma de hemicelulosa solubilizada en una fase líquida de la materia prima tratada. Por ejemplo, en diversas realizaciones, al menos aproximadamente un 60 % en peso, al menos aproximadamente un 70 % en peso, al menos aproximadamente un 80 % en peso, o hasta un 90 % en peso de la hemicelulosa se solubiliza dentro de una fase líquida de la materia prima tratada. De ese modo, el tratamiento con vapor proporciona hemicelulosa disponible para la hidrólisis que produce azúcares fermentables. Como se describe en el presente documento, el tratamiento de la materia prima impregnada con ácido a temperatura y presión elevadas corresponde en general al tratamiento conocido en la técnica denominado habitualmente "explosión de vapor". Los procedimientos de explosión de vapor se describen en general, por ejemplo, en el documento de Patente de Estados Unidos N° 1.824.221, el documento de Patente de Estados Unidos N° 4.461.648, y el documento de Patente de Canadiense N° 1 096 374, la totalidad de los contenidos de los cuales se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos.

Como se muestra en la Figura 1, la materia prima impregnada con ácido 33 se introduce en general en un recipiente 37 que comprende una zona de contacto para el tratamiento con vapor. La materia prima impregnada con ácido está habitualmente en forma de una suspensión, o torta. Por ejemplo, se puede presionar la suspensión impregnada con ácido para formar una torta, o tapón, de sólidos tratados para su introducción en el recipiente de tratamiento con vapor. La forma y la configuración precisas del recipiente no son estrictamente críticas y se pueden seleccionar por un experto en la materia dependiendo de las circunstancias particulares (por ejemplo, propiedades de la materia prima y condiciones de operación). En general, el recipiente incluye un puerto de entrada para la introducción de la materia prima y uno o más puertos de salida, o salidas, para liberar la materia prima tratada y/o diversos componentes generados durante el tratamiento con vapor. Una vez que la materia prima está contenida en el recipiente, el recipiente se presuriza y la materia prima se calienta. Habitualmente, la materia prima se mantiene a una temperatura objetivo durante un tiempo suficiente para proporcionar el calentamiento adecuado de la materia prima. Después de un periodo de presurización del recipiente y del calentamiento de la materia prima, la materia prima se libera del recipiente, o zona de contacto. Como se ha indicado, la disminución brusca de la presión durante esta liberación promueve la descomposición del complejo celulosa-hemicelulosa-lignina. Es decir, la disminución brusca de la presión causa un efecto explosivo en virtud de un rápido aumento del volumen del vapor y los gases atrapados en el interior de la estructura porosa de la biomasa que causa altas velocidades de gas incidente instantáneo y/o vaporización instantánea del agua caliente que ha ocupado o ha sido forzada al interior de la

estructura de la fibra de modo que se convierte en literalmente explosiva cuando se expande.

En general, la proporción de vapor usada depende del contenido de humedad inicial, la temperatura, y/o el volumen hueco de la materia prima. Habitualmente, la relación de la masa total de H₂O (es decir, vapor) con respecto al rastrojo de maíz impregnado con ácido introducido en el recipiente y/o la zona de contacto es al menos aproximadamente 0,1:1, más habitualmente al menos aproximadamente 0,15:1 y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente 0,2:1. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, la relación de masa de H₂O con respecto a la materia prima impregnada con ácido es de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 0,5:1 y, más preferentemente, de aproximadamente 0,2:1 a aproximadamente 0,4:1, resultando en la condensación de vapor de agua superatmosférico que se entremezcla con, y penetra en, la fibra.

1. Presión

En general, y de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1, el vapor (habitualmente saturado) se introduce en un recipiente 37 a una presión manométrica de al menos aproximadamente 517 kPa (75 psig), al menos aproximadamente 862 kPa (125 psig) o al menos aproximadamente 1034 kPa (150 psig). Habitualmente, la materia prima impregnada con ácido y el H₂O se ponen en contacto dentro del recipiente (por ejemplo, dentro de una zona de contacto que comprende un puerto de entrada que comprende una zona de recepción de materia prima pretratada y un puerto de salida para la retirada de la materia prima de la zona de contacto) a una presión manométrica de 517 - 1724 kPa (75 a 250 psig), más habitualmente de 620,5 - 1448 kPa (90 a 210 psig) y, aún más habitualmente, de 1034 - 1379 kPa (150 a 200 psig). Además o alternativamente, la materia prima impregnada con ácido y el H₂O se ponen en contacto habitualmente dentro de una zona de contacto que comprende una fase de vapor en la que la presión parcial manométrica de agua es al menos 379 kPa (55 psig). Habitualmente, la presión parcial manométrica de vapor de agua en la zona de contacto es al menos 1034 kPa (150 psig) y, más habitualmente, al menos 1206,5 kPa (175 psig).

2. Cambio de presión

Como se indicado, el cambio brusco de la presión proporcionado por la extracción, o retirada de la materia prima pretratada de la zona de contacto a una zona o recipiente de recepción de presión reducida degrada el complejo lignina-hemicelulosa-celulosa. Habitualmente, la materia prima de biomasa pretratada se libera de la zona de contacto a un entorno de presión atmosférica. Los cambios de presión asociados con tal tratamiento pueden ser habitualmente de al menos 689,5 kPa (100 psig), al menos 827 kPa (120 psig) o al menos 1034 kPa (150 psig). La liberación de la materia prima pretratada de la zona de contacto de esta forma se puede usar en un pretratamiento adecuado, pero pueden surgir uno o más inconvenientes. Por ejemplo, los cambios bruscos de presión a presión atmosférica pueden liberar uno o más componentes volátiles (por ejemplo, ácido acético, furfural, e hidroximetil furfural) y pueden promover la degradación de la fibra. Ocasionalmente, los componentes volátiles se pueden retirar y recuperar durante, por ejemplo, lavado con agua, extracción de lignina, hidrólisis, y/o fermentación. Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, la materia prima pretratada se retira de la zona de contacto a una zona o recipiente de recepción adecuado que comprende un puerto de entrada en el que la presión es mayor que la presión atmosférica. Más particularmente, en diversas realizaciones preferentes, para mantener una despresurización adecuada y preferentemente rápida que proporcione una degradación eficaz de la estructura de la fibra y libere uno o más componentes volátiles, la presión en el puerto de salida, o salida de la zona de contacto de vapor y en el puerto de entrada de la zona de recepción difiere habitualmente en menos de 689,5 kPa (100 psig), más habitualmente menos de 517 kPa (75 psig) y, aún más habitualmente, menos de 345 kPa (50 psig).

En general, a medida que la presión dentro de la zona de contacto aumenta, la degradación de las fibras de materia prima aumentada después de la liberación de presión. Las fibras degradadas pueden introducir inconvenientes en el procesamiento posterior. Por ejemplo, las fibras degradadas pueden ser más difíciles de filtrar después del lavado posterior. Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, la presión dentro de la zona de contacto se controla para evitar preferentemente una degradación considerable de las fibras de materia prima.

A una presión parcial dada de vapor de agua, la presión total en la zona de contacto puede aumentar en base a la presencia de componentes no condensables de la materia prima (por ejemplo, aire). Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, como se muestra en la Figura 1, la presión dentro de la zona de contacto se puede controlar por liberación de al menos una parte de una fase de vapor presente dentro de la zona de contacto del recipiente de tratamiento con vapor 37 en forma de una corriente instantánea 41. En general, la relación de masa de la corriente instantánea retirada del recipiente de pretratamiento con respecto a la proporción total de vapor introducido en el recipiente es al menos aproximadamente 0,1:1, al menos aproximadamente 0,15:1, o al menos aproximadamente 0,20:1. Habitualmente, la relación de masa de la corriente instantánea 41 retirada del recipiente con respecto al vapor introducido en el mismo es de aproximadamente 0,15:1 a aproximadamente 0,5:1 y, más habitualmente, de aproximadamente 0,2:1 a aproximadamente 0,4:1.

3. Temperatura

La temperatura del vapor introducido en el recipiente y/o la temperatura dentro del recipiente y/o la zona de contacto es habitualmente de aproximadamente 160 °C a aproximadamente 220 °C, más habitualmente de aproximadamente

170 °C a aproximadamente 210 °C y, aún más habitualmente, de aproximadamente 180 °C a aproximadamente 200 °C.

En diversas realizaciones preferentes, la distribución de la humedad (por ejemplo, vapor de agua del tratamiento con vapor) en la materia prima impregnada con ácido es en general uniforme y, más preferentemente, básicamente uniforme. Se cree actualmente que una distribución de humedad promueve una temperatura relativamente uniforme en la zona de contacto y una temperatura relativamente uniforme de la materia prima. Por lo tanto, la materia prima se eleva habitualmente a una temperatura objetivo dentro de la zona de contacto mediante distribución del vapor en la materia prima de modo que la temperatura media de una parte considerable de la materia prima no varía de una temperatura objetivo en ningún grado considerable. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, la temperatura media de una región de la materia prima de biomasa (por ejemplo, una parte de la materia prima que constituye al menos aproximadamente un 5 % en peso, al menos aproximadamente un 25 % en peso, o al menos aproximadamente un 50 % en peso de la materia prima) no difiere en más de 5 °C de la temperatura objetivo. A modo de ejemplo adicional, la temperatura media de una región de la biomasa que constituye al menos aproximadamente un 60 % en peso, o al menos aproximadamente un 75 % en peso de la materia prima no difiere en más de 5 °C o no más de 3 °C de la temperatura objetivo. Para promover una distribución de temperatura regular en el recipiente y/o la zona de contacto, se usan diversos controles. Por ejemplo, el contenido total de sólidos de la materia prima introducida en el recipiente y/o la zona de contacto se mantiene preferentemente de aproximadamente un 30 % en peso a aproximadamente un 70 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 60 % en peso). Tener una materia prima con un contenido total de sólidos dentro de este intervalo promueve el calentamiento regular de la materia prima impregnada con ácido mediante la inyección directa de vapor ya que las materias primas con un contenido mayor de humedad pueden dar como resultado la formación de una gran cantidad de condensado en la materia prima que impide la penetración del vapor y la transferencia de calor en la materia prima. Si fuera necesario, la materia prima se puede deshidratar por retirada del exceso de medio líquido ácido usando un dispositivo de separación sólido/líquido mecánico tal como una prensa de husillo de deshidratación. Se pueden usar como dispositivo de deshidratación alimentadores de lecho sinfín usados habitualmente en conexión con digestores de pretratamiento (por ejemplo, digestores continuos de pretratamiento). Además, se pueden usar boquillas de vapor múltiple para promover una inyección relativamente rápida de vapor en el recipiente de pretratamiento. Por ejemplo, en conexión con digestores discontinuos de pretratamiento, se colocan preferentemente boquillas de vapor múltiple en las partes inferiores del digestor y se colocan otras en la parte superior del reactor de modo que cuando las válvulas se abran inicialmente se produzca un contacto directo entre el vapor y la masa de materia prima asentada en el recipiente. Se cree actualmente que la ventilación con gases no condensables contribuye al mantenimiento de la temperatura del vapor cerca de la temperatura del vapor de entrada, contribuyendo de este modo a una distribución de temperatura regular en la materia prima de biomasa.

La temperatura dentro del recipiente de pretratamiento también se puede controlar para contribuir a la ventilación de uno o más componentes volátiles generados durante los cambios bruscos de presión de la materia prima impregnada con ácido a presión atmosférica. Por ejemplo, se ha informado que el furfural permanece volátil y por lo tanto es capaz de retirarse por ventilación a temperaturas que exceden de 110 °C (por ejemplo, mayor de aproximadamente 120 °C). Por lo tanto, en diversas realizaciones preferentes, la temperatura del recipiente de tratamiento con vapor se mantiene por encima de este nivel para promover la ventilación del furfural y los gases no condensables.

4. Tiempo de residencia

A medida que aumenta el tiempo de residencia de la materia prima impregnada con ácido en el recipiente para el tratamiento con vapor, se puede observar degradación de la celulosa y/o la hemicelulosa en productos indeseados. Por ejemplo, en el caso de la celulosa, se pueden formar productos de degradación tales como hidroximetil furfural durante periodos de tratamiento prolongados. Por lo tanto, el tiempo de residencia dentro del reactor se selecciona habitualmente para proporcionar un aumento en la biodisponibilidad de celulosa y/o solubilización de hemicelulosa sin dar como resultado productos de degradación.

En general, la materia prima impregnada con ácido y el H₂O (es decir, vapor) se ponen en contacto entre aproximadamente 1 y aproximadamente 60 minutos, más en general entre aproximadamente 1 y aproximadamente 30 minutos y, aún más en general, entre aproximadamente 1 y aproximadamente 20 minutos. Habitualmente, la materia prima impregnada con ácido y el H₂O se ponen en contacto entre aproximadamente 1 y aproximadamente 10 minutos, más habitualmente entre aproximadamente 2 y aproximadamente 6 minutos y, aún más habitualmente, entre aproximadamente 3 y aproximadamente 5 minutos.

5. Tamaño de partícula

Además de impacto en la impregnación ácida, el tamaño de los sólidos particulados puede tener impacto en la eficacia del pretratamiento con vapor. Por ejemplo, a medida que aumenta el tamaño de partícula, la densidad aparente de los sólidos de biomasa que se van a tratar tiende a disminuir. Por lo tanto, la carga útil y/o la rentabilidad de la operación de pretratamiento con vapor pueden sufrir. Además, un aumento del tamaño de partícula de los sólidos y la disminución concomitante del área superficial de sólidos expuesta puede tener un impacto negativo en la distribución del ácido presente en la materia prima impregnada con ácido, y del mismo modo impedir la distribución

de vapor en la materia prima impregnada con ácido. Además o alternatively, se cree actualmente que en general a medida que disminuye el tamaño de las partículas que constituyen la biomasa, aumenta en general la fracción hueca en la materia prima de biomasa impregnada con ácido, lo que promueve la distribución del vapor en las partículas de materia prima. Por lo tanto, una materia prima pretratada con ácido que contiene una fracción considerable de partículas dentro de los intervalos de tamaño de partícula preferentes indicados anteriormente proporciona ventajas durante el posterior tratamiento con vapor. Mientras que la fracción hueca de las partículas de materia prima promueve en general la distribución de vapor, se cree actualmente que una distribución irregular de la fracción hueca puede proporcionar partes relativamente grandes de la fracción hueca que atrapan eficazmente una parte del vapor introducido en el reactor y que el vapor atrapado en esta fracción hueca no contribuye en ningún grado considerable al pretratamiento de la biomasa. Se cree actualmente que se puede producir una distribución irregular de la fracción hueca con respecto a la materia prima que comprende una fracción considerable de partículas relativamente grandes o una fracción considerable de partículas relativamente pequeñas. Por lo tanto, del mismo modo, la materia prima pretratada con ácido contiene preferentemente una fracción considerable de partículas dentro de los intervalos de tamaño de partícula preferentes indicados anteriormente para evitar preferentemente una distribución excesivamente irregular de la fracción hueca.

Además, el tratamiento con vapor de la materia prima impregnada con ácido reduce habitualmente el tamaño de los sólidos particulados de la materia prima impregnada con ácido. Durante la hidrólisis posterior (por ejemplo, hidrólisis enzimática de celulosa usando una enzima celulasa), los sólidos particulados de tamaño reducido pueden proporcionar un aumento del área superficial expuesta de celulosa y/o hemicelulosa que se debería proporcionar de otro modo por los sólidos particulados de la materia prima antes del tratamiento con vapor.

6. Equipo

La forma del recipiente, o reactor, usado para el tratamiento de vapor no es estrictamente crítica y se puede seleccionar por un experto en la materia dependiendo de las condiciones de procedimiento pretendidas. El tratamiento con vapor se puede realizar en una base discontinua o continua. Por ejemplo, en el caso de operaciones discontinuas, el recipiente puede estar en forma de un reactor de tanque agitado o no agitado. En el caso de operaciones de tratamiento con vapor continuas, el recipiente puede estar en forma de una mezcladora de alimentación sinfín horizontal continua o un recipiente vertical. La operación continua puede proporcionar una o más ventajas que incluyen, por ejemplo, evitar la necesidad de despresurización y represurización de la zona de contacto entre lotes, lo que resulta en el requisito de mayores volúmenes de reactor. En general, la materia prima impregnada con ácido se introduce en el recipiente de tratamiento con vapor usando aparatos convencionales conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, un alimentador tal como un alimentador de lecho sinfín.

7. Pretratamiento en dos etapas

Además, de acuerdo con la presente invención y, más particularmente, con el procedimiento que se representa en la Figura 1, las condiciones de temperatura y presión elevadas a las que se somete la materia prima impregnada con ácido se pueden controlar para promover la dispersión ventajosa de ácido en la materia prima. Más particularmente, las condiciones de temperatura y presión elevadas pueden comprender una pluralidad de intervalos, o etapas de condiciones variables y, en diversas realizaciones preferentes, incluyen dos etapas en que difieren la temperatura y la presión. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes, la materia prima impregnada con ácido y el vapor (es decir, H₂O) se ponen en contacto en un recipiente adecuado como se ha descrito anteriormente en un primer conjunto de condiciones (es decir, un "período de exposición al vapor inicial") con la finalidad de descomponer el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina y la hidrólisis de xilano. Este primer conjunto de condiciones está en general dentro del intervalo de condiciones de pretratamiento proporcionado en otro lugar en el presente documento y proporciona habitualmente un calentamiento rápido de la materia prima impregnada con ácido. Más particularmente, de acuerdo con diversas realizaciones preferentes, la temperatura del recipiente de tratamiento con vapor se mantiene habitualmente de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 240 °C y, más habitualmente, de aproximadamente 160 °C a aproximadamente 230 °C. Habitualmente, la materia prima impregnada con ácido se somete a una presión manométrica de vapor saturado de 379 - 3240,5 kPa (55 a 470 psig) y, más habitualmente, de 517-2620 kPa (75 a 380 psig) durante este periodo inicial. Para proporcionar un recipiente o una zona de contacto en estas condiciones, se introduce vapor habitualmente a una presión manométrica de al menos 517 kPa (75 psig), o al menos 689,5 kPa (100 psig) en el recipiente mientras que se purga aire del recipiente, por ejemplo, por ventilación del recipiente. Después de completar el purgado de aire del recipiente, se cierran los puertos de salida del recipiente y continúa la introducción del vapor presurizado en el recipiente hasta conseguir las condiciones deseadas. En diversas realizaciones (por ejemplo, cuando la materia prima pretratada se somete a relativamente bajo) el tiempo de contacto de la materia prima impregnada con ácido y el vapor bajo el primer conjunto de condiciones incluyendo la introducción de vapor adicional y el purgado del recipiente es habitualmente de aproximadamente 1 a aproximadamente 45 minutos y, más habitualmente, de aproximadamente 1 a aproximadamente 30 minutos.

Para un tratamiento discontinuo, una vez que se completa la primera etapa de tratamiento con vapor, se discontinúa la introducción del vapor presurizado en el recipiente y la presión dentro del recipiente, o zona de contacto, se reduce, y se realiza la segunda etapa del pretratamiento a presión y temperatura reducidas antes de que los contenidos del recipiente de pretratamiento se descarguen de forma explosiva en un recipiente de recogida después

de completarse la segunda etapa de pretratamiento. Para un pretratamiento continuo, una vez que se completa la primera etapa de pretratamiento con vapor, la materia prima parcialmente pretratada se transfiere a un recipiente de segunda etapa en el que la materia prima parcialmente pretratada se somete a condiciones de presión/temperatura reducidas. Independientemente de si el pretratamiento se realiza como un procedimiento discontinuo o continuo, después de completarse la segunda etapa de pretratamiento, la materia prima pretratada se descarga de forma explosiva en un recipiente de recogida. En general, la presión dentro del recipiente de recogida se mantiene a una presión ligeramente superior a la presión atmosférica para evitar la introducción de contaminantes desde el exterior del recipiente a presión atmosférica por apertura de más puertos de salida, o ventilaciones del recipiente, o por inactivación del vapor instantáneo con una pulverización de agua, o por combinación de ventilación y pulverización de agua. Habitualmente, durante la segunda etapa de condiciones de pretratamiento, la presión dentro del recipiente, o zona de contacto, representa una reducción en la presión manométrica de al menos 207 kPa (30 psig) y, más habitualmente, al menos 345 kPa (50 psig) (por ejemplo, 517 kPa (75 psig) o superior) en comparación con la presión dentro del recipiente o zona de contacto durante la primera etapa. Por ejemplo, la presión manométrica de vapor saturado dentro del recipiente o zona de contacto durante la segunda etapa es preferentemente de 175 a 1034 kPa (25 psig a 150 psig) y, más preferentemente, de 345 - 689,5 kPa (50 psig a 100 psig). Además o alternativamente, la temperatura dentro del recipiente o zona de contacto de la segunda etapa es preferentemente de 130 a 185 °C y, más preferentemente, de 145 a 170 °C. La finalidad de la segunda etapa (es decir, ventilación del vapor o enfriamiento de la materia prima pretratada por adición de agua u otros líquidos o soluciones a temperatura inferior) es la hidrólisis adicional de xilano. Esta etapa se realiza habitualmente durante un período de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 5 minutos y, más habitualmente, se realiza durante un período de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 3 minutos. Una vez que se completa la segunda etapa, la materia prima pretratada se expulsa del recipiente (es decir, como se ha descrito anteriormente y con respecto al procedimiento que se representa en la Figura 1).

Independientemente de si la operación es discontinua o continua, la finalidad principal de la segunda etapa de pretratamiento a temperatura y presión inferiores es la hidrólisis de los azúcares oligoméricos generados durante la primera etapa de pretratamiento. Durante el pretratamiento en dos etapas discontinuo, el período de ventilación o reducción de presión del recipiente libera componentes volátiles tales como furfural, hidroximetil furfural y ácido acético.

El pretratamiento en dos etapas de acuerdo con la presente invención también se puede realizar mediante el siguiente procedimiento. En la primera etapa, la materia prima impregnada con ácido se somete a condiciones eficaces dentro de una zona de contacto para solubilizar hemicelulosa y producir una materia prima tratada con vapor. En particular, las condiciones dentro de la primera etapa son eficaces para proporcionar una fracción líquida dentro de la primera etapa, o zona de contacto, que comprende xilosa. En general, la materia prima impregnada con ácido se pone en contacto con vapor saturado a presiones manométricas que varían de 517 a 1724 kPa (75 psig a 250 psig) o de 689,5 a 1379 kPa (100 psig a 200 psig). Habitualmente, en la primera etapa, la materia prima impregnada con ácido se pone en contacto con vapor saturado a una presión manométrica de 965 a 1172 kPa (140 psig a 170 psig). Las temperaturas a las que se somete la materia prima impregnada con ácido en la primera etapa de pretratamiento son en general de 140 °C a 230 °C o de 160 °C a 200 °C. En general, la primera etapa de condiciones de temperatura/presión elevadas se realiza de 1 a 15 minutos, y habitualmente de 2 a 10 minutos.

Durante la primera etapa de pretratamiento, los componentes de vapor no condensable (por ejemplo, retenidos en la materia prima impregnada con ácido) y los componentes volátiles generados durante el tratamiento con vapor (por ejemplo, ácido acético y furfural) se pueden retirar continuamente del recipiente por ventilación del recipiente combinado con introducción de vapor reciente para mantener la presión dentro del recipiente básicamente constante. En general, se localizan boquillas de ventilación para proporcionar la ventilación de los componentes de vapor sin ventilar las fibras de materia prima.

Después de completar la primera etapa de pretratamiento, la materia prima tratada con vapor se somete a continuación a condiciones eficaces adicionales en una segunda zona para la solubilización adicional de hemicelulosa, hidrólisis de oligosacáridos, y producción de una fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor. La presión a la que se somete la materia prima tratada con vapor en esta segunda zona es inferior que la presión dentro de la zona de contacto de la primera etapa. Por ejemplo, la materia prima tratada con vapor se somete habitualmente a presiones manométricas de 34,5 a 345 kPa (5 a 50 psig), de 34,5 a 276 kPa (5 psig a 40 psig) o de 67 a 103,5 kPa (10 a 15 psig) durante esta segunda etapa de pretratamiento. De ese modo, la segunda etapa de pretratamiento se puede describir como realizada en una zona de despresurización. Las presiones durante la segunda etapa y dentro de la zona de despresurización se corresponden en general con temperaturas de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 150 °C, más habitualmente de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 140 °C (por ejemplo, de aproximadamente 110 °C a aproximadamente 120 °C).

De acuerdo con el procedimiento de pretratamiento en dos etapas, se retira una fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor de la zona de despresurización. La fracción volatilizada comprende en general furfural, ácido acético, vapor, o una combinación de los mismos. La liberación de la fracción volatilizada controla la presión y la temperatura dentro de la zona de despresurización. La liberación de la fracción volatilizada y el control de presión/temperatura se pueden realizar usando una válvula o amortiguador de control de presión en la línea de gas de salida.

Las condiciones dentro de la zona de despresurización son eficaces para solubilizar hemicelulosa y, por lo tanto, proporcionar una fracción líquida dentro de la zona de despresurización que contiene xilosa. Las condiciones dentro de la zona de despresurización se controlan para proporcionar la solubilización continua de hemicelulosa, pero sin excesiva degradación de celulosa y azúcares. Habitualmente, las condiciones de la zona de despresurización se controlan para proporcionar un contenido de xilosa de la fracción líquida que representa un rendimiento de xilosa de al menos aproximadamente un 60 %, al menos aproximadamente un 70 %, o al menos aproximadamente un 80 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa celulósica. Además o alternativamente, las condiciones de la zona de despresurización proporcionan un contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización que es habitualmente al menos un 5 %, 10 %, 20 %, o 30 % o superior que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de contacto.

El control de temperatura dentro de la zona de despresurización permite la ventilación de componentes volátiles tales como, por ejemplo, vapor, ácido acético y furfural. La ventilación de furfural en la fase de vapor evita la reacción del furfural en la fase líquida con azúcares y/o la formación de inhibidores de hidrólisis enzimática. Por lo tanto, las condiciones dentro de la zona de despresurización mantienen preferentemente el furfural en la fase de vapor. Dado que se conoce que el furfural existe en la fase de vapor a temperaturas que exceden de 110 °C, las condiciones dentro del recipiente de la segunda etapa mantienen preferentemente la temperatura por encima de 110 °C para permitir la ventilación del componente volátil de furfural. Aunque se mantienen preferentemente por encima de 110 °C para mantener el componente de furfural en un estado volátil, a menudo son preferentes temperaturas en o dentro del menor de los intervalos indicados anteriormente (por ejemplo, de aproximadamente un 110 °C a aproximadamente un 115 °C) para maximizar la diferencia de temperatura entre las fibras y la materia prima y el líquido absorbente caliente, lo que puede servir para aumentar la velocidad a la que se enfrían las fibras.

Ventajosamente, el control de presión y temperatura dentro de la despresurización se puede realizar sólo mediante la liberación de una parte de la fracción volatilizada y se realiza preferentemente sólo mediante la liberación de una parte de la fracción volatilizada. Es decir, el procedimiento de pretratamiento en dos etapas de la presente invención no usa ningún medio líquido adicional para el control de temperatura y/o del ajuste de pH.

Este pretratamiento en dos etapas se realiza preferentemente de forma continua. Es decir, la materia prima impregnada con ácido se somete preferentemente de forma continua a las condiciones indicadas anteriormente dentro de una zona de contacto para la primera etapa de pretratamiento mientras que la materia prima tratada con vapor proporcionada por la primera etapa de pretratamiento se somete de forma continua a las condiciones indicadas anteriormente dentro de la zona de despresurización y se libera una fracción volatilizada de la zona de despresurización. El procedimiento en dos etapas puede usar un recipiente individual o múltiple. Es decir, en diversas realizaciones, la zona de contacto para la primera etapa de pretratamiento y la zona de despresurización para la segunda etapa de pretratamiento están contenidas en un único recipiente. En diversas realizaciones distintas, la zona de contacto y la zona de despresurización están contenidas en recipientes separados. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la primera etapa se realiza en un digestor de pretratamiento vertical u horizontal y la segunda etapa se realiza en un recipiente adecuado tal como, por ejemplo, un tanque de soplado.

Después de completar la segunda etapa de pretratamiento, la materia prima se descarga continuamente del recipiente (por ejemplo, usando una cinta de transporte sinfín que alimenta una válvula de escape) y se introduce en el recipiente para la segunda etapa de pretratamiento. La segunda etapa del tratamiento con vapor se realiza en un recipiente adecuado tal como, por ejemplo, un tanque de soplado.

Se cree actualmente que el uso de un tanque de soplado de alta presión proporciona hidrólisis adicional de xilano a xilosa y disipación de calor de las fibras. Además, hay en general un período de tiempo después de la descarga de la materia prima pretratada del reactor antes de que las temperaturas de las fracciones sólida y líquida alcancen el equilibrio. Habitualmente, la fracción de sólidos se enfría a medida que el calor se transfiere por convección y/o conducción a la fracción líquida. Por lo tanto, a medida que la fracción de sólidos se enfría, la fracción del líquido se calienta. Durante la descarga a alta presión, una fracción considerable, y preferentemente básicamente la totalidad, del calor se libera de la fracción líquida por evaporación y por lo tanto a medida que el calor se transfiere desde los sólidos a la fracción líquida la recuperación de calor por la fracción líquida se libera a través de esta evaporación. Después de un período de tiempo adecuado, el material pretratado se somete a continuación a un tratamiento adicional que incluye, por ejemplo, acondicionamiento como se detalla en otra parte en el presente documento.

C. Materia prima pretratada

De nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima pretratada 45 está en forma de una mezcla que comprende fibras de materia prima y que incluye una fracción de sólidos y una fracción de líquidos. Habitualmente, la materia prima pretratada está en forma de una suspensión que comprende fibras insolubles, agua, y materiales solubles y que tiene un contenido de humedad de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 70 % en peso. La temperatura de la materia prima pretratada que sale de la zona de tratamiento con vapor no es estrictamente crítica, pero es habitualmente de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 120 °C y, más habitualmente, de aproximadamente 90 °C a aproximadamente 110 °C. El pH de la materia prima pretratada es habitualmente menos de aproximadamente 4, menos de aproximadamente 3,5, o menos de aproximadamente 3 (por ejemplo, de

aproximadamente 1 a aproximadamente 2,5).

1. Fracción de sólidos

La fracción de sólidos insoluble en agua de la materia prima pretratada comprende en general los sólidos de la materia prima impregnada con ácido que no se solubilizan durante el tratamiento con ácido y con vapor. La fracción de sólidos de la materia prima pretratada comprende en general celulosa, lignina sin solubilizar, hemicelulosa sin solubilizar, y cenizas sin solubilizar, y constituye en general al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o al menos aproximadamente un 50 % en peso de la materia prima pretratada. Por ejemplo, la fracción de sólidos insoluble en agua constituye habitualmente de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso de la materia prima pretratada, más habitualmente de aproximadamente un 50 % en peso a aproximadamente un 75 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 60 % en peso a aproximadamente un 75 % en peso de la materia prima pretratada. La composición de la fracción de sólidos de la materia prima pretratada corresponde en general con la composición de la materia prima impregnada con ácido, ajustada por la descomposición del complejo celulosa-hemicelulosa-lignina. Por ejemplo, en diversas realizaciones, al menos aproximadamente un 10 %, al menos aproximadamente un 20 %, al menos aproximadamente un 30 %, o al menos aproximadamente un 40 % del contenido de polisacáridos de la materia prima pretratada se solubiliza y se puede encontrar en la fracción líquida de la materia prima pretratada.

En general, la celulosa constituye al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 40 % en peso, o al menos aproximadamente un 50 % en peso de la fracción de sólidos insoluble en agua. Habitualmente, la celulosa constituye de aproximadamente un 35 % en peso a aproximadamente un 65 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 40 % en peso a aproximadamente un 60 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 45 % en peso a aproximadamente un 55 % en peso de la fracción de sólidos. El contenido de celulosa de los sólidos de la materia prima pretratada se puede determinar por medios convencionales conocidos por los expertos en la materia que incluyen, por ejemplo, hidrólisis con ácido concentrado de celulosa en glucosa y determinación de la glucosa liberada por cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC).

Un indicador de la eficacia del pretratamiento (es decir, eficacia de descomposición del complejo celulosa-hemicelulosa-lignina para proporcionar celulosa disponible para la preparación de azúcares fermentables) es una fracción de sólidos que incluye una fracción considerable del contenido inicial de celulosa de la materia prima. Por lo tanto, además o alternativamente, en diversas realizaciones preferentes la fracción de sólidos de la materia prima pretratada comprende habitualmente al menos aproximadamente un 40 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 45 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 50 % en peso del contenido inicial de celulosa de la materia prima. Como se detalla en los ejemplos de trabajo y los balances de masa que se proporcionan en el presente documento, se pueden proporcionar tales recuperaciones de celulosa en materias primas pretratadas mediante una diversidad de combinaciones de parámetros de pretratamiento.

La fracción de sólidos insoluble en agua también comprende habitualmente lignina. Por ejemplo, la lignina constituye habitualmente al menos aproximadamente un 20 % en peso, al menos aproximadamente un 25 % en peso, o al menos aproximadamente un 30 % en peso de la fracción de sólidos insoluble en agua. Además o alternativamente, la fracción de sólidos insoluble en agua de la materia prima pretratada comprende habitualmente hasta aproximadamente un 75 % en peso o hasta aproximadamente un 95 % en peso del contenido inicial de lignina de la materia prima.

Como se detalla posteriormente, el pretratamiento solubiliza en general una fracción considerable de hemicelulosa, pero puede estar presente una fracción de hemicelulosa en la fracción de sólidos insoluble en agua de la materia prima pretratada. Por ejemplo, la hemicelulosa puede constituir hasta aproximadamente un 4 % en peso, hasta aproximadamente un 6 % en peso, o hasta aproximadamente un 8 % en peso de la fracción de sólidos insoluble en agua. Más particularmente, hasta aproximadamente un 6 % en peso, hasta aproximadamente un 10 % en peso, hasta aproximadamente un 20 % en peso, o hasta aproximadamente un 25 % en peso del contenido inicial de hemicelulosa de la materia prima puede estar presente en la fracción de sólidos insoluble en agua de la materia prima pretratada.

2. Fracción líquida

La fracción líquida de la materia prima pretratada comprende habitualmente hemicelulosa solubilizada, celulosa solubilizada, y componentes solubilizados proporcionados por la degradación de la lignina. El pretratamiento aumenta preferentemente la biodisponibilidad de la materia prima que se puede indicar mediante, por ejemplo, la degradación del complejo celulosa-hemicelulosa-lignina y/o la descomposición de celulosa y/o hemicelulosa en azúcares fermentables. Por ejemplo, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1, la lignina y/o diversos azúcares fermentables solubles están presentes habitualmente en la fracción líquida de la materia prima pretratada. Más particularmente, los azúcares fermentables (por ejemplo, glucosa, xilosa, arabinosa, manosa, galactosa, y diversos oligómeros de los mismos) constituyen en general al menos aproximadamente un 30 % en peso, al menos aproximadamente un 50 % en peso, o al menos aproximadamente un 75 % en peso de la fracción soluble en agua de la materia prima pretratada. Habitualmente, los azúcares fermentables constituyen de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 95 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 60 a

aproximadamente un 90 % en peso de la fracción soluble en agua de la materia prima pretratada. Además o alternativamente, los azúcares fermentables (por ejemplo, xilosa) solubilizados en la parte de licor de la materia prima pretratada representan en general un rendimiento (en base al contenido de azúcar fermentable de la materia prima) de al menos aproximadamente un 70 %, al menos aproximadamente un 80 %, o al menos aproximadamente un 90 %.

La lignina constituye habitualmente al menos aproximadamente un 0,5 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 1 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 4 % en peso de la fracción soluble en agua de la materia prima pretratada. Además o alternativamente, como se ha indicado, la fracción líquida también puede comprender componentes derivados de lignina solubles. Por ejemplo, la fracción líquida puede comprender componentes fenólicos derivados de lignina solubles en agua y productos de degradación de lignina de peso molecular relativamente bajo.

III. Acondicionamiento

De nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima pretratada 45 se introduce en el recipiente de acondicionamiento 49 junto con una corriente de acondicionamiento 53. La materia prima pretratada puede comprender uno o más componentes que inhiban la hidrólisis de la hemicelulosa y/o la celulosa. Estos componentes también pueden inhibir la fermentación de azúcares derivados de hemicelulosa y/o celulosa. Por ejemplo, la lignina a menudo se descompone en compuestos fenólicos solubles en agua durante el pretratamiento. La materia prima pretratada también puede comprender productos de degradación de hidrólisis de hemicelulosa y/o celulosa. Por ejemplo, la hemicelulosa y/o la celulosa se pueden hidrolizar durante el pretratamiento para formar un azúcar que se puede degradar para formar uno o más de hidroximetil furfural (HMF), furfural, y/o ácido acético. De acuerdo con la presente invención, el acondicionamiento para la retirada de inhibidores se realiza ventajosamente antes de la hidrólisis enzimática con la finalidad principal de la hidrólisis de hemicelulosa o celulosa para proporcionar azúcares fermentables. Se cree actualmente que el acondicionamiento de esta forma contribuye a rendimientos máximos de azúcar fermentable y etanol tanto en la hemicelulosa como en la celulosa.

En general, la materia prima pretratada se pone en contacto con material adecuado para la absorción y/o formación de un complejo con uno o más de los inhibidores y/o neutralización de uno o más inhibidores. En diversas realizaciones en las que la materia prima comprende compuestos fenólicos solubles en agua, el procedimiento comprende el contacto de la materia prima con material que absorbe y/o forma un complejo con uno o más compuestos fenólicos. Por ejemplo, la materia prima pretratada o su parte de licor se puede poner en contacto con un hidróxido u óxido de metal alcalino que forma una sal de fenato. Fuentes alcalinas adecuadas incluyen hidróxido sódico, hidróxido de calcio, hidróxido de amonio, óxido de calcio (cal), y las combinaciones de los mismos. Las sales de fenato formadas de ese modo se pueden retirar de la materia prima pretratada de acuerdo con medios conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, filtración. A modo de ejemplo adicional, la materia prima se puede poner en contacto con material que contiene proteínas que absorba los compuestos fenólicos y/o forme un complejo y/o un aducto con los compuestos fenólicos. Para este fin son adecuados diversos materiales que contienen proteínas (por ejemplo, enzimas, células de levadura y caldos de fermentación generados durante la producción de enzimas). Las enzimas (por ejemplo, lacasa) pueden proporcionar la degradación de compuestos fenólicos. Además, se puede usar material que contiene proteínas obtenido en otras etapas del procedimiento. Por ejemplo, se pueden usar para este fin destilado fino y mosto de cereales producidos como se describe en otra parte en el presente documento. Las sales metálicas y/o los materiales que contienen proteínas también se pueden usar en el tratamiento con el fin de complejar y/o absorber productos de degradación de hemicelulosa y/o celulosa. Se pueden introducir sales metálicas adecuadas (por ejemplo, sulfato ferroso y sulfato de magnesio) en la fracción de licor de la materia prima pretratada con una concentración de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 1 milimol/l (mmol/L).

Habitualmente, la materia prima pretratada se acondiciona sin ninguna etapa intermedia entre el tratamiento con vapor y la adición de agentes de acondicionamiento. Sin embargo, dado que se pueden formar adicionalmente productos de degradación en la materia prima pretratada a temperatura elevada, la temperatura de la materia prima antes del acondicionamiento se mantiene preferentemente en no más de aproximadamente 140 °C, o no más de aproximadamente 120 °C. Si fuera necesario, la materia prima pretratada se puede enfriar antes del acondicionamiento para ajustar su temperatura dentro de estos intervalos.

La corriente de acondicionamiento 53 está habitualmente en forma de un medio líquido acuoso que comprende uno o más de los componentes indicados anteriormente. Habitualmente, los uno o más componentes están presentes en la corriente en una proporción de aproximadamente un 0,25 a aproximadamente un 2,5 % en peso y, más habitualmente, en una proporción de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 1 % en peso. En general, la relación de masa de la corriente 53 con respecto a la materia prima pretratada 45 introducida en el recipiente de acondicionamiento 49 es al menos aproximadamente 0,05:1, o al menos aproximadamente 0,1:1. Por ejemplo, habitualmente la relación de masa de la corriente 53 con respecto a la materia prima pretratada 45 introducida en el recipiente de acondicionamiento es de aproximadamente 0,05:1 a aproximadamente 0,25:1 y, más habitualmente de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 0,2:1. El contacto de la materia prima pretratada con la corriente de acondicionamiento dentro del recipiente de acondicionamiento forma una materia prima acondicionada 57. Con respecto a los componentes principales valiosos, es decir, celulosa, hemicelulosa, y azúcares, la composición de la materia prima acondicionada corresponde en general con la de la materia prima pretratada, con las proporciones de

los componentes reducidas en base a la dilución de la materia prima pretratada por mezcla con la corriente de acondicionamiento dentro del recipiente de acondicionamiento. Actualmente se cree que el acondicionamiento tiene poco impacto, o ninguno, sobre, por ejemplo, la composición de celulosa, hemicelulosa, azúcar solubilizado y/o lignina de la materia prima pretratada. Los productos de degradación de lignina se pueden retirar de la materia prima pretratada en virtud de la complejación o reacción con un componente de la corriente de acondicionamiento. Por ejemplo, la materia prima acondicionada 57 está en general en forma de una suspensión que comprende una fracción de sólidos y una fracción líquida, y que tiene un contenido total de sólidos de al menos aproximadamente un 10 % en peso, al menos aproximadamente un 20 % en peso, o al menos aproximadamente un 30 % en peso. Por ejemplo, el contenido de sólidos de la materia prima acondicionada es habitualmente de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso.

IV. Hidrólisis enzimática

De nuevo con referencia a la Figura 1, la materia prima acondicionada 57 se introduce en el recipiente 61 y se pone en contacto con una corriente que contiene enzimas 65 para la hidrólisis enzimática que proporciona glucosa y azúcares fermentables derivados de hemicelulosa. Enzimas adecuadas incluyen diversas enzimas hemicelulasa y celulasa producidas en general por fermentación de un microorganismo del género *Trichoderma*, incluyendo, por ejemplo, xilanasas, β -xilosidasas, acetil esterasa, y α -glucuronidasas, endo y exo glucanasa, celobiasa, y las combinaciones de las mismas. Estas enzimas se pueden aislar de soluciones de enzimas mediante técnicas de fraccionamiento conocidas en la técnica que incluyen, por ejemplo, precipitación y ultrafiltración con sulfato de amonio, o recuperación de caldo completo de producción de enzimas.

La hemicelulosa está compuesta principalmente de polisacáridos que comprenden azúcares de cinco y seis carbonos que incluyen, por ejemplo, glucosa, xilosa, manosa, galactosa, ramnosa, y arabinosa. Habitualmente, la parte de hemicelulosa de la biomasa lignocelulósica está compuesta principalmente de xilosa (un monosacárido que contienen cinco átomos de carbono y que incluye un grupo funcional aldehído). Por lo tanto, la materia prima pretratada se pone en contacto habitualmente con una enzima xilanasas (corriente de enzimas 65 en la Figura 1). Las xilanasas son una clase de enzimas que degradan el polisacárido lineal β -1,4-xilano en xilosa. La hemicelulosa también comprende habitualmente arabinosa, también un monosacárido que contiene cinco átomos de carbono e incluye un grupo funcional aldehído.

La corriente de enzimas 65 comprende en general una enzima completamente dispersada y/o disuelta en un medio líquido adecuado (por ejemplo, agua). Habitualmente, la corriente de enzimas está en forma de una suspensión que tiene un contenido de sólidos de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 20 % en peso y, aún más habitualmente, un contenido de sólidos de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 15 % en peso. La relación de masa de la corriente de enzima con respecto a la materia prima acondicionada es en general de aproximadamente 0,005:1 a aproximadamente 0,1:1, habitualmente de aproximadamente 0,005:1 a 0,1:1 y, aún más habitualmente, de aproximadamente 0,007:1 a aproximadamente 0,05:1.

La configuración del recipiente para el contacto de la enzima y la materia prima pretratada no es estrictamente crítica y se puede seleccionar fácilmente por un experto en la materia. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la hidrólisis se realiza de forma continua usando un reactor de lecho fluido. La hidrólisis enzimática de la hemicelulosa también se puede realizar como un procedimiento discontinuo usando un reactor de tanque agitado. Independientemente de la naturaleza precisa del procedimiento (por ejemplo, discontinuo o continuo), la mezcla de la materia prima pretratada y la enzima se agita preferentemente para promover el contacto y, por lo tanto, promover la hidrólisis de la hemicelulosa en azúcares sencillos que se pueden fermentar para producir etanol.

Las condiciones precisas de la hidrólisis no son estrictamente críticas, pero se seleccionan y controlan en general para proporcionar rendimientos de azúcar adecuados. Habitualmente, la carga de enzima en la zona de contacto es al menos aproximadamente 1 Unidad de Papel de Filtro (UPF) (es decir, Unidades Internacionales de actividad sobre papel de filtro en micromoles de glucosa por minuto) por g de glucano o celulosa, más habitualmente al menos aproximadamente 2 UPF por g de glucano o celulosa y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente 5 UPF de enzima por g de glucano o celulosa. En diversas realizaciones preferentes, la carga de enzima en el reactor es de aproximadamente 2 a aproximadamente 40 UPF por g de glucano o celulosa, de aproximadamente 4 a aproximadamente 20 UPF por g de glucano o celulosa, o de aproximadamente 5 a aproximadamente 15 UPF por g de glucano o celulosa. La temperatura a la que se realiza la reacción de hidrólisis no es estrictamente crítica, pero es habitualmente de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 70 °C (por ejemplo, aproximadamente 50 °C). Además o alternativamente, la hidrólisis se realiza habitualmente a un pH de aproximadamente 4 a aproximadamente 6 y, más habitualmente, de aproximadamente 4,5 a aproximadamente 5,5.

El contacto de la materia prima pretratada y la enzima hemicelulasa proporciona en general un hidrolizado pretratado 69 que comprende una fase líquida que comprende azúcares fermentables derivados de hemicelulosa solubilizados y una fase sólida que comprende celulosa y lignina. Por ejemplo, la hemicelulosa solubilizada constituye habitualmente de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 80 % en peso de azúcares oligoméricos. La hidrólisis enzimática de la hemicelulosa tiene habitualmente poco efecto, o ninguno, en las partes de celulosa y lignina de la fracción de sólidos de la materia prima pretratada. Habitualmente, el hidrolizado pretratado

contiene hemicelulosa solubilizada en una concentración de al menos aproximadamente un 8 % en peso, preferentemente al menos aproximadamente un 10 % en peso y, más preferentemente, al menos aproximadamente un 12 % en peso. Preferentemente, la hidrólisis enzimática proporciona un rendimiento de azúcar derivado de hemicelulosa (por ejemplo, xilosa) de al menos aproximadamente un 70 %, más preferentemente al menos aproximadamente un 80 % y, aún más preferentemente, al menos aproximadamente un 90 % (en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima pretratada).

V. Recuperación de azúcares

Los azúcares fermentables derivados de hemicelulosa se pueden fermentar para producir etanol. Como se muestra en la Figura 1, una fracción acuosa que comprende uno o más azúcares derivados de hemicelulosa (por ejemplo, azúcares C_5) se retira, o se separa del hidrolizado pretratado 69 para proporcionar azúcares fermentables que se pueden usar para la fermentación en etanol como se detalla en otra parte en el presente documento. Para la retirada de la fracción de azúcares C_5 , el hidrolizado pretratado 69 se introduce en un recipiente o dispositivo de recuperación de azúcares 73 que comprende instrumental de separación sólido/líquido tal como, por ejemplo, un tamiz, filtro, centrífuga, sedimentador, percolador, columna de extracción, recipiente de flotación, o una combinación de los mismos. La fracción acuosa que comprende azúcares fermentables derivados de hemicelulosa se combina con un medio líquido (por ejemplo, agua) 77 para formar una fracción de azúcares derivados de hemicelulosa 81. La composición precisa del medio líquido no es estrictamente crítica. Sin embargo, en diversas realizaciones preferentes, el líquido de lavado se suministra por reciclado de otra parte del procedimiento. Por ejemplo, el medio líquido (por ejemplo, agua) se puede proporcionar por el destilado fino que se produce como se detalla en otra parte en el presente documento. En diversas realizaciones preferentes, el lavado para la recuperación de azúcares incluye contacto a contracorriente del líquido de lavado y de la fracción acuosa en un aparato adecuado.

La fracción de azúcares derivados de hemicelulosa 81 está habitualmente en forma de una suspensión, o un licor filtrado que tiene un contenido de sólidos disueltos de al menos aproximadamente un 5 % en peso, o al menos aproximadamente un 6 % en peso. Habitualmente, el contenido de sólidos de la fracción de azúcares derivados de hemicelulosa es de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 10 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 7 a aproximadamente un 9 % en peso. El contenido total de azúcares (por ejemplo, glucosa, xilosa, arabinosa, manosa, y galactosa) de la fracción rica en azúcares derivados de hemicelulosa 81 es en general al menos aproximadamente un 5 % en peso, o al menos aproximadamente un 6 % en peso (en base al peso total de la fracción). Habitualmente, el contenido de azúcares de la fracción rica en azúcares derivados de hemicelulosa es de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 10 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 6 a aproximadamente un 9 % en peso. En general, el contenido de xilosa de la fracción rica en azúcares derivados de hemicelulosa es al menos aproximadamente un 2,5 % en peso, o al menos aproximadamente un 4 % en peso (en base al peso total de la fracción). Habitualmente, el contenido de xilosa de la fracción rica en azúcares derivados de hemicelulosa es de aproximadamente un 2,5 a aproximadamente un 9 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 7 % en peso (en base al peso total de la fracción). La recuperación de la fracción de azúcares derivados de hemicelulosa 81 del hidrolizado pretratado 69 proporciona en general una fracción residual espesa 85 que comprende habitualmente una torta, o suspensión que comprende una fase sólida que comprende celulosa y lignina, y una fase líquida residual que comprende azúcares fermentables derivados de hemicelulosa. Preferentemente, la separación sólido/líquido se realiza de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica que usan, por ejemplo, un tamiz, filtro, centrífuga, sedimentador, lavador de cinta al vacío, filtro de presión, filtro de membrana, columna de extracción, recipiente de flotación, extractor sinfín a contracorriente, o prensa de husillo. Preferentemente, los azúcares se recuperan del hidrolizado pretratado usando un filtro de cinta al vacío o un extractor sinfín a contracorriente o una columna de extracción. Además o alternativamente, la recuperación de una fracción de azúcares derivados de hemicelulosa del hidrolizado pretratado puede comprender poner en contacto el hidrolizado con un medio de extracción adecuado.

VI. Fermentación de azúcares C_5

De acuerdo con la presente invención y, más particularmente, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1, los azúcares fermentables derivados de hemicelulosa (es decir, azúcares C_5) se pueden fermentar para producir etanol. En particular, estos azúcares se pueden convertir en etanol en paralelo con la fermentación de azúcares derivados de celulosa (como se detalla en otra parte en el presente documento). De ese modo, el procedimiento que se representa en la Figura 1 proporciona un rendimiento de etanol mejorado en comparación con el procedimiento que depende únicamente de azúcares derivados de celulosa para la producción de etanol.

De nuevo con referencia a la Figura 1, una parte de la fracción de azúcares (es decir, C_5) derivados de hemicelulosa 81 se introduce en un recipiente de adaptación de levadura 89 para la producción de levadura para la fermentación de azúcares C_5 . Habitualmente, la parte de la fracción de azúcares 81 introducida en el recipiente de adaptación de levadura 89 constituye de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 10 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 6 % en peso de la fracción completa de azúcares C_5 presente en el recipiente de tratamiento con enzimas 73.

Junto con una parte de la fracción de azúcares C_5 , el cultivo de levadura 93 se introduce en el recipiente de adaptación de levadura 69 para hacer crecer la levadura para la fermentación de los azúcares C_5 y/o transformar y

adaptar la levadura para que sea eficaz en la fermentación de azúcares C₅.

Levaduras adecuadas incluyen las conocidas en general en la técnica. En diversas realizaciones preferentes, la levadura es *Pichia stipitis*, pero se pueden usar diversas especies diferentes de levadura. El procedimiento de adaptación de levadura no es estrictamente crítico y se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, el que se describe en Keller y col. "Yeast Adaptation on Softwood Prehydrolysate", Applied Biochemistry and Biotechnology, 1998, páginas 137-148, volúmenes 70-72, la totalidad de los contenidos del cual se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos. En general, la relación de masa de levadura y fracción de azúcares C₅ introducida en el recipiente de adaptación de levadura es al menos aproximadamente 0,05:1, o al menos aproximadamente 0,1:1. Por ejemplo, la relación de masa de levadura y fracción de azúcares C₅ es habitualmente de aproximadamente 0,05:1 a aproximadamente 0,25:1 y, más habitualmente, de aproximadamente 0,1:1 a aproximadamente 0,2:1. La levadura 93 está habitualmente en forma de una solución o suspensión de levadura disuelta o dispersada completamente en un medio líquido adecuado. Por ejemplo, en diversas realizaciones, la levadura 93 tiene un contenido total de sólidos de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 20 % en peso, o de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 15 % en peso. Habitualmente, el medio líquido que contiene levadura contiene la levadura en una concentración de aproximadamente 0,60 a aproximadamente 150 g/l, o de aproximadamente 0,80 a aproximadamente 120 g/l.

Aunque las discusiones precedente y siguiente se centran en el uso de levadura para la fermentación de azúcares C₅, se debe entender que se puede usar cualquier organismo (por ejemplo, levadura o bacteria) adecuado para metabolizar azúcares C₅ en el procedimiento de la invención.

La combinación de levadura y la fracción de azúcares C₅ proporciona un inóculo de levadura 97 para su uso en la fermentación de azúcares C₅. El inóculo de levadura está en general en forma de una suspensión que comprende la levadura recuperada del recipiente de adaptación de levadura. Más particularmente, el inóculo de levadura está habitualmente en forma de una suspensión de levadura disuelta y/o dispersada completamente en un medio líquido. Habitualmente, la levadura en el inóculo tiene una concentración de levadura de aproximadamente 15 g/l a aproximadamente 25 g/l y, más habitualmente, una concentración de levadura de aproximadamente un 17 g/l a aproximadamente 22 g/l. Además o alternativamente, la suspensión de inóculo de levadura tiene habitualmente un contenido total de sólidos de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 10 % en peso y, más habitualmente, un contenido total de sólidos de aproximadamente un 2 % en peso a aproximadamente un 6 % en peso.

Como se muestra en la Figura 1, junto con la levadura 93, se introduce el suplemento 91 en el recipiente de adaptación de levadura 89. El suplemento está en general en forma de una solución y comprende jarabe, melaza de caña, melaza de remolacha, agua, urea, nutrientes comerciales de levadura, o una combinación de los mismos. Aunque se muestra en la Figura 1, se debe entender que no se requiere el uso de un suplemento en el recipiente de adaptación de levadura. Además, en diversas realizaciones preferentes, para promover el crecimiento de células de levadura y la adaptación a inhibidores, se suministra aire filtrado al recipiente de adaptación (no se muestra en la Figura 1) para proporcionar la transferencia de oxígeno ventajosa requerida para el crecimiento de la levadura.

El inóculo de levadura 97 se introduce en el recipiente de fermentación 101 junto con la fracción de azúcares C₅ 81 recuperada del recipiente de tratamiento con enzimas pero no introducida en el recipiente de adaptación de levadura. Las proporciones relativas de inóculo de levadura y fracción de azúcares C₅ introducidas en el recipiente de fermentación no son estrictamente críticas y dependen de una diversidad de factores que incluyen, por ejemplo, la composición de cada corriente. Por ejemplo, a medida que aumenta la proporción de levadura en el inóculo y/o aumenta la proporción de azúcares C₅ en la fracción de azúcares, se pueden requerir proporciones reducidas de inóculo para obtener rendimientos adecuados de etanol en azúcares C₅. Habitualmente, sin embargo, la relación de masa de sólidos de levadura con respecto a la fracción de azúcares C₅ es de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 1:1 y, más habitualmente, de aproximadamente 0,05:1 a aproximadamente 0,5:1 (por ejemplo, de aproximadamente 0,05:1 a aproximadamente 0,1:1). Habitualmente, la concentración de levadura en el inóculo de levadura es de aproximadamente 0,15 a aproximadamente 30 g/l y, más habitualmente, de aproximadamente 15 a aproximadamente 25 g/l.

La configuración del recipiente de fermentación no es estrictamente crítica y se puede seleccionar fácilmente entre aparatos convencionales por un experto en la materia. Del mismo modo, las condiciones del contacto de la fracción de azúcares C₅ con el inóculo de levadura no son estrictamente críticas. Habitualmente, sin embargo, la fracción de azúcares C₅ y el inóculo de levadura se ponen en contacto a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 60 °C y, más habitualmente, a una temperatura de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 40 °C.

De nuevo con referencia a la Figura 1, el contacto de la fracción de azúcares C₅ y el inóculo de levadura forma un fermentado C₅ 101. En general, el fermentado C₅ es una mezcla acuosa de agua, etanol, y azúcares sin convertir de la fracción de azúcares C₅. Habitualmente, la concentración de etanol en el fermentado C₅ es al menos aproximadamente un 1 % en peso, al menos aproximadamente un 2 % en peso, o al menos aproximadamente un 4 % en peso. Sin embargo, la composición del fermentado C₅ varía en general dependiendo de, por ejemplo, la

composición de la fracción de azúcares introducida en el recipiente de fermentación y las proporciones relativas de inóculo de levadura y fracción de azúcares C₅ introducidas en el recipiente. Preferentemente, la composición del fermentado C₅ representa rendimientos de etanol adecuados en base al contenido de azúcares fermentables de la fracción de azúcares C₅. Por ejemplo, el rendimiento de etanol del fermentado C₅ es en general al menos aproximadamente un 50 %, al menos aproximadamente un 60 %, o al menos aproximadamente un 70 %. Actualmente se cree que se consiguen rendimientos de etanol que satisfacen estos límites, y mayores, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 1. El contenido residual de azúcares del fermentado C₅ depende de la composición de la fracción de azúcares C₅ y de los rendimientos de etanol conseguidos, pero constituye preferentemente no más de aproximadamente 30 % en peso del contenido de azúcares fermentables de la fracción de azúcares C₅. Los azúcares sin fermentar se pueden convertir en biogas en una etapa de digestión aeróbica, que se puede incorporar en el sistema de tratamiento de aguas residuales.

VII. Extracción de lignina

Como se ha indicado, la recuperación de la fracción 81 de azúcares C₅ del hidrolizado enzimático 69 proporciona una fracción residual espesada 85 en forma de una torta o suspensión concentrada que comprende celulosa y lignina en fase sólida (es decir, una fracción residual de celulosa/lignina). El contenido de sólidos de la fracción residual de celulosa/lignina es habitualmente de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 45 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 35 % en peso. El contenido de celulosa de la fracción de sólidos es en general de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 55 % en peso, y habitualmente de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 50 % en peso. La fracción de sólidos de la fracción residual de celulosa/lignina comprende habitualmente diversos azúcares que incluyen, por ejemplo, polisacáridos tales como glucano, xilano, arabinano, manano, y galactano, monosacáridos tales como xilosa, arabinosa, y las combinaciones de los mismos. Por ejemplo, en diversas realizaciones, el contenido total de glucano de la fracción residual es habitualmente de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 55 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 50 % en peso. El contenido total de xilano de la fracción residual es habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 7 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 3 % en peso. Además o alternativamente, el contenido de arabinano de la fracción residual es habitualmente menos de aproximadamente un 1,5 % en peso y, más habitualmente, menos de aproximadamente un 1 % en peso. La fracción residual también comprende habitualmente diversos azúcares fermentables distintos (por ejemplo, manosa y galactosa) en una proporción de menos de aproximadamente un 1 % en peso, y más habitualmente menos de aproximadamente un 0,5 % en peso.

El contenido de lignina de la fracción residual de celulosa/lignina es en general de aproximadamente un 20 a aproximadamente un 40 % en peso, y habitualmente de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 40 % en peso. El contenido de lignina de la fracción de sólidos de la fracción residual es habitualmente de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 35 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 33 % en peso.

Como se muestra la Figura 1, la fracción residual de celulosa/lignina 85 se introduce en un recipiente o dispositivo de extracción de lignina 105. Como se ha indicado, el pretratamiento eficaz de la biomasa descompone el complejo celulosa-hemicelulosa-lignina (por ejemplo, rompe los enlaces entre lignina y hemicelulosa y/o celulosa). De ese modo, y como se detalla en otra parte en el presente documento, la hemicelulosa y la celulosa están disponibles para la hidrólisis enzimática que produce azúcares fermentables. De forma similar, el pretratamiento proporciona lignina disponible para su recuperación como un producto adicional del procedimiento. Los productos ricos en lignina son adecuados para su uso en una diversidad de aplicaciones incluyendo, por ejemplo, como expansor de resinas de fenol formaldehído en la fabricación de tablero de partículas y contrachapado, fabricación de compuestos de moldeado, resinas de uretano y epoxi, antioxidantes, alimentos, combustibles, adyuvantes de granulación, estabilizantes de lodos de perforación, y aditivos de cementos. En el procedimiento que se representa en la Figura 1, la lignina se recupera antes de la conversión de la celulosa en azúcares fermentables, y de la conversión de los azúcares fermentables derivados de celulosa en etanol.

La fracción de sólidos de la fracción residual de celulosa/lignina 85 comprende habitualmente diversos azúcares (por ejemplo, azúcares derivados de celulosa) que incluyen, por ejemplo, polisacáridos tales como glucano, xilano, y arabinano, monosacáridos tales como xilosa y arabinosa, y las combinaciones de los mismos. Por ejemplo, el contenido total de azúcares de la fracción de sólidos es en general no más de aproximadamente un 60 % en peso, no más de aproximadamente un 55 % en peso, o no más de aproximadamente un 50 % en peso. Habitualmente, el contenido total de azúcares de la fracción de sólidos es de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 70 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 65 % en peso. Más particularmente, el contenido total de glucano de la fracción residual de celulosa/lignina es habitualmente de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 60 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 45 a aproximadamente un 55 % en peso. El contenido total de xilano es habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 10 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 5 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 3 % en peso). Además o alternativamente, el contenido de arabinano de la fracción residual de celulosa/lignina es habitualmente de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 3 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 2 % en peso.

El contenido de lignina de la fracción de celulosa/lignina es habitualmente de aproximadamente un 25 a aproximadamente un 45 % en peso, más habitualmente de aproximadamente un 28 a aproximadamente un 42 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 40 % en peso.

De nuevo con referencia a la Figura 1, se introduce un disolvente de extracción 109 en el recipiente o dispositivo de extracción de lignina 105 junto con la fracción residual de celulosa/lignina 85. El disolvente de extracción puede estar en forma de un disolvente orgánico que comprende metanol, etanol, butanol, acetona, y las combinaciones de los mismos. El disolvente de extracción también puede comprender un hidróxido de metal alcalino, por ejemplo, hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido amónico, o una combinación de los mismos. En diversas realizaciones preferentes, el disolvente de extracción comprende hidróxido sódico disuelto en agua y, más particularmente, está en forma de una solución acuosa de hidróxido sódico que contiene hidróxido sódico en una concentración de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 2 % en peso, o de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 1 % en peso. Ni las condiciones ni la forma de contacto de la fracción de celulosa/lignina con el disolvente de extracción son estrictamente críticas y se realizan en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica. Véanse, por ejemplo, los documentos de Patente Canadiense con números 1 267 407 y 1 322 366 y los documentos de Patente de Estados Unidos con números 3.817.826; 4.470.851; 4.764.596; 4.908.099; y 4.966.650, la totalidad de los contenidos de los cuales se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos. Por ejemplo, de acuerdo con la realización que se representa en la Figura 1, el disolvente de extracción es un medio acuoso alcalino que tiene un pH de aproximadamente 10 a aproximadamente 14 (por ejemplo, aproximadamente 13). Además o alternativamente, la temperatura del disolvente de extracción es habitualmente de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 60 °C, y más habitualmente de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C (por ejemplo, aproximadamente 45 °C).

La mezcla de la fracción residual de celulosa/lignina y el disolvente de extracción dentro de una zona de extracción del recipiente de extracción forma una mezcla de extracción que comprende una fracción líquida que comprende lignina (por ejemplo, lignina disuelta en el disolvente de extracción) y una fase sólida que comprende celulosa y está reducida en lignina con respecto a la fracción residual de celulosa/lignina. Se separa una fracción de lignina 113 de la mezcla de extracción. La lignina constituye habitualmente al menos aproximadamente un 1 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 2 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 3 % en peso de la fracción de lignina. Por ejemplo, la lignina constituye en general de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 10 % en peso, o de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 6 % en peso de la fracción de lignina. En general, al menos aproximadamente un 60 % en peso, al menos aproximadamente un 70 % en peso, al menos un 80 % en peso, o al menos aproximadamente un 90 % en peso de la lignina es soluble en la fracción de lignina.

Como se muestra en la Figura 1, el extracto de lignina 113 se introduce en un recipiente 113A para la recuperación de un producto rico en lignina del extracto. La recuperación del producto rico en lignina del extracto de lignina se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica (por ejemplo, precipitación) como se describe, por ejemplo, en el documento de Patente de Estados Unidos N° 4.966.650 de Delong y col., la totalidad de los contenidos del cual se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos. Como se muestra en la Figura 1, se introduce ácido 114 en el recipiente 113A para la precipitación de los sólidos ricos en lignina del extracto de lignina. En diversas realizaciones preferentes, incluyendo la realización que se muestra en la Figura 1, el ácido 114 está en forma de un ácido relativamente concentrado. Por ejemplo, el ácido 114 puede estar en forma de una solución de ácido sulfúrico que contiene al menos aproximadamente un 50 % en peso de ácido sulfúrico, al menos aproximadamente un 80 % en peso de ácido sulfúrico, o al menos aproximadamente un 90 % en peso de ácido sulfúrico.

El contacto del ácido 114 y el extracto de lignina 113 dentro del recipiente 113A forma en general una mezcla de producto de lignina 114A que comprende precipitados de lignina que se introduce en el recipiente 115 para la retirada de la humedad de la mezcla de producto de lignina (por ejemplo, un recipiente que incluye un filtro y una secadora) para formar un producto de lignina en polvo 116 y una corriente de desechos 116A. La retirada de la humedad de la mezcla de productos de lignina se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica incluyendo, por ejemplo, calentamiento de la mezcla a temperaturas que exceden de aproximadamente 70 °C, o que exceden de aproximadamente 90 °C.

El producto de lignina 116 está habitualmente en forma de un producto particulado (por ejemplo, polvo) que tiene un contenido de humedad de no más de aproximadamente un 20 % en peso, más habitualmente no más de aproximadamente un 15 % en peso, y preferentemente no más de aproximadamente un 10 % en peso. En general, el contenido de lignina del producto de lignina 113 es al menos aproximadamente un 75 % en peso, o al menos aproximadamente un 80 % en peso. Preferentemente, el contenido de lignina del producto de lignina es al menos aproximadamente un 85 % en peso y, más preferentemente, al menos aproximadamente un 90 % en peso. Una ventaja de la recuperación de un producto de lignina como se muestra en la Figura 1 (es decir, antes de la recuperación y fermentación de los azúcares derivados de celulosa) es permitir el uso de menos reactores durante la hidrólisis enzimática de la celulosa y/o reactores con un volumen de reactor reducido durante la hidrólisis enzimática que lo que se requiere habitualmente en los procedimientos convencionales.

De nuevo con referencia a la Figura 1, una torta húmeda 117 que comprende fibras de celulosa en fase sólida se

retira del recipiente de extracción de lignina 105. El contenido de sólidos de la torta húmeda es habitualmente al menos aproximadamente un 10 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 20 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 30 % en peso. La fracción de sólidos de la torta húmeda 117 comprende en general glucano, xilano, arabinano, manano, galactano, lignina, ceniza, y las combinaciones de los mismos. Las fibras de celulosa en fase sólida se recuperan en general por separación sólido/líquido realizada acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, el uso de un tamiz, filtro, centrifuga, sedimentador, prensa de husillo o prensa de cinta. En ciertas realizaciones preferentes, las fibras de celulosa en fase sólida se recuperan por filtración de la torta húmeda.

VIII. Hidrólisis y fermentación de la celulosa

En general, de acuerdo con la presente invención, la celulosa se somete a la hidrólisis enzimática con la finalidad principal de la hidrólisis de la celulosa para producir azúcares fermentables. De acuerdo con lo indicado anteriormente, la materia prima para la hidrólisis y la fermentación de la celulosa se puede proporcionar mediante diversos protocolos de tratamiento, y las combinaciones de los mismos. Por ejemplo, la materia prima puede comprender biomasa que se ha sometido a pretratamiento, acondicionamiento, e hidrólisis de xilano de acuerdo con la discusión anterior. En diversas realizaciones, la materia prima comprende biomasa que se ha sometido a pretratamiento y sometido directamente después de este a hidrólisis enzimática de la celulosa sin acondicionamiento y/o tratamiento con xilanas intermedios. Es decir, la materia prima pretratada 45 que se muestra en la Figura 1 se somete a hidrólisis enzimática con la finalidad principal de la hidrólisis de la celulosa en azúcares fermentables. Independientemente de la combinación precisa de etapas antes de la hidrólisis enzimática de la celulosa, la materia prima está en general en forma de una suspensión, o torta, que comprende una fracción o fase sólida que comprende celulosa o lignina.

De acuerdo con el procedimiento de la Figura 1, para la hidrólisis enzimática de la celulosa, la torta húmeda 117 se pone en contacto en general con una enzima celulasa y un medio líquido (por ejemplo, agua). Las celulasas son una clase de enzimas producidas principalmente por hongos, bacterias, y protozoos que catalizan la hidrólisis de celulosa (celulólisis) en glucosa, celobiosa, celotriosa, celotetrosa, y celodextrinas de cadena más larga. Las celulasas incluyen tanto exohidrolasas como endohidrolasas que son capaces de reconocer celulosa, o celodextrinas, como sustratos. Las enzimas celulasa pueden incluir endoglucanasas, celobiohidrolasas, beta-glucosidasas, solas o en combinación.

La conversión de celulosa en azúcares fermentables (por ejemplo, azúcares de seis carbonos tales como glucosa) por hidrólisis enzimática se denomina sacarificación. Los azúcares producidos por sacarificación se fermentan a continuación para producir etanol por contacto de los azúcares fermentables y levadura u otro u otros organismos de fermentación adecuados. De acuerdo con la presente invención, la hidrólisis enzimática de la celulosa se puede realizar de acuerdo con procedimientos conocidos en la técnica. Por ejemplo, el tiempo, temperatura, y pH de la sacarificación no son estrictamente críticos y pueden entrar en general dentro de límites bien reconocidos. Habitualmente, la hidrólisis enzimática de la celulosa se realiza en condiciones de presión ambiente y a una temperatura de aproximadamente un 20 °C a aproximadamente un 80 °C y, más habitualmente, de aproximadamente un 30 °C a aproximadamente un 60 °C.

Como se muestra en la Figura 1, la torta húmeda 117 y la enzima 121 se introducen en un recipiente de hidrólisis de celulosa 125 junto con una corriente de agua 129. El contenido de celulosa de la torta es habitualmente de aproximadamente un 55 a aproximadamente un 80 % en peso (en base al peso en seco), más habitualmente de aproximadamente un 60 a aproximadamente un 80 % en peso y, aún más habitualmente, de aproximadamente un 65 a aproximadamente un 75 % en peso. La carga inicial de sólidos introducida en el recipiente de hidrólisis de celulosa es en general al menos aproximadamente un 10 % en peso, al menos aproximadamente un 15 % en peso, o al menos aproximadamente un 20 % en peso. Habitualmente, la carga inicial de sólidos introducida en el reactor es de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 15 % en peso a aproximadamente un 25 % en peso.

En general, la relación de masa del agua con respecto a los sólidos de la torta húmeda introducida en el recipiente de hidrólisis y/o una zona de hidrólisis en el mismo es al menos aproximadamente 1,5:1, al menos aproximadamente 1,8:1, o al menos aproximadamente 2,1:1. Habitualmente, la relación de masa del agua con respecto a la torta húmeda introducida en el recipiente de hidrólisis y/o una zona de hidrólisis es de aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 3:1, más habitualmente de aproximadamente 1,8:1 a aproximadamente 2,7:1 e, incluso más habitualmente, de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 2,5:1.

Una medida de la eficacia del pretratamiento es la proporción de enzima requerida para proporcionar rendimientos adecuados de azúcares fermentables. Debido al coste de la enzima, el pretratamiento aumenta preferentemente la biodisponibilidad de celulosa de modo que permita el uso de una proporción relativamente baja de enzima. De acuerdo con la presente invención, la hidrólisis enzimática de la celulosa se puede realizar con cargas de enzima de no más de aproximadamente 40 UPF por g de celulosa, no más de aproximadamente 30 UPF por g de celulosa, o no más de aproximadamente 25 UPF por g de celulosa. Habitualmente, la carga de enzima está dentro del intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 20 UPF por g de celulosa, más habitualmente de aproximadamente 4 a aproximadamente 15 UPF por g de celulosa y, aún más habitualmente, de aproximadamente 5 a aproximadamente

10 UPF por g de celulosa. En general, la relación de masa de la enzima con respecto a la torta seca introducida en el recipiente de hidrólisis y/o una zona de hidrólisis es al menos aproximadamente 0,005, al menos aproximadamente 0,01, o al menos aproximadamente 0,02. Habitualmente, la relación de masa de la enzima con respecto a la torta húmeda es de aproximadamente 0,007 a aproximadamente 0,1, más habitualmente de aproximadamente 0,008 a aproximadamente 0,08 y, aún más habitualmente, de aproximadamente 0,01 a aproximadamente 0,05.

La torta húmeda (es decir, celulosa), la enzima celulasa, y el agua se ponen en contacto dentro del recipiente de hidrólisis y/o una zona de hidrólisis en general a una temperatura de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 65 °C, o de aproximadamente 35 °C a aproximadamente 50 °C. La duración del contacto es habitualmente de aproximadamente 12 a aproximadamente 168 horas, más habitualmente de aproximadamente 24 a aproximadamente 120 horas y, aún más habitualmente, de aproximadamente 48 a aproximadamente 96 horas.

El contacto de la celulosa, la enzima celulasa, y el agua produce un hidrolizado de celulosa que comprende azúcares derivados de celulosa (es decir, un hidrolizado C₆). Estos incluyen, por ejemplo, glucosa, dextrosa, fructosa, y levulosa. En general, el rendimiento total de azúcares C₆ en el hidrolizado (en base al contenido total de polisacáridos de la torta húmeda introducida en el recipiente de hidrólisis) es al menos aproximadamente un 50 %, al menos aproximadamente un 60 %, o al menos aproximadamente un 70 %. Preferentemente, el rendimiento total de azúcares C₆ es al menos aproximadamente un 80 % y, más preferentemente, al menos aproximadamente un 90 % (por ejemplo, aproximadamente un 95 %). Habitualmente, el contenido total de sólidos del hidrolizado es de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 30 % en peso. Habitualmente, la relación de masa de los sólidos solubles con respecto a los sólidos insolubles (por ejemplo, celulosa, glicano, y enzima celulasa) es de aproximadamente 0,8:1 a aproximadamente 1,2:1 y, más habitualmente, de aproximadamente 0,9:1 a aproximadamente 1,1:1 (por ejemplo, aproximadamente 1:1).

La glucosa y los demás azúcares fermentables producidos por sacarificación se pueden fermentar a continuación para producir etanol de acuerdo con procedimientos conocidos en la técnica. De nuevo con referencia a la Figura 1, el hidrolizado de celulosa 133 se retira del recipiente de hidrólisis 125 y se introduce en un recipiente de sacarificación y fermentación simultánea (SSF) 137 para la formación de azúcar adicional y la conversión de los azúcares en etanol. La SSF se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica que incluyen, por ejemplo, los que se describen en Dowe y col., "SSF Experimental Protocols -- Lignocellulosic Biomass Hydrolysis And Fermentation", National Renewable Energy Laboratory, 2001, 18 páginas, la totalidad de los contenidos del cual se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos. La configuración del reactor de SSF no es estrictamente crítica y se puede seleccionar fácilmente por un experto en la materia. Preferentemente, los reactores de SSF son adecuados para la operación discontinua o continua (por ejemplo, individual o una serie de reactores de tanque agitado continuos).

Además, de acuerdo con la presente invención, la conversión de celulosa en azúcares fermentables se realiza únicamente a través de SSF. De acuerdo con tales realizaciones, la torta húmeda 117 se introduce en un recipiente de SSF 137 para la conversión de la celulosa en azúcares fermentables. La operación del procedimiento de este modo sin una etapa de hidrólisis de celulosa separada proporciona un procedimiento de coste reducido. Sin embargo, mientras que el uso de la SSF sola para la generación de azúcares fermentables puede proporcionar mejoras en la economía del procedimiento, se debe entender que el procedimiento que se representa en la Figura 1 se puede practicar de una forma económica.

Junto con el hidrolizado de celulosa (es decir, C₆) 133, el inóculo de levadura 141 se introduce en el recipiente de SSF 137. Levaduras adecuadas incluyen las que se han indicado anteriormente y, en diversas realizaciones preferentes, la levadura es *Sacchromyces cerevisiae*. El inóculo de levadura 141 introducido en el recipiente de SSF comprende la levadura dispersada completamente en un medio acuoso. Habitualmente, el contenido de levadura del inóculo de levadura es de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 5 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 2,5 % en peso. Las proporciones relativas de inóculo de levadura e hidrolizado de celulosa introducidas en el recipiente de SSF dependen de una diversidad de factores que incluyen, por ejemplo, la composición de cada corriente. En general, sin embargo, la relación de masa del inóculo de levadura con respecto al hidrolizado introducida en el recipiente de SSF es de aproximadamente 0,01:1 a aproximadamente 0,25:1, o de aproximadamente 0,02:1 a aproximadamente 0,1:1. Aunque no es estrictamente crítico, la sacarificación y la fermentación se completan preferentemente después de un período de operación de no más de aproximadamente 168 horas, no más de aproximadamente 144 horas, o no más de aproximadamente 96 horas. El contacto del hidrolizado de celulosa 133 y el inóculo de levadura 141 dentro del recipiente de SSF 137 produce un fermentado C₆ 145. En general, el fermentado C₆ es una mezcla de agua, etanol, y azúcares y fibras sin convertir (por ejemplo, carbohidratos, lignina, y ceniza) del hidrolizado enzimático. La composición global del fermentado C₆ varía en general dependiendo de, por ejemplo, la composición del hidrolizado enzimático, el inóculo de levadura, y las proporciones relativas introducidas en el recipiente de SSF. Preferentemente, la composición del fermentado C₆ representa rendimientos adecuados de etanol en base al contenido de azúcares fermentables del hidrolizado enzimático. Por ejemplo, el rendimiento de etanol del fermentado C₆ es en general al menos aproximadamente un 20 %, al menos aproximadamente un 30 %, o al menos aproximadamente un 40 %. Actualmente se cree que se consiguen rendimientos de etanol que satisfacen estos límites, y superiores, de acuerdo con el procedimiento que se

representa en la Figura 1. Habitualmente, la concentración de etanol en el fermentado C₆ es al menos aproximadamente un 2 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 4 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 5 % en peso. El contenido residual de azúcares fermentables del fermentado C₆ también depende de una diversidad de factores que incluyen, por ejemplo, la composición del hidrolizado enzimático y el rendimiento de etanol conseguido. Habitualmente, sin embargo, el contenido residual de azúcares fermentables del fermentado C₆ es menos de aproximadamente 5 g/l, más habitualmente menos de aproximadamente 3 g/l y, aún más habitualmente menos de aproximadamente 2 g/l. Los azúcares C₆ sin convertir se pueden convertir en biogás durante la etapa de digestión anaeróbica de tratamiento y/o concentrado de agua residual y quemarse en una caldera de biomasa.

IX. Recuperación de etanol

De nuevo con referencia a la Figura 1, el fermentado C₆ 145 se introduce en un alambique 149 en el que se introduce un vapor 155 en el que el fermentado se destila para producir una fracción alta de vinos 153 obtenida a partir de azúcares C₆ (o azúcares C₆ y C₅) y un producto de fondo 157. La destilación se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica usando aparatos convencionales como se describe, por ejemplo, en Distillation Technology, GEA Wiegand, 16 páginas y Bioethanol Technology, GEA Wiegand, 16 páginas, la totalidad de los contenidos de los cuales se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos. La fracción alta de vinos se puede deshidratar a continuación para producir el producto de etanol. En general, los aparatos de destilación convencionales conocidos en la técnica son adecuados para su uso de acuerdo con la presente invención. Estos incluyen, por ejemplo, columnas de destilación que incluyen platos de flujo doble y de flujo cruzado. Sin embargo, debido al alto contenido de sólidos suspendidos del fermentado, o corriente de cerveza, son preferentes en general los platos de criba de flujo doble o los platos de válvula de flujo cruzado. En diversas realizaciones preferentes, son preferentes columnas que incluyen platos de válvula de flujo cruzado debido a la mayor relación de regulación y la mayor eficacia proporcionada a menudo por los platos de válvula de flujo cruzado. Platos de válvula adecuados incluyen, por ejemplo, los platos NORPRO PROVALVE.

Como se detalla en el presente documento, diversas estrategias de la presente invención maximizan preferentemente los rendimientos de etanol. Por ejemplo, en diversas realizaciones preferentes de la presente invención se pueden conseguir rendimientos de etanol de al menos aproximadamente un 70 %, al menos aproximadamente un 75 %, o al menos aproximadamente un 80 % (en base al contenido total de celulosa y hemicelulosa de la materia prima).

X. Coproductos de etanol

El producto de fondo 157 de la destilación del etanol está en general en forma de una pasta, o torta, que comprende restos sólidos de la materia prima. El producto de fondo se puede separar (por ejemplo, por centrifugación) para producir residuos de destilería de alto contenido de sólidos 161 y residuos de elaboración 165.

Los residuos de destilería 161 se pueden secar para producir un producto sólido de proteína. Por ejemplo, se pueden preparar residuos de destilería secos que tienen un contenido de proteína de al menos aproximadamente un 10 % en peso, al menos aproximadamente un 15 % en peso, o al menos aproximadamente un 20 % en peso después del secado de los residuos de destilería.

El residuos de elaboración 165 está en general en forma de una corriente acuosa de residuos que tiene un contenido total de sólidos de no más de aproximadamente un 2 % en peso, y preferentemente no más de aproximadamente un 1 % en peso. Por lo tanto, el residuos de elaboración se puede someter a un tratamiento previo a su eliminación (no se muestran en la Figura 1) y/o se puede usar como agua de procedimiento (tampoco se muestra en la Figura 1). Por ejemplo, como se ha indicado, el residuos de elaboración puede proporcionar al menos una parte del agua de procedimiento que se usa durante el acondicionamiento y/o extracción de azúcares como se detalla en otra parte en el presente documento.

XI. Generación integrada de celulasa

Además, la enzima para su uso en la hidrólisis enzimática se puede preparar usando una parte de la materia prima. Como se muestra en la Figura 1, una parte de la torta húmeda 117 se introduce en el recipiente 118 junto con la corriente de suplemento 119 para la producción de enzima.

El suplemento 119 comprende en general un medio acuoso de biosíntesis, una fuente de nitrógeno y/o nutrientes, y un microbio que es eficaz para expresar una enzima celulasa.

Medios de biosíntesis adecuados incluyen agua, azúcares, nutrientes, y las combinaciones de los mismos. En diversas realizaciones preferentes, el medio de biosíntesis es agua. Fuentes de azúcares, nitrógeno y/o nutrientes adecuadas incluyen jarabe de maíz, melaza, mosto de cereal y los residuos de destilería secos que quedan después de la recuperación del etanol. Nutrientes presentes en el suplemento incluyen, por ejemplo, calcio, fósforo, potasio, magnesio, hierro, manganeso, cinc y las combinaciones de los mismos. Microbios adecuados incluyen *Trichoderma reesei*, *Aspergillus*, y las combinaciones de los mismos. El suplemento 119 también comprende habitualmente

glucosa que se puede usar por el microbio para la formación de la misma.

Habitualmente, el contenido de glucosa del suplemento 119 es de aproximadamente un 10 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso. La fuente de nitrógeno y/o nutrientes constituye habitualmente de aproximadamente un 1 % en peso a aproximadamente un 20 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 5 % en peso a aproximadamente un 15 % en peso del suplemento. Sin embargo, la composición precisa del suplemento no es estrictamente crítica. Se detallan sustratos adecuados para la producción de enzimas en el Ejemplo 4. En general, los sustratos proporcionan una fuente de carbono, una fuente de nitrógeno, y nutrientes para el crecimiento de los microorganismos productores de enzimas. Por ejemplo, fuentes de carbono adecuadas incluyen jarabes de glucosa (por ejemplo, que tienen un contenido de glucosa de un 75 % o superior), biomasa pretratada (y preferentemente lavada), mosto de cereal, y residuos de destilería secos con sustancias solubles (recuperados como se detalla en otra parte en el presente documento). En diversas realizaciones preferentes, los sustratos comprenden de aproximadamente un 45 a aproximadamente un 65 % en peso (preferentemente aproximadamente un 55 % en peso) de jarabe de maíz, de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 30 % en peso (preferentemente un 15 % en peso) de biomasa lavada y pretratada, de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 20 % en peso (preferentemente aproximadamente un 15 % en peso) de mosto de cereal, y de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 20 % en peso (preferentemente aproximadamente un 15 % en peso) de residuos de destilería secos con sustancias solubles. Fuentes de nitrógeno adecuadas incluyen urea, hidróxido amónico, sulfato amónico, y las combinaciones de los mismos. Nutrientes adecuados incluyen licor de jarabe de maíz, sales inorgánicas (por ejemplo, que contienen magnesio, potasio, calcio, fosfato, hierro, y manganeso) y las combinaciones de los mismos.

El recipiente 118 comprende en general una zona de proliferación de microbios en la que se ponen en contacto glucosa, celulosa, la fuente de nitrógeno y/o nutrientes, y el microbio. La relación de masa del suplemento con respecto a la parte de la torta húmeda introducida en el recipiente y/o puesta en contacto dentro de la zona de proliferación de microbios es habitualmente de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 10:1 y, más habitualmente, de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 8:1. En general, se introduce en el recipiente y/o se pone en contacto con el suplemento dentro de la zona de proliferación de microbios de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 5 % en peso, o de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 2,5 % en peso de la torta húmeda. En general, la parte de la torta húmeda acuosa y el suplemento se ponen en contacto a una temperatura de aproximadamente 20 °C a aproximadamente 60 °C y, más habitualmente, a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 50 °C.

El contacto de glucosa, celulosa, la fuente de nitrógeno/nutrientes, y el microbio dentro de la zona de proliferación del recipiente 118 produce una suspensión de enzima que comprende una fracción sólida de enzima y una fracción líquida. La fracción sólida de enzima constituye habitualmente de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 15 % en peso y, más habitualmente, de aproximadamente un 5 a aproximadamente un 10 % en peso de la suspensión de enzima. El resto de la suspensión de enzima comprende en general agua. Como se muestra en la Figura 1, la enzima 121 se introduce en el recipiente de hidrólisis de celulosa 125 junto con la torta húmeda 117.

XII. Preparación de levadura

De nuevo con referencia a la Figura 1, el inoculó de levadura 141 se prepara en un recipiente de propagación de levadura 138 por combinación del suplemento de levadura 139 y la levadura 140. Como se ha indicado, levaduras adecuadas para su uso en la sacarificación y fermentación simultánea incluyen *Sacchromyces cerevisiae*. El suplemento de levadura 139 comprende en general *Sacchromyces cerevisiae*, y de acuerdo con la realización que se representa en la Figura 1, es un jarabe, o suspensión, de glucosa que comprende glucosa dispersada completamente en un medio acuoso (por ejemplo, agua). Más particularmente, y de acuerdo con diversas realizaciones preferentes, el suplemento de levadura 139 es habitualmente un jarabe de glucosa que contiene glucosa en una proporción de al menos aproximadamente un 5 % en peso de glucosa, más habitualmente al menos aproximadamente un 10 % en peso de glucosa. Las condiciones de la propagación de levadura no son estrictamente críticas y la propagación se realiza en general de acuerdo con procedimientos convencionales conocidos en la técnica incluyendo, por ejemplo, Scott Laboratories, Yeast Rehydration Protocol, 1 página y Propax Yeast Propagation Technology, Meura, 2 páginas, la totalidad de los contenidos de los cuales se incorpora en el presente documento por referencia a todos los efectos.

XIII. Figura 3

La Figura 3 representa otra realización del procedimiento. En general, la preparación de la materia prima pretratada, y la preparación y la recuperación de la fracción de azúcares C₅ derivados de hemicelulosa se realiza de acuerdo con la discusión anterior con respecto a la Figura 1. Por lo tanto, la descripción de estas etapas del procedimiento que se representa en la Figura 3 no se repetirá. Con referencia a la Figura 3, la recuperación de una fracción de azúcares C₅ produce una fracción residual espesada 85A en forma de una torta o suspensión concentrada que comprende celulosa y lignina en fase sólida (es decir, una fracción residual de celulosa/lignina). A diferencia del procedimiento que se representa en la Figura 1, la fracción residual espesada 85A no se introduce en un recipiente para la extracción de lignina sino que, por el contrario, una parte de la fracción residual espesada 85A se introduce

en el recipiente de producción de enzima 118A mientras que otra parte se introduce en el recipiente de hidrólisis de celulosa 125A. Habitualmente, se introduce una parte minoritaria (por ejemplo, menos de aproximadamente un 5 % en peso, menos de aproximadamente un 2 % en peso, o menos de aproximadamente un 1 % en peso) de la fracción residual espesada 85A en el recipiente de producción de enzima 118A. La composición de la fracción residual espesada 85A corresponde en general con la composición de la fracción residual espesada 85 que se ha discutido anteriormente con respecto a la Figura 1.

De nuevo con referencia a la Figura 3, la hidrólisis de la celulosa dentro del recipiente de hidrólisis de celulosa 125A, la SSF dentro del recipiente 137A, y la destilación dentro del alambique 149A se realizan en general de acuerdo con la discusión que se ha expuesto anteriormente con respecto al procedimiento de la Figura 1. Sin embargo, se pueden realizar ciertos ajustes en base a la composición variada de la fracción residual de celulosa/lignina introducida en el recipiente de hidrólisis de celulosa 125A. Por ejemplo, de acuerdo en general con el procedimiento de la Figura 3, se introduce una parte aumentada de la fracción residual en el recipiente de hidrólisis de celulosa en comparación con el procedimiento de la Figura 1. Por lo tanto, se introduce habitualmente una parte aumentada de agua en el recipiente de hidrólisis de celulosa.

Además, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 3, la destilación produce una fracción alta de vinos 153A derivada de azúcares C₆ (o azúcares C₆ y C₅) y un producto de fondo 157A. El producto de fondo 157A se separa (por ejemplo, por centrifugación) para producir residuos de destilería de alto contenido de sólidos 161A y destilado fino 165A.

Como se ha indicado anteriormente en relación al procedimiento que se representa en la Figura 1, los residuos de destilería son en general ricos en proteína derivada del contenido inicial de proteína de la biomasa y en base a la proteína generada durante el procedimiento (por ejemplo, durante la generación integrada de enzima). Además, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 3, una fracción considerable de la lignina permanece en el producto de fondo de destilación dado que el fraccionamiento de la lignina no se produce antes de la obtención de azúcares fermentables por hidrólisis enzimática de hemicelulosa y celulosa y fermentación de los azúcares. El contenido de lignina de los residuos de destilería 161A es en general de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 60 % en peso, y habitualmente de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 60 % en peso.

A diferencia del procedimiento que se representa en la Figura 1, de acuerdo con el procedimiento que se representa en la Figura 3, no se recupera un producto rico en lignina antes de la hidrólisis enzimática de la celulosa en azúcares fermentables o la producción de etanol a partir de los mismos. En su lugar, permanecen lignina insoluble y productos de lignina en el residuo o torta sólida de destilería (es decir, residuos secos) 161A. Como se muestra en la Figura 3, el residuo sólido de destilería 161A se introduce en el recipiente de extracción de lignina 170A junto con un disolvente de extracción 175A. La composición del disolvente de extracción no es estrictamente crítica, pero está en general en forma de una solución acuosa de hidróxido sódico. Habitualmente, el residuo sólido de destilería y el disolvente de extracción se ponen en contacto a una temperatura de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 60 °C y, más habitualmente, de aproximadamente 40 °C a aproximadamente 50 °C (por ejemplo, aproximadamente 45 °C).

La mezcla del residuo sólido de destilería y el disolvente de extracción dentro de una zona de extracción del recipiente de extracción forma una mezcla de extracción que comprende un extracto que comprende lignina y una torta húmeda. De nuevo con referencia a la Figura 3, el extracto de lignina 180A y la torta húmeda de lignina 185A se retiran del recipiente de extracción de lignina.

El extracto de lignina comprende una fracción de sólidos y una fracción líquida y tiene habitualmente un contenido total de sólidos de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 15 % en peso, y más habitualmente de aproximadamente un 2,5 a aproximadamente un 10 % en peso. La lignina constituye habitualmente al menos aproximadamente un 1 % en peso, más habitualmente al menos aproximadamente un 2 % en peso y, aún más habitualmente, al menos aproximadamente un 3 % en peso del extracto de lignina. Por ejemplo, la lignina constituye en general de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 10 % en peso, o de aproximadamente un 2 a aproximadamente un 6 % en peso del extracto de lignina. La torta húmeda de lignina está en general en forma de una suspensión que contiene hasta un 25 % en peso o hasta un 30 % en peso de contenido de sólidos y diversas impurezas. Preferentemente, y de acuerdo con la realización que se representa en la Figura 3, la torta húmeda no contiene lignina para recuperación y, por lo tanto, se retira en general del procedimiento en forma de una corriente de desechos.

En general, se puede recuperar un producto rico en lignina del extracto de lignina 180A como se ha descrito anteriormente con respecto al recipiente de extracción de lignina 113A usado en el procedimiento de la Figura 1. El producto rico en lignina (habitualmente en forma de polvo) exhibe en general cualquiera o todas las propiedades indicadas anteriormente con respecto al producto rico en lignina proporcionado por el procedimiento de la Figura 1.

Opcionalmente (como se indica mediante una línea discontinua en la Figura 3), se puede recuperar una parte del extracto de lignina 190A del recipiente de extracción de lignina 170A e introducirse en un evaporador 195A para la retirada de humedad para formar un producto rico en lignina 200A. El producto rico en lignina preparado por

evaporación está en general en forma de una suspensión de sólidos ricos en lignina que tienen un contenido total de sólidos de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 50 % en peso, o de aproximadamente un 20 % en peso a aproximadamente un 40 % en peso. El producto de suspensión rica en lignina se puede usar como tal en una diversidad de aplicaciones (por ejemplo, como adhesivo de material compuesto de madera) o se puede procesar adicionalmente para proporcionar un producto rico en lignina de una gran pureza, o un polvo seco que comprende monómeros de lignina u otros productos de degradación (no se muestra).

Como se muestra adicionalmente en la Figura 3, el extracto de lignina 180A se puede introducir en un recipiente de precipitación 181A donde se pone en contacto con un ácido 182A adecuado para formar un precipitado de lignina 183A. El precipitado de lignina 183A se filtra y se seca en un recipiente adecuado 184A para formar un producto de lignina en polvo 186A y una corriente de desechos de lignina 187A. La corriente de desechos de lignina 187A se puede retirar en forma de una corriente de agua residual y enviarse para el tratamiento de agua residual.

XIV. Recuperación de poder calorífico

Se pueden introducir una o más corrientes o residuos del procedimiento en una caldera de biomasa para la recuperación de poder calorífico a partir de los componentes orgánicos de la corriente, o el residuo. El poder calorífico recuperado de ese modo se puede usar para la generación de vapor. En particular, el poder calorífico se puede recuperar a partir de carbohidratos (por ejemplo, azúcares C_5 y C_6 sin convertir) por combustión en una caldera de biomasa. Por ejemplo, y de nuevo con referencia a la Figura 1, el producto de fondo de destilación 157 se puede enviar a una caldera de biomasa para su combustión y la recuperación del poder calorífico del mismo. De nuevo con referencia a la Figura 1, el residuo sólido de destilería 161 tiene habitualmente un contenido de sólidos de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 40 % en peso (por ejemplo, de aproximadamente un 32 % en peso a aproximadamente un 38 % en peso o de aproximadamente un 34 % en peso a aproximadamente un 36 % en peso). Por lo tanto, diversas realizaciones alternativas incluyen enviar el residuo sólido de destilería a una caldera de biomasa para la recuperación de poder calorífico. El poder calorífico (contenido de energía) del residuo sólido es habitualmente de 16.282 a 19.771 kilojulios por kg (7.000 a 8.500 unidades térmicas británicas (BTU) por libra (lb)) (en base al peso en seco) (BTU/lb). Además o alternatively, el destilado fino 165 se puede usar para la recuperación del poder calorífico de sus componentes orgánicos. Como se ha indicado, el destilado fino 165 tiene habitualmente un contenido total de sólidos de no más de aproximadamente un 5 % en peso (por ejemplo, no más de aproximadamente un 2 % en peso). Por lo tanto, antes de la introducción en la caldera de biomasa, el destilado fino se puede someter a evaporación para proporcionar una alimentación para la caldera de biomasa que tenga un contenido de sólidos adecuado (por ejemplo, de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 70 % en peso). El poder calorífico (contenido de energía) del destilado fino concentrado es habitualmente de 11.630 a 15.119 kilojulios por kg (5.000 a 6.500 BTU/lb).

Además, de acuerdo con la presente invención y con referencia a la Figura 3, el destilado fino 165A y/o la corriente de residuos de lignina 187A se puede someter a evaporación para proporcionar una alimentación para la caldera de biomasa que tenga un contenido de sólidos adecuado (por ejemplo, de aproximadamente un 50 a aproximadamente un 70 % en peso). El contenido de calor habitual de tal corriente de residuos concentrada es habitualmente de aproximadamente 5.000 a aproximadamente 6.500 BTU/lb (de aproximadamente 11.630 a aproximadamente 15.119 kilojulios por kg).

La presente invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos que tienen únicamente la finalidad de ilustración y no se pretende que sean limitantes del alcance de la invención o de la forma en la que se puede practicar.

Ejemplo 1

Este ejemplo detalla la impregnación ácida de rastrojo de maíz (RM) recogido cerca de Hugoton, KS. Una bala de rastrojo de maíz que pesaba aproximadamente 317,5 kg (700 libras) se desencordó manualmente y se introdujo en una trituradora de tolva (Vermeer Corporation, Pella, Iowa, EE.UU., Modelo TG 7000) que incluía un tamiz que tenía aperturas de aproximadamente 0,076 m (3 pulgadas) para proporcionar una materia prima toscamente molida. El rastrojo de maíz toscamente molido se molió a continuación a través de un tamiz de 12,7 mm (0,5 pulgadas) usando un molino de martillos (Bliss Industrial Inc., Ponca City, Oklahoma EE.UU., Modelo ER-2215-TF). El rastrojo de maíz molido tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 11 % en peso.

Después de la molienda, se impregnaron con ácido sulfúrico lotes de 9 kg (20 lb) de rastrojo de maíz molido a 12,7 mm. Para la impregnación ácida, los lotes de rastrojo de maíz se introdujeron en una mezcladora de doble eje con una camisa 70 °C mientras se pulverizaban 9 kg (20 lb) de una solución al 3 % (p/p) de ácido sulfúrico a una temperatura de 70 °C sobre la materia prima molida durante un período de 2 minutos. Después de completarse la pulverización, la mezcla ácido-materia prima se mezcló durante un período adicional de 6 minutos. El rastrojo de maíz impregnado con ácido resultante se mantuvo a continuación en una tolva de decantación con una camisa a 70 °C antes del pretratamiento durante un tiempo de mantenimiento de aproximadamente 20 minutos.

El rastrojo de maíz impregnado con ácido se introdujo a continuación en un digestor discontinuo precalentado que tenía un volumen total de aproximadamente 100 litros (1). Se introdujo vapor a una presión manométrica de 1380 kPa (200 psig) en el digestor para el calentamiento del rastrojo de maíz durante aproximadamente 10 a 30

segundos. Durante los primeros 5 a 10 segundos del período de inyección de vapor, se abrió una válvula de ventilación de 12,7 mm (0,5 pulgadas) en la parte superior del digestor para purgar aire del digestor. Después de completarse la inyección de vapor, la materia prima impregnada con ácido se mantuvo en el digestor a una presión manométrica de vapor de aproximadamente 1380 kPa (200 psig) durante aproximadamente 130 segundos después de lo cual la materia prima se descargó del digestor a una presión manométrica de 1380 kPa (200 psig). La descarga de la materia prima se produjo durante un tiempo de ventilación de aproximadamente 20 segundos.

Con fines comparativos, se ensayó un pretratamiento en el que la materia prima se descargó a presiones manométricas inferiores a 1380 kPa (200 psig) en el que la presión se redujo a presiones manométricas de aproximadamente 1034 kPa (150 psig), 827 kPa (120 psig), y 689,5 kPa (100 psig) por ventilación del digestor durante aproximadamente 20 segundos. Con fines comparativos, se ensayó un pretratamiento en el que la materia prima se sometió a una primera y segunda etapas de diferentes condiciones de presión. La primera etapa se produjo durante un período de aproximadamente 1 a 5 minutos durante el que la materia prima se sometió a presiones manométricas de 1034 a 1586 kPa (150 a 230 psig). Después de completarse la primera etapa, el digestor se ventiló durante aproximadamente 10 a 30 segundos para reducir la presión en el digestor en aproximadamente 345 a 1034 kPa (50 a 150 psig) o aproximadamente 517 a 827 kPa (75 a 120 psig). La duración de la segunda etapa de pretratamiento fue de aproximadamente 0,2 a 5 minutos o de aproximadamente 0,5 a 3 minutos.

Se analizó la composición química de las muestras de cada lote de rastrojo de maíz pretratado (RMP).

La Tabla 1 proporciona la composición del licor en las muestras de rastrojo de maíz pretratado a las diversas presiones. El contenido de humedad de las muestras de RMP no es el mismo, con variaciones de hasta un 10 %. Las concentraciones de azúcar en los licores se normalizan con el contenido de humedad como la muestra de RMP de pretratamiento completo de presión (es decir, etapa única, pretratamiento a presión manométrica de 1380 kPa (200 psig)), para comparación directa.

Tabla 1

Presión de descarga	1380 kPa (200 psi)		1034 kPa (150 psi)		827 kPa (120 psi)		689,5 kPa (100 psi)	
	Antes de hidrólisis ácida	Después de un 4 % de hidrólisis ácida	Antes de hidrólisis ácida	Después de un 4 % de hidrólisis ácida	Antes de hidrólisis ácida	Después de un 4 % de hidrólisis ácida	Antes de hidrólisis ácida	Después de un 4 % de hidrólisis ácida
Concentración en el licor, g/l								
Glucosa	20,2	24,16	19,94	23,23	20,18	23,67	23,96	27,85
Xílosa	79,99	68,79	85,10	91,66	89,44	97,63	92,63	101,60
Galactosa	6,6	8,06	8,46	9,52	6,91	8,30	5,51	7,31
Arabinosa	10,69	12,68	11,37	13,57	10,75	13,20	9,31	12,05
Manosa	2,23	2,84	2,01	2,71	1,81	2,67	1,54	2,51
Celobiosa	1,79	-	2,68	-	1,92	-	2,07	-
Ácido acético	4,77	-	4,73	-	5,78	-	6,23	-
Furfural	1,54	-	1,82	-	2,03	-	2,47	-
HMF	0,87	-	0,90	-	0,71	-	1,05	-
Total de azúcares solubles	121,6	136,53	129,55	140,67	131,00	146,38	135,03	151,32

La Tabla 2 muestra la composición del rastrojo de maíz lavado pretratado a las diversas presiones.

La Tabla 3 muestra los resultados de la hidrólisis enzimática de muestras lavadas y pretratadas.

La Tabla 4 muestra el análisis de tamaño de partícula de RMP lavado.

Tabla 2

Componente, % en peso	Presión de descarga			
	1380 kPa (200 psi)	1034 kPa (150 psi)	827 kPa (120 psi)	689,5 kPa (100 psi)
Glucano	55,96	56,32	56,47	55,47
Xilano	4,03	3,64	2,94	2,8
Galadano	0,3	0,3	0	0
Arabinano	0,86	0,88	0,77	0,67
Manano	0,35	0,33	0	0
Lignina Klason	26,82	27,7	28,94	29,82
Lignina soluble en ácido	1,13	1,08	1,06	0,99
Ceniza	9,28	10,26	10,18	11,03
Ácido acético	0,77	0	0	0
Balance de masa	99,50	100,52	100,35	100,78

Tabla 3

Tiempo de hidrólisis enzimática, h	Presión de descarga			
	1380 kPa (200 psi)	1034 kPa (150 psi)	827 kPa (120 psi)	689,5 kPa (100 psi)
0	0,0	0,0	0,0	0,0
12	45,2	42,8	43,0	44,7
24	64,9	61,8	62,9	62,9
48	85,1	81,9	84,7	83,8
72	90,5	90,2	93,5	88,8
96	92,9	92,9	95,8	91,2

5

Tabla 4

Presión de descarga, kPa (psi)	Longitud aritmética (μm)	Longitud ponderada (μm)	Anchura (μm)	Elementos finos (% en longitud)	Elementos finos (% en área)	Tosquedad (mg/m)
1380 (200)	181	303	23,3	41,3	2,87	0,2283
1034 (150)	179	291	23,4	41,4	2,73	0,2476
1034 (150) (RMP sin lavar)	177	291	23,3	41,3	2,71	0,2421
689,5 (100)	159	248	23,8	50,3	3,22	0,245b

Estos resultados indican que el pretratamiento en dos etapas proporcionó un aumento de hasta aproximadamente un 11 % en el rendimiento de azúcares solubles en comparación con el pretratamiento de etapa única. Se cree que una parte significativa, si no la mayoría del aumento, se puede atribuir a la conversión adicional de xilano como evidencia el aumento en la concentración de xilosa en el licor y la reducción en el contenido de xilano del rastrojo de

10

maíz pretratado lavado. Se cree actualmente que la ventilación de furfural durante el pretratamiento evita que el furfural se condense en la xilosa, conduciendo de ese modo a un mayor rendimiento de xilosa solubilizada. Además, se cree actualmente que se proporciona un rendimiento ventajoso de etanol en virtud de la recuperación y fermentación de azúcares C₅. El tamaño de partícula y la digestibilidad de celulosa variaron poco entre el rastrojo de maíz pretratado con los procedimientos en una y dos etapas.

Ejemplo 2

Este ejemplo detalla el aporte de energía requerido durante la impregnación ácida que se realiza como se describe en el Ejemplo 1.

El aporte de energía varió de 1,9 a 9,4 kWh/tonelada métrica (1,7 a 8,5 kWh/t) de rastrojo de maíz durante 2 a 10 minutos de tiempo de mezcla (aporte de energía de mezcla = energía de mezcla con rastrojo y ácido menos energía de mezcla sin rastrojo de maíz). El tiempo de mezcla de la impregnación ácida varió de 4 a 6 minutos, lo que corresponde a un aporte de energía de 3,7 a 5,6 kWh/tonelada métrica (3,4 a 5,1 kWh/t) de rastrojo de maíz (en base al peso en seco). El contenido de humedad del rastrojo de maíz molido fue un 12 % en peso y el contenido de humedad del rastrojo de maíz impregnado con ácido fue aproximadamente un 55 % en peso. Las Tablas 5 y 6 proporcionan los resultados para el ensayo de aporte de energía.

Tabla 5

Estimación del consumo de energía de la impregnación ácida											
Operación	Tensión, V	Corriente, Amp	Tiempo de proceso, min	Entrada de RM como tal, lb	TS de RM	Peso seco de RM, kg (lb)	kVA	kW	Energía consumida por lote, kWh	Aporte de energía por lote de RM, kWh	Aporte de energía por tonelada, kWh
Vacío	460	1,49	6	20	0,88	8 (17,6)	1,1871	0,9497	0,0950	0,0000	N/A
Solo RM	460	1,85	6	20	0,88	8 (17,6)	1,4739	1,1791	0,1179	0,0229	
RM más solución ácida	460	2,19	6	20	0,88	8 (17,6)	1,7448	1,3959	0,1396	0,0446	
kVA = V * A * 1,732/1000 (Nota: 1,732 es la raíz cuadrada de 3)											
kW = kVA * factor de potencia (Nota: factor de potencia (FP) para motores de 1-5 CV FP = 0,75, motores de 5-50 CV FP = 0,8, 50-100 CV FP = 0,85, > 100 CV FP = 0,9)											
Peso de RM por lote (20 lb) = 9,1 kg											
Tiempo de proceso del impregnador, min	kWh para RM húmedo										
2	1,69										
3	2,53										
4	3,38										
5	4,225										
6	5,07	Proceso normal = 6 min									
7	5,915										
8	6,76										
9	7,605										
10	8,45										

Ejemplo 3

Este ejemplo proporciona resultados del análisis de tamaño de partícula del rastrojo de maíz pretratado mediante una diversidad de combinaciones de condiciones.

- 5 La Tabla 6 proporcionan los resultados del análisis de tamaño de partícula del rastrojo de maíz molido usando los Tamices Estándar U.S. especificados. En general, la distribución de tamaño de partícula del rastrojo de maíz pretratado es más reducida que la del rastrojo de maíz molido.

Tabla 6

Tamiz	Apertura, mm/ μ m	% medio retenido	Acumulado, %	Desviación estándar
Bandeja de 0,265"	6,73 mm	0,0	na	0,0
Bandeja N° 5	4 mm	10,8	100	0,7
Bandeja N° 10	1,68 mm	29,2	89,2	1,5
Bandeja N° 20	841 μ m	27,7	60	1,4
Bandeja N° 40	420 μ m	14,6	32,3	0,6
Bandeja N° 60	250 μ m	4,9	17,7	0,8
Fondo	< 250 μ m	12,8	12,8	1,1

- 10 El análisis de tamaño de partícula se realizó para (a) rastrojo de maíz pretratado a diversas presiones; (b) rastrojo de maíz lavado con agua, y (c) fibra recuperada del destilado de rastrojo de maíz pretratado. En general, como se describe posteriormente, con soplado a presión reducida (689,5 kPa manométrica (100 psig) frente a soplado a presión total a 1380 kPa manométrica (200 psig)), la tosquedad aumenta ligeramente. La medida exacta de la longitud de la fibra para partículas pequeñas usando el Analizador de Calidad de Fibras probó ser difícil.

- 15 Los datos de tamaño de partícula se recogieron usando un Analizador de Calidad de Fibras (FQA) - MorFi OL-01 disponible en el mercado en Techpap (Francia). Se tomaron medidas de la longitud de fibra y de la anchura de fibra. Con fines de comparación, también se realizaron análisis de tamaño de partícula de paja del trigo. Los resultados se proporcionan en la Tabla 6.

- 20 Longitud de fibra: media aritmética de la longitud de fibra y media ponderada en longitud de la longitud de fibra. La media aritmética de la longitud de fibra es la suma de todas las longitudes de fibra individuales dividida por el número total de fibras medidas; la media ponderada en longitud de la longitud de fibra se calcula como la suma de las longitudes de fibra individuales al cuadrado dividida por la suma de las longitudes de fibra individuales. Los datos de la Tabla 6 indican que (a) a medida que aumenta la presión de pretratamiento, aumenta la longitud de fibra; (b) el lavado con agua no afecta a la longitud de fibra; (c) la longitud de fibra del destilado de rastrojo de maíz pretratado y de la paja de trigo pretratada son similares.

- 25 Anchura de fibra: medida de la longitud a través de la fibra. Los resultados que se enumeran en la Tabla 6 indican que (a) se observó que una mayor presión de pretratamiento proporciona en general menor anchura de fibra hasta 1034 kPa manométrica (150 psig), después de lo cual no afecta a la anchura de fibra; (b) el lavado con agua no afecta a la anchura de fibra; (c) la anchura de fibra del destilado de rastrojo de maíz pretratado es mayor que la del destilado de paja de trigo pretratada.

- 30 Tosquedad: miligramos de fibra por metro de longitud de fibra. Los resultados de la Tabla 6 indican (a) un valor máximo para la tosquedad (0,2476) a una presión de pretratamiento de 1034 kPa manométrica (150 psig); (b) el procedimiento de lavado con agua aumenta la tosquedad de la fibra; (c) la tosquedad del destilado de rastrojo de maíz pretratado es mucho mayor que la del destilado de paja de trigo pretratada.

- 35 Finos: partículas por debajo de 7 micrómetros (por debajo de 7 micrómetros una "fibra"). El porcentaje de finos en base aritmética es el número de finos dividido por el número total de fibras (finos incluidos) multiplicado por un 100 %; el porcentaje de finos en base ponderada en longitud es la suma de longitudes de finos dividida por la longitud total de fibras y finos en la muestra.

- 40 Los resultados de la Tabla 7 indican que (a) una mayor presión de pretratamiento resulta en general en menos finos hasta una presión manométrica de 1034 kPa (150 psig), pero una presión manométrica superior a 1034 kPa (150 psig) no afecta la proporción de finos en base ponderada en longitud; en base al número de finos (2,73) hay un mínimo a una presión manométrica de 1034 kPa (150 psig); (b) el lavado con agua no afecta el contenido de finos; (c) el destilado de rastrojo de maíz pretratado proporciona una mayor proporción de finos que el destilado de paja de trigo pretratada; (d) el destilado (particularmente de rastrojo de maíz pretratado) incluye una proporción

relativamente alta de finos (por ejemplo, más de un 95 %), que produce problemas durante la filtración durante el lavado con agua.

Tabla 7

Tabla 1. Propiedades de las fibras de siete (7) muestras por FQA																		
Muestra	Longitud aritmética (μm)			Longitud ponderada (μm)			Anchura (μm)			Elementos finos (% en longitud)			Porcentaje de e/ls finos (% en área)			Tosquedad (mg/m)		
	1	2	Med.	1	2	Med.	1	2	Med.	1	2	Med.	1	2	Med.	1	2	Med.
WW-RMP-1.379 kPa	180	182	181	300	305	302,5	23,2	23,4	23,3	41,3	40,5	41,3	2,94	2,79	2,865	0,2336	0,223	0,2283
WW-RMP-344,75 kPa	178	179	178,5	290	291	290,5	23,5	23,3	23,4	41,4	40,4	41,4	2,79	2,67	2,73	0,236	0,2591	0,2476
WW-RMP-689,5 kPa	160	158	159	246	249	247,5	23,9	23,7	23,8	50,3	50,1	50,3	3,17	3,27	3,22	0,2365	0,2524	0,2455
WW-RMP-344,75 kPa	178	179	178,5	290	291	290,5	23,5	23,3	23,4	41,4	40,4	41,4	2,79	2,67	2,73	0,236	0,2591	0,2476
RMP-344,75 kPa	175	179	177	289	292	290,5	23,4	23,2	23,3	41,3	40,5	41,3	2,73	2,68	2,706	0,2423	0,2418	0,2421
RMP-destilado	110	111	110,5	130	132	131	23	23,4	23,2	95,8	95,6	95,8	11,21	11,1	11,15	0,9574	0,9656	0,9615
RMP-residuo de SSF	114	114	114	134	132	133	24,3	24,4	24,35	93,8	93,8	93,8	9,66	9,65	9,655	1,3279	1,3262	1,3271
RMP-destilado	110	111	110,5	130	132	131	23	23,4	23,2	95,8	95,6	95,8	11,21	11,1	11,15	0,9574	0,9656	0,9615
PWS-destilado	111	112	111,5	128	131	129,5	21,3	21,5	21,4	87,2	86,8	87,2	7,35	7,12	7,235	0,4955	0,4874	0,4915

Ejemplo 5

Este ejemplo proporciona un balance de masa (Tabla 10) para un procedimiento de producción de etanol de la presente invención preparado usando rastrojo de maíz y correspondiendo en general al procedimiento que se representa en la Figura 1.

Tabla 10

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Componentes y unidades											
Flujo total, kg/h	46,30	48,38	94,68	27,46	13,61	106,06	16,17	122,23	0,95	123,18	80,83
Sólidos totales secos, kg/h	41,67					40,42	1,62	42,03	0,07	42,11	
Sólidos totales, fracción en peso	0,90					0,38	0,10	0,34	0,08	0,34	
Humedad, fracción en peso	0,10					0,62	0,90	0,66	0,92	0,66	
Insoluble, fracción en peso	1,00					0,65	0,36	0,64		0,22	
Sólidos solubles, fracción en peso	0,00					0,35	0,54	0,36		0,12	
Insoluble, kg/h						26,27	0,58	26,85	0,07	26,93	
Sólidos solubles, kg/h						14,15	1,03	15,18		15,18	
Temperatura °C	20,0	60,0	60,0	192,0		100,0	50,0	60,0	20,0	60,0	70,0
pH			1,10			1,80	4,50	4,50	4,50	4,50	6,80
Presión, (psig) kPa manométrico	(14,7) 101			(175,0) 1206,5							
Vapor, kg/h				27,46	.13,61						
Agua, kg/h	4,63	47,44	52,07			65,64	14,55	80,19	0,88	81,07	80,83
Etanol, kg/h											
Glucosa + oligómeros (SS) kg/h						1,78					
Xilosa + oligómeros (SS) kg/h						9,22					
Arabinosa + oligómeros (SS) kg/h						1,30					

(continuación)

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Azúcares C ₆ no glucosa + oligómeros (SS) kg/h						1,10					
Lignina (SS) kg/h						0,48					
Sales inorgánicas (SS) kg/h						0,38					
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h						1,02					
Ácido láctico kg/h											
Ácido urónico kg/h						0,64					
Amoniaco (NH ₃) kg/h											
NaOH kg/h											
Ácido sulfúrico kg/h		0,94	0,94			0,94					
Dióxido de carbono kg/h											
Oxígeno kg/h											
Nitrógeno kg/h											
Almidón (IS) kg/h											
Glucano (IS) kg/h	16,08		16,08			14,47					
Xilano (IS) kg/h	9,02		9,02			0,90					
Arabinano (IS) kg/h	1,45		1,45			0,30					
Sólido C ₆ no glucosa (IS) kg/h	1,22		1,22			0,23					
Lignina (IS) kg/h	8,00		8,00			7,52					
Acetato (IS) kg/h	0,83		0,83			0,04					
Ácido urónico (IS) kg/h	1,29		1,29			0,64					

(continuación)

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Ceniza (IS) kg/h	1,88		1,88			1,50					
Proteína kg/h	1,50		1,50						0,07		
Levadura (IS) kg/h											
Enzima (IS) kg/h											
Desconocido (IS) kg/h	0,40		0,40			0,40					
Desconocido (SS) kg/h											
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h											
Jarabe de glucosa al 75 %											
Nutrientes, kg/h											

ES 2 458 554 T3

	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Torta húmeda de extracción de azúcar	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Fibras insol. cáustico
	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Componentes y unidades		116,2		0,31					
Flujo total, kg/h	118,49	14,40		0,03	8,29	84,45	68,36	132,30	57,05
Sólidos totales secos, kg/h	14,69	0,12		0,10	0,37	27,34	0,68	6,78	19,97
Sólidos totales, fracción en peso	0,12	0,88		0,90	0,04	0,32	0,01	0,05	0,35
Humedad, fracción en peso	0,88	0,00		0,10	0,96	0,68	0,99	0,95	0,65
Insoluble, fracción en peso	0,00	0,12		0,00	0,01	0,32	0,00	0,00	0,35
Sólidos solubles, fracción en peso	0,12	0,26		0,03	0,03	0,01	0,01	0,04	0,00
Insoluble, kg/h	0,27	14,13		0,00	0,10	26,58	0,00	0,27	19,95
Sólidos solubles, kg/h	14,42	32,0		40,0	0,27	0,76	0,68	5,70	0,01
Temperatura °C	65,0	5,00		6,80		65,0	45,0	45,0	45,0
pH	2,50					3,70	13,00	12,00	8,00
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h	103,80	101,72		0,27	7,27	58,10	67,67	125,78	37,08
Etanol, kg/h									
Glucosa + oligómeros (SS) kg/h	1,70	1,66			0,03	0,09		0,14	
Xilosa + oligómeros (SS) kg/h	8,76	8,59			0,18	0,46		0,18	
Arabinosa + oligómeros (SS) kg/h	1,23	1,21			0,02	0,06		0,06	
Azúcares C ₆ no glucosa + oligómeros (SS) kg/h	1,4	1,02			0,02	0,05		0,05	
Salas inorgánicas (SS) kg/h	0,36	0,35			0,01	0,02		0,02	

(continuación)

	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Torta húmeda de extracción de azúcar	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Fibras insol. cáustico
	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h	0,96	0,95			0,02	0,05		0,05	
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h	0,61	0,60			0,01	0,03		0,03	
Amoniaco (NH ₃) kg/h									
NaOH kg/h							0,68		
Ácido sulfúrico kg/h	0,89				0,06	0,05		0,67	0,01
Dióxido de carbono kg/h								0,05	
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h						14,47			14,32
Xilano (IS) kg/h						0,90			0,76
Arabinano (IS) kg/h						0,30			0,24
Sólido C ₆ no glucosa (IS) kg/h						0,23			0,18
Lignina (IS) kg/h						7,52			2,26
Acetato (IS) kg/h						0,04			0,04
Ácido urónico (IS) kg/h						0,64			0,64
Ceniza (IS) kg/h						1,50			1,50
Proteína kg/h				0,03					
Levadura (IS) kg/h					0,10				
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									

(continuación)

	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Torta húmeda de extracción de azúcar	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Fibras insol. cáustico
	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h									

	Fibras insol. cáustico en enz. pdn.	Fibras insol. cáustico en hid.	Suplemento enz. pdn.	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. levadura C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Componentes y unidades									
Flujo total, kg/h	0,57	56,48	2,59	2,81	42,36	121,21			5,61
Sólidos totales secos, kg/h	0,20	19,77		0,21		29,06		0,01	0,12
Sólidos totales, fracción en peso	0,35	0,35		0,07		0,26			0,02
Humedad, fracción en peso	0,65	0,65		0,93		0,74			
Insoluble, fracción en peso	0,35	0,35		0,07		0,13			
Sólidos solubles, fracción en peso	0,00		0,00			0,13			
Insoluble, kg/h	0,20	19,77				14,26			
Sólidos solubles, kg/h	0,00	0,01				14,60			
Concentración de etanol, % en peso									
Temperatura °C	45	45	35	35	45	45			
pH	8,0	8,0	5,0	5,0					
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h		36,71	1,49	2,59	42,36	83,15			
Etanol, kg/h									5,49
Glucosa (SS) kg/h			0,35			13,51			
Xilosa (SS) kg/h						0,81			
Arabinosa (SS) kg/h						0,27			
Azúcares C ₆ (SS) kg/h						0,20			
Lignina (SS) kg/h									
Sales inorgánicas (SS) kg/h									

(continuación)

	Fibras insol. caústico en enz. pdn.	Fibras insol. caústico en hid.	Suplemento enz. pdn.	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. enzima C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h									
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h									
Amoniaco (NH ₃) kg/h									
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h									
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h		14,32				2,15			
Xilano (IS) kg/h		0,89				0,18			
Arabinano (IS) kg/h		0,30				0,30			
Sólido C ₆ (IS) kg/h		0,23				0,23			
Lignina (IS) kg/h		7,45				7,45			
Acetato (IS) kg/h		0,04				0,04			
Ácido urónico (IS) kg/h		0,64				0,64			
Ceniza (IS) kg/h		1,49				1,49			
Proteína kg/h				0,21		1,71			
Levadura (IS) kg/h								0,01	0,08
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									

(continuación)

	Fibras insol. cáustico en enz. pdn.	Fibras insol. cáustico en hid.	Suplemento enz. pdn.	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. enzima C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %			0,47				0,37		
Nutrientes, kg/h			0,27			0,08			0,04

	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación	Vino alto	Destilado completo	Residuo sólido	Destilado fino	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina
Componentes y unidades	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Flujo total, kg/h	119,88	117,82	237,71	25,12	243,58	52,88	190,64	1,06	5,27
Sólidos totales secos, kg/h	5,04	16,82	21,86		20,57	18,51	2,06		4,74
Sólidos totales, fracción en peso	0,04	0,14	0,09		0,08	0,35	0,01		0,90
Humedad, fracción en peso									
Insoluble, fracción en peso									
Sólidos solubles, fracción en peso									
Insoluble, kg/h									
Sólidos solubles, kg/h									
Concentración de etanol, % en peso	3,80	6,63	0,05	42,00	0,00				
Temperatura °C	35	37	36	50	90				
pH	4,5	4,5	4,5		4,5				
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h	108,99	88,64	197,63	14,57	222,96	34,37	188,58	0,07	
Etanol, kg/h	4,31	6,29	10,60	10,55	0,05				
Glucosa (SS) kg/h	0,42	1,35	1,77		1,77				
Xilosa (SS) kg/h	2,15	0,81	2,96		2,96				
Arabinosa (SS) kg/h	1,21	0,27	1,48		1,48				
Azúcares C ₆ (SS) kg/h	0,25	0,02							
Lignina (SS) kg/h	0,45								
Sales inorgánicas (SS) kg/h	0,35								

(continuación)

	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación	Vino alto	Destilado completo	Residuo sólido	Destilado fino	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina
	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h	0,95								
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h									
Amoniaco (NH ₃) kg/h	0,60								
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h								0,98	
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h		2,15			2,15				
Xilano (IS) kg/h		0,18			0,18				
Arabinano (IS) kg/h		0,30			0,30				
Sólido C ₆ (IS) kg/h		0,23			0,23				
Lignina (IS) kg/h		7,45			7,45			4,74	
Acetato (IS) kg/h		0,04			0,04				
Ácido urónico (IS) kg/h		0,64			0,64				
Ceniza (IS) kg/h		1,49			1,49				
Proteína kg/h		1,71			1,71				
Levadura (IS) kg/h	0,22	0,18			0,18				
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									

(continuación)

	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación	Vino alto	Destilado completo	Residuo sólido	Destilado fino	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina
	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h									

	Filtrado de lignina	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Vapor de destilación
	39	40	41
Componentes y unidades			
Flujo total, kg/h	152,13	17,56	39,90
Sólidos totales secos, kg/h	2,83	5,27	
Sólidos totales, fracción en peso	0,02	0,30	
Humedad, fracción en peso			
Insoluble, fracción en peso			
Sólidos solubles, fracción en peso			
Insoluble, kg/h			
Sólidos solubles, kg/h			
Concentración de etanol, % en peso			
Temperatura °C			160
pH			
Presión, (psig) kPa manométrico			(75,0) 517

(continuación)

	Filtrado de lignina	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Vapor de destilación
	39	40	41
Vapor, kg/h			39,90
Agua, kg/h			
Etanol, kg/h			
Glucosa (SS) kg/h			
Xilosa (SS) kg/h			
Arabinosa (SS) kg/h			
Azúcares C ₆ (SS) kg/h			
Lignina (SS) kg/h			
Sales inorgánicas (SS) kg/h			
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h			
Ácido láctico kg/h			
Ácido urónico kg/h			
Amoníaco (NH ₃) kg/h			
NaOH kg/h			
Ácido sulfúrico kg/h			
Dióxido de carbono kg/h			
Oxígeno kg/h			
Nitrógeno kg/h			
Almidón (IS) kg/h			
Glucano (IS) kg/h			
Xilano (IS) kg/h			
Arabinano (IS) kg/h			
Sólido C ₆ (IS) kg/h			

(continuación)			
	Filtrado de lignina	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Vapor de destilación
	39	40	41
Lignina (IS) kg/h			
Acetato (IS) kg/h			
Ácido urónico (IS) kg/h			
Ceniza (IS) kg/h			
Proteína kg/h			
Levadura (IS) kg/h			
Enzima (IS) kg/h			
Desconocido (IS) kg/h			
Desconocido (SS) kg/h			
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h			
Jarabe de glucosa al 75 %			
Nutrientes, kg/h			

Ejemplo 6

Este ejemplo proporciona un balance de masa (Tabla 11) para un procedimiento de producción de etanol de la presente invención preparado usando rastrojo de maíz y correspondiendo en general con el procedimiento que se representa en la Figura 3.

Tabla 11

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Componentes y unidades									
Flujo total, kg/h	46,30	48,38	94,68	27,46	13,61	106,06	16,17	122,23	0,95
Sólidos totales secos, kg/h	41,67					40,42	1,62	42,03	0,07
Sólidos totales, fracción en peso	0,90					0,38	0,10	0,34	0,08
Humedad, fracción en peso	0,10					0,62	0,90	0,66	0,92
Insoluble, fracción en peso	1,00					0,65	0,36	0,64	
Sólidos solubles, fracción en peso	0,00					0,35	0,54	0,36	
Insoluble, kg/h						26,27	0,58	26,85	0,07
Sólidos solubles, kg/h						14,15	1,03	15,18	
Temperatura °C	20	60	60	192		100	50	60	20
pH			1,1			1,8	4,5	4,5	4,5
Presión, (psig) kPa manométrico	(14,7) 101			(175,0) 1206,5					
Vapor, kg/h				27,46	13,61				
Agua, kg/h	4,63	47,44	52,07			65,64	14,55	80,19	0,88
Etanol, kg/h									
Glucosa + oligómeros (SS) kg/h						1,78			
Xilosa + oligómeros (SS) kg/h						9,22			
Arabinosa + oligómeros (SS) kg/h						1,30			
Azúcares C ₆ no glucosa + oligómeros (SS) kg/h						1,10			
Lignina (SS) kg/h						0,48			

(continuación)

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Sales inorgánicas (SS) kg/h						0,38			
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h						1,02			
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h						0,64			
Amoniaco (NH ₃) kg/h									
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h		0,94	0,94			0,94			
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h	16,08		16,08			14,47			
Xilano (IS) kg/h	9,02		9,02			0,90			
Arabinano (IS) kg/h	1,45		1,45			0,30			
Sólido C ₆ no glucosa (IS) kg/h	1,22		1,22			0,23			
Lignina (IS) kg/h	8,00		8,00			7,52			
Acetato (IS) kg/h	0,83		0,83			0,04			
Ácido urónico (IS) kg/h	1,29		1,29			0,64			
Ceniza (IS) kg/h	1,88		1,88			1,50			
Proteína kg/h	1,50		1,50						0,07
Levadura (IS) kg/h									

(continuación)

	RM molido y limpio	Ácido diluido	RM acidificado	Vapor de pretratamiento	Vapor instantáneo de pretratamiento	RMP	Reactivos	Suspensión de RMP acondicionada	Enzima
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h	0,40		0,40			0,40			
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h									

	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión de levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Fibras lavadas de extracción de azúcar	Fibras lavadas en producción enz.
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Componentes y unidades									
Flujo total, kg/h	123,18	80,83	118,49	116,12		0,31	8,29	85,45	0,85
Sólidos totales secos, kg/h	42,11		14,69	14,40		0,03	0,37	27,34	0,27
Sólidos totales, fracción en peso	0,34		0,12	0,12		0,10	0,04	0,32	0,32
Humedad, fracción en peso	0,66		0,88	0,88		0,90	0,96	0,68	0,68
Insoluble, fracción en peso	0,22		0,00	0,00		0,10	0,01	0,31	0,32
Sólidos solubles, fracción en peso	0,12		0,12	0,12		0,00	0,03	0,01	0,00
Insoluble, kg/h	26,93		0,27	0,26		0,03	0,10	26,58	0,27
Sólidos solubles, kg/h	15,18		14,42	14,13		0,00	0,27	0,76	0,00
Temperatura °C	60	70	65	32		40		65	45
pH	4,5	6,8	2,5	5,0		6,8		3,7	3,7

(continuación)

	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión de levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Fibras lavadas de extracción de azúcar	Fibras lavadas en producción enz.
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h	81,07	80,83	103,80	101,72		0,27	7,27	58,10	0,58
Etanol, kg/h									
Glucosa + oligómeros (SS) kg/h			1,70	1,66			0,03		
Xilosa + oligómeros (SS) kg/h			8,76	8,59			0,18		
Arabinosa + oligómeros (SS) kg/h			1,23	1,21			0,02		
Azúcares C ₆ no glucosa + oligómeros (SS) kg/h			1,04	1,02			0,02		
Lignina (SS) kg/h			0,46	0,45			0,01		
Sales inorgánicas (SS) kg/h			0,36	0,35			0,01		
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h			0,96	0,95			0,02		
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h			0,61	0,60			0,01		
Amoniaco (NH ₃) kg/h									
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h			0,89				0,06		
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h								14,47	0,14
Glucano (IS) kg/h								0,90	0,01

(continuación)

	Alimentación de RMP en extracción de azúcar	Agua de lavado	Extracto de azúcar	Extracto de azúcar en ferm. xilosa	Suplemento 1 en prop. levadura de xilosa	Suspensión de levadura de xilosa	Inóculo de levadura de xilosa	Fibras lavadas de extracción de azúcar	Fibras lavadas en producción enz.
	10	11	12	13	14	15	16	17	18
Xilano (IS) kg/h								0,30	0,00
Arabinano (IS) kg/h								0,23	0,00
Sólido C _a no glucosa (IS) kg/h								7,52	0,08
Lignina (IS) kg/h								0,04	0,00
Acetato (IS) kg/h								0,64	0,01
Ácido urónico (IS) kg/h								1,50	0,02
Ceniza (IS) kg/h									
Proteína kg/h							0,10		
Levadura (IS) kg/h						0,03			
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h									

	Fibras lavadas en hidrólisis enz.	Suplemento pdn. enz.
	19	20
Componentes y unidades		
Flujo total, kg/h	84,59	2,59
Sólidos totales secos, kg/h	27,07	

(continuación)

	Fibras lavadas en hidrólisis enz.	Suplemento pdn. enz.
	19	20
Sólidos totales, fracción en peso	0,32	
Humedad, fracción en peso	0,68	
Insoluble, fracción en peso	0,31	
Sólidos solubles, fracción en peso	0,01	
Insoluble, kg/h	26,31	
Sólidos solubles, kg/h	0,76	
Temperatura °C	45	35
pH	3,7	5,0
Presión, (psig) kPa manométrico		
Vapor, kg/h		
Agua, kg/h	58,69	1,49
Etanol, kg/h		
Glucosa + oligómeros (SS) kg/h	0,09	0,35
Xilosa + oligómeros (SS) kg/h	0,46	
Arabinosa + oligómeros (SS) kg/h	0,06	
Azúcares C ₆ no glucosa + oligómeros (SS) kg/h	0,05	
Lignina (SS) kg/h	0,02	
Sales inorgánicas (SS) kg/h	0,02	
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h	0,05	
Ácido láctico kg/h		
Ácido urónico kg/h	0,03	
Amoniaco (NH ₃) kg/h		
NaOH kg/h		

(continuación)

	Fibras lavadas en hidrólisis enz.	Suplemento pdn. enz.
	19	20
Ácido sulfúrico kg/h	0,05	
Dióxido de carbono kg/h		
Oxígeno kg/h		
Nitrógeno kg/h	14,32	
Almidón (IS) kg/h	0,89	
Glucano (IS) kg/h	0,30	
Xilano (IS) kg/h	0,23	
Arabinano (IS) kg/h	7,45	
Sólido C ₆ no glucosa (IS) kg/h	0,04	
Lignina (IS) kg/h	0,64	
Acetato (IS) kg/h	1,49	
Ácido urónico (IS) kg/h		
Ceniza (IS) kg/h		
Proteína kg/h		
Levadura (IS) kg/h		
Enzima (IS) kg/h		
Desconocido (IS) kg/h		
Desconocido (SS) kg/h		
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h		
Jarabe de glucosa al 75 %		0,47
Nutrientes, kg/h		0,27

	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. levadura C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Componentes y unidades									
Flujo total, kg/h	2,81	50,76	141,28	2,81	0,00	7,06	119,88	148,34	268,23
Sólidos totales secos, kg/h	0,21		29,25	0,21	0,07	1,20	5,04	17,76	22,80
Sólidos totales, fracción en peso	0,07		0,21	0,07		0,17	0,04	0,12	0,08
Humedad, fracción en peso	0,93		0,79	0,93		0,83	0,96	0,88	0,92
Insoluble, fracción en peso	0,07		0,10	0,07		0,17	0,00	0,11	0,06
Sólidos solubles, fracción en peso			0,10			0,00			0,02
Insoluble, kg/h			14,45			1,20	0,22	16,65	16,87
Sólidos solubles, kg/h			14,60			0,00	4,82	1,10	5,93
Concentración de etanol, % en peso							3,80	5,07	4,47
Temperatura °C	35	45	45	35	45	45	35	35	35
pH	5,0	7,0	4,5	5,0		4,5	4,5	4,5	4,5
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h	2,59	50,76	112,03	2,59		5,86	108,99	117,89	226,88
Etanol, kg/h							4,31	6,29	10,60
Glucosa (SS) kg/h			13,51				0,42	1,35	1,77
Xilosa (SS) kg/h			0,81				2,15	0,81	2,96
Arabinosa (SS) kg/h			0,27				1,21	0,27	1,48
Azúcares C ₆ (SS) kg/h			0:20				0,25	0,02	0,27
Lignina (SS) kg/h							0,45		0,45
Sales inorgánicas (SS) kg/h							0,35		0,35

(continuación)

	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. levadura C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h							0,95		0,95
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h							0,60		0,60
Amoniaco (NH ₃) kg/h									
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h									
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h			2,15					2,15	2,15
Xilano (IS) kg/h			0,18					0,18	0,18
Arabinano (IS) kg/h			0,30					0,30	0,30
Sólido C ₆ (IS) kg/h			0,23					0,23	0,23
Lignina (IS) kg/h			7,45					7,45	7,45
Acetato (IS) kg/h			0,04					0,04	0,04
Ácido urónico (IS) kg/h			0,64					0,64	0,64
Ceniza (IS) kg/h			1,49					1,49	1,49
Proteína kg/h	0,21		1,71	0,21				1,71	1,71
Levadura (IS) kg/h					0,07	1,12	0,22	1,12	1,12
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									
Desconocido (SS) kg/h									

(continuación)

	Enzima en bruto	Agua en hid. enz.	Hidrolizado enz.	Supl. levadura C ₆	Levadura seca C ₆	Inóculo levadura C ₆	Cerveza C ₅	Cerveza C ₆	Alimentación de destilación
	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h			0,27			0,08			0,56

	Destilado completo	Vino alto	Torta de destilado	Destilado fino	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina	Filtrado de lignina en agua residual
Componentes y unidades	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Flujo total, kg/h	280,19	25,12	305,31	223,16	128,55	154,46	1,20	7,30	177,38
Sólidos totales secos, kg/h	22,80		16,95	5,85	0,80	8,74		6,94	2,39
Sólidos totales, fracción en peso	0,08		0,06	0,03	0,01	0,06		0,95	0,01
Humedad, fracción en peso	0,92		0,94	0,97				0,05	
Insoluble, fracción en peso	0,06		0,95	0,14				0,98	
Sólidos solubles, fracción en peso	0,02		0,05	0,86				0,02	
Insoluble, kg/h	16,87		16,03	0,84				6,83	
Sólidos solubles, kg/h	5,93		0,92	5,00		8,74		0,11	
Concentración de etanol, % en peso	0,02	42,00	0,02	0,02					
Temperatura °C	35	50	90	90	20	50		25	
pH	4,5		4,5	4,5	13,0	12,0		3,0	
Presión, (psig) kPa manométrico									
Vapor, kg/h									
Agua, kg/h	257,34	14,57	40,07	217,32	127,75	145,72	0,08		174,98
Etanol, kg/h	0,05	10,55	0,01	0,04					

(continuación)

	Destilado completo	Vino alto	Torta de destilado	Destilado fino	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina	Filtrado de lignina en agua residual
	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Glucosa (SS) kg/h	1,77								
Xilosa (SS) kg/h	2,15								
Arabinosa (SS) kg/h	0,30								
Azúcares C ₆ (SS) kg/h	0,25								0,79
Lignina (SS) kg/h	0,11					6,33			0,32
Sales inorgánicas (SS) kg/h	0,09								1,28
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h	0,24								
Ácido láctico kg/h									
Ácido urónico kg/h	0,15								
Amoniaco (NH ₃) kg/h					0,80	0,76	1,12		
NaOH kg/h									
Ácido sulfúrico kg/h									
Dióxido de carbono kg/h									
Oxígeno kg/h									
Nitrógeno kg/h									
Almidón (IS) kg/h									
Glucano (IS) kg/h	2,15								0,86
Xilano (IS) kg/h	0,18								
Arabinano (IS) kg/h	0,30								
Sólido C ₆ (IS) kg/h	0,23								
Lignina (IS) kg/h	7,45							6,33	
Acetato (IS) kg/h	0,04								

(continuación)

	Destilado completo	Vino alto	Torta de destilado	Destilado fino	Cáustico en extracción de lignina	Extracto de lignina	Ácido sulfúrico al 93 % en precipitado de lignina	Producto en polvo de lignina	Filtrado de lignina en agua residual
	30	31	32	33	34	35	36	37	38
Ácido urónico (IS) kg/h	0,64								
Ceniza (IS) kg/h	1,49								
Proteína kg/h	1,71								
Levadura (IS) kg/h	1,12								
Enzima (IS) kg/h									
Desconocido (IS) kg/h									
Desconocido (SS) kg/h									
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h									
Jarabe de glucosa al 75 %									
Nutrientes, kg/h									

	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Residuo	Vapor de destilación
	39	40	41
Componentes y unidades			
Flujo total, kg/h	29,13	31,11	45,02
Sólidos totales secos, kg/h	8,74	9,01	
Sólidos totales, fracción en peso	0,30	0,30	
Humedad, fracción en peso			
Insoluble, fracción en peso			
Sólidos solubles, fracción en peso			
Insoluble, kg/h		8,84	
Sólidos solubles, kg/h	8,74	0,13	

(continuación)

	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Residuo	Vapor de destilación
	39	40	41
Concentración de etanol, % en peso			
Temperatura °C			160
pH	12,0		
Presión, (psig) kPa manométrico			(75,0) 517
Vapor, kg/h			45,02
Agua, kg/h			
Etanol, kg/h			
Glucosa (SS) kg/h			
Xilosa (SS) kg/h			
Arabinosa (SS) kg/h			
Azúcares C ₆ (SS) kg/h			
Lignina (SS) kg/h			
Sales inorgánicas (SS) kg/h			
Compuestos orgánicos volátiles (ácido acético + furfural + HMF) kg/h			
Ácido láctico kg/h			
Ácido urónico kg/h			
Amoniaco (NH ₃) kg/h			
NaOH kg/h		0,04	
Ácido sulfúrico kg/h			
Dióxido de carbono kg/h			
Oxígeno kg/h			
Nitrógeno kg/h			
Almidón (IS) kg/h			

(continuación)			
	Producto de suspensión de lignina (alternativa)	Residuo	Vapor de destilación
	39	40	41
Glucano (IS) kg/h			
Xilano (IS) kg/h			
Arabinano (IS) kg/h			
Sólido C ₆ (IS) kg/h			
Lignina (IS) kg/h			
Acetato (IS) kg/h			
Ácido urónico (IS) kg/h			
Ceniza (IS) kg/h			
Proteína kg/h			
Levadura (IS) kg/h			
Enzima (IS) kg/h			
Desconocido (IS) kg/h			
Desconocido (SS) kg/h			
Mosto de cereal (35 % TS), kg/h			
Jarabe de glucosa al 75 %			
Nutrientes, kg/h			

Ejemplo 7

El Protocolo B para determinar el contenido de xilosa de una materia prima de biomasa, una materia prima de biomasa pretratada, y las fracciones de las mismas, que es necesario para determinar el rendimiento de xilosa (en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa) es el procedimiento que se describe en el Informe Técnico del Laboratorio Nacional de Energías Renovables (National Renewable Energy Laboratory, NREL) NREL/TP-510-42623, enero de 2008, que se titula "Determination of Sugars, Byproducts, y Degradation Products in Liquid Fraction Process Samples", Laboratory Analytical Procedure (LAP), fecha de publicación: 12/08/2006, por A. Sluiter, B. Hames, R. Ruiz, C. Scarlata, J. Sluiter, y D. Templeton. La totalidad de los contenidos de este informe se incorpora por la presente en el presente documento por referencia a todos los efectos.

Ejemplo 8

Este ejemplo describe el Protocolo C para determinar la digestibilidad de celulosa de una materia prima de biomasa, una materia prima de biomasa pretratada, y las fracciones de las mismas.

Este protocolo describe la sacarificación enzimática de celulosa a partir de biomasa lignocelulósica nativa o preparada en glucosa para determinar el grado máximo de digestibilidad posible. Este protocolo cubre la determinación del grado máximo de digestibilidad de biomasa lignocelulósica. Si se sospecha que la biomasa tiene cierto contenido de almidón, el porcentaje en peso seco de celulosa calculado a partir del glucano total se debe corregir para restar la contribución del almidón al porcentaje en peso seco total de glucosa.

Las muestras se deberían lavar para retirar cualquier ácido o álcali libre antes de realizar este protocolo.

1. Muestreo y especies de ensayo

La especie de ensayo consiste en aproximadamente 1 gramo de una muestra de biomasa pretratada de sólidos totales de un 6 % en peso obtenida de modo que se asegure que es representativa del lote completo del material que se va a ensayar.

Todos los materiales lignocelulósicos que han experimentado tratamiento acuoso no deben haber experimentado ningún secado antes de la digestibilidad de enzima, dado que se puede producir el colapso irreversible de poros en la microestructura de la biomasa conduciendo a una disminución de la liberación enzimática de glucosa de la celulosa. Además, todos los materiales lignocelulósicos congelados que se van a someter a los ensayos de digestibilidad no pueden haber estado congelados durante más de un mes antes del análisis, dado que, dependiendo del entorno, se podría haber producido sublimación que conduce al posible colapso irreversible de microporos en la biomasa.

2. Aparatos y materiales

- Incubadora ajustada a 50 ± 1 °C.
- Microcentrífuga.
- pHmetro.
- Balanza analítica: sensibilidad de 0,0001 gramos.
- Columna de HPLC con detector de índice de refracción y columna BioRad Aminex® HPX-87P.
- Horno de secado ajustado a 105 ± 2 °C.
- Pipeteador de 10, 20, 200 μ l y 1000 μ l con las correspondientes puntas.
- Clíper de punta de pipeta para el muestreo de suspensiones con alto contenido de sólidos.
- Matraces de agitación de vidrio apantallado de 250 ml o 500 ml equipados con tapones revestidos de plástico o tapones de goma o tapones de goma taladrados equipados con compartimentos herméticos o trampas de burbujas.

3. Reactivos

a) Enzima celulasa (por ejemplo, Celluclast 1,5 L de Novozymes, Accellerase 1000 de Genencor, y 22 CG de Novozymes) de actividad conocida (por ejemplo, UPF/ml). En algunos casos, se puede especificar una unidad de actividad diferente por el fabricante de la enzima de modo que las cargas de enzima se pueden comparar en base al peso y/o el coste; b) tampón citrato sódico (1 M, pH 4,8); c) enzima β -glucosidasa de actividad conocida, unidades de p-nitrofenil-glucosida (pNPGU/ml) (esta es únicamente para Celluclast 1,5 L); d) agua destilada o agua purificada por ósmosis inversa; e) LACTROL.

4. Preparación de la muestra

Determinar los sólidos totales (TS %/100) para todas las muestras que contienen celulosa que se van a digerir.

Pesar aproximadamente 1 gramo de muestra de biomasa pretratada de sólidos totales de un 6 % en peso y añadirlo a un matraz de 250 ml. Añadir a cada matraz 5,0 ml de tampón citrato sódico 1,0 M, pH 4,8.

Añadir a cada matraz 0,5 mg de LACTROL para evitar el crecimiento de organismos durante la digestión.

Calcular la cantidad de agua destilada necesaria para llevar el volumen total de cada matraz a 100,00 ml después de la adición de las enzimas especificadas en la siguiente etapa. Añadir a cada matraz el volumen calculado de agua apropiado. Se supone que todas las soluciones y la biomasa tienen una gravedad específica de 1,000 g/ml. Por lo tanto, si se añaden 6,0 g de biomasa al matraz, se supone que ocupan 6,0 ml y se tiene que añadir un total de 94 ml de líquido.

Llevar los contenidos de cada matraz a 50 °C por calentamiento en la incubadora ajustada a 50 ± 1 °C. Se añade a cada matraz un volumen apropiado de la preparación de enzima celulasa que equivale a 5 UPF/g de glucano (para Celluclast 1,5 L) y el volumen apropiado de enzima β -glucosidasa que equivale a 7,5 unidades de p-nitrofenil-glucosida (pNPGU/ml)/g de glucano para una relación de 1:1,5 de celulasa con respecto a glucosidasa. Esta relación puede no ser posible si las dos enzimas vienen premezcladas en un cóctel de modo que la carga de enzima se debería ajustar en consecuencia. Se va a medir la cantidad de liberación enzimática de glucosa; todos los contenidos del recipiente antes de la adición de la enzima deben estar a 50 °C y pH = 4,8. Las enzimas se añaden al final dado que la reacción se inicia con la adición de la enzima.

Preparar un blanco de reacción para el sustrato. El blanco de sustrato contiene tampón, agua, y la cantidad idéntica de sustrato en un volumen de 100,00 ml.

Preparar blancos de enzima para celulasa y β -glucosidasa con tampón, agua, y la cantidad idéntica de la enzima.

Cerrar los viales firmemente e incubar con rotación suave (150 rpm) durante un periodo de 72 a 110 horas o hasta que la liberación de azúcares solubles de la muestra o muestras se vuelva insignificante.

Si se va a medir el avance de la reacción, se retira una alícuota de 0,3 - 0,5 ml en cada intervalo predeterminado de tiempo (0, 6, 12, 24, 48, 72, 96 h) después de que los contenidos del vial se hayan mezclado bien por agitación. La muestra se calienta a 100 °C durante 10 minutos para inactivar la enzima, a continuación se enfría la muestra y se expulsa en un tubo de microcentrífuga de 1,5 ml y se centrifuga durante cinco minutos. El sobrenadante se somete a análisis de glucosa usando HPLC.

5. Cálculos

5 Para calcular el porcentaje de digestibilidad de la celulosa añadida al recipiente, se determina la concentración de glucosa en el sobrenadante centrifugado por HPLC. Se restan las concentraciones de glucosa de los blancos de sustrato y de enzima, si los hubiera. Se corrige la hidratación multiplicando la lectura de glucosa por 0,9 para corregir la molécula de agua añadida después de la hidrólisis del polímero de celulosa y se multiplica por 100 ml de volumen total de ensayo.

Ejemplo: si la lectura del analizador de glucosa (corregida con los blancos) es 9,9 mg/ml, entonces la cantidad de glucano digerida es: $0,0099 \text{ g/ml} \times 100 \text{ ml} \times 0,9 = 0,891 \text{ g}$.

Cálculo de la digestibilidad de celulosa:

10
$$\text{Digestibilidad de celulosa (\%)} = 100 \% \times (\text{gramos de celulosa digerida} / \text{gramos de celulosa añadida})$$

6. Notas y precauciones

Informar los resultados con dos cifras decimales, en una base seca a 105 °C. Para replicar los análisis de la misma muestra, informar la media, desviación estándar y diferencia relativa de porcentaje (% RPD).

15 b) Criterio de diferencia relativa de porcentaje: no definido; depende del sustrato que se va a ensayar. Diferentes preparaciones de biomasa pretratada exhibirán diferente cantidad de homogeneidad, lo que influenciará el grado en el que se hidrolizan.

Almacenamiento de la muestra: las muestras pretratadas se deberían almacenar húmedas, congeladas en un recipiente bien sellado o envasado al vacío no más de tres meses.

20 La presente invención no se limita a las realizaciones anteriores y se puede modificar de diversas maneras. Únicamente se pretende que la descripción anterior de las realizaciones preferentes, incluyendo los Ejemplos, presente a otros expertos en la materia la invención, sus principios, y su aplicación práctica de modo que los otros expertos en la materia puedan adaptar y aplicar la invención en sus numerosas formas, tal como sea lo más adecuado para los requisitos de un uso en particular.

25 Por referencia al uso de la palabra o palabras comprende o comprender o que comprende en la presente memoria descriptiva completa (incluyendo las reivindicaciones posteriores), a menos que el contexto requiera otra cosa, estas palabras se usan sobre la base y la comprensión evidente de que se tienen que interpretar inclusivamente, en lugar de exclusivamente, y los solicitantes pretenden que cada una de estas palabras se interprete de ese modo en la comprensión de la presente memoria descriptiva completa.

30 Cuando se introducen elementos de la presente invención o de la realización o realizaciones preferentes de la misma, se pretende que los artículos "un", "uno", "una", "el", "la", "dicho" y "dicha" hagan referencia a que existen uno o más elementos. Los términos "comprender", "incluir" y "tener" se pretende que sean inclusivos y se refiere a que pueden existir elementos adicionales distintos de los elementos enumerados.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de pretratamiento de materia prima de biomasa celulósica que comprende celulosa, hemicelulosa, y lignina, comprendiendo el procedimiento:

- 5 poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica con un medio líquido ácido para formar una materia prima de biomasa impregnada con ácido, en el que la materia prima de biomasa impregnada con ácido comprende de 0,01 a 0,05 kg de ácido por kg materia prima de biomasa celulósica en base al peso en seco; poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido con H₂O a una presión manométrica de 517 kPa a 1724 kPa y a una temperatura de 160 °C a 230 °C dentro de una zona de contacto para producir una materia prima tratada con vapor que comprende una fracción líquida que comprende xilosa;
- 10 someter la materia prima tratada con vapor dentro de una zona de despresurización a una presión manométrica controlada de 34,5 kPa a 344 kPa y a una temperatura controlada de 110 °C a 150 °C durante 2 a 30 minutos para producir una materia prima tratada con vapor que comprende una fracción líquida que comprende xilosa y una fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor, en el que el control de la temperatura y la presión dentro de la zona de despresurización consiste básicamente en liberar al menos una parte de la fracción volatilizada de la misma; y
- 15 en el que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización es al menos un 5 % mayor que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de contacto, y en el que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización representa un rendimiento de xilosa de al menos un 60 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa celulósica.
- 20 2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido se pone en contacto con H₂O en la zona de contacto en forma de vapor saturado a una presión manométrica de 689 kPa a 1379 kPa, o de 965 kPa a 1172 kPa.
3. El procedimiento de la reivindicación 1 o 2 en el que la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido se pone en contacto con H₂O en la zona de contacto en forma de vapor saturado a una temperatura de 160 °C a 200 °C.
- 25 4. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido se pone en contacto con H₂O en la zona de contacto en forma de vapor saturado durante 1 a 15 minutos o de 2 a 10 minutos.
5. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la presión manométrica dentro de la zona de despresurización es de 34,5 kPa a 276 kPa y la temperatura es de 110 °C a 140 °C.
- 30 6. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en el que la presión manométrica dentro de la zona de despresurización es de 69 kPa a 103 kPa y la temperatura es de 110 °C a 120 °C.
7. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el que la materia prima tratada con vapor se somete a condiciones eficaces para solubilizar hemicelulosa y producir una fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor en la zona de despresurización durante 5 a 20 minutos, o de 5 a 15 minutos.
- 35 8. El procedimiento de la reivindicación 7 en el que el contenido de xilosa de la fracción líquida de la materia prima tratada con vapor dentro de la zona de despresurización representa un rendimiento de xilosa de al menos un 70 %, o al menos un 80 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa celulósica.
9. El procedimiento de la reivindicación 7 u 8 en el que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de despresurización es al menos un 10 %, al menos un 20 %, o al menos un 30 % mayor que el contenido de xilosa de la fracción líquida en la zona de contacto.
- 40 10. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9 en el que la fracción volatilizada de la materia prima tratada con vapor liberada de la zona de despresurización comprende furfural, ácido acético, vapor, o una combinación de los mismos.
- 45 11. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10 en el que el procedimiento comprende: poner en contacto continuamente la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido con H₂O dentro de la zona de contacto; someter continuamente la materia prima tratada con vapor dentro de la zona de despresurización; y liberar continuamente al menos una parte de la fracción volatilizada de la zona de despresurización.
- 50 12. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 en el que la zona de contacto y la zona de despresurización están contenidas dentro de un solo recipiente.
13. El procedimiento de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12 en el que la zona de contacto y la zona de despresurización están contenidas dentro de recipientes separados.

14. Procedimiento para el pretratamiento de materia prima de biomasa celulósica que comprende celulosa, hemicelulosa, y lignina, comprendiendo el procedimiento:

- 5 poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica con un medio líquido ácido para formar una materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido, en el que la materia prima de biomasa impregnada con ácido comprende de 0,01 a 0,05 kg de ácido por kg de materia prima de biomasa celulósica en base al peso en seco;
- 10 poner en contacto la materia prima de biomasa celulósica impregnada con ácido con H₂O dentro de una zona de contacto que contiene una fase de vapor en la que la presión parcial de vapor de agua es al menos 379 kPa (manométrica) y la temperatura es de 150 °C a 240 °C para solubilizar hemicelulosa y producir una fracción volatilizada de la materia prima impregnada con ácido; y
- 15 liberar al menos una parte de la fracción volatilizada de la zona de contacto para controlar la presión en la zona de contacto durante 0,1 a 5 minutos y producir una fracción líquida que comprende xilosa, en el que la presión se reduce en al menos 207 kPa y la presión se controla de 172 kPa (manométrica) a 1034 kPa (manométrica) y la temperatura se controla de 130 °C a 185 °C, y en el que el contenido de xilosa de la fracción líquida representa un rendimiento de xilosa de al menos un 60 % en base al contenido de hemicelulosa de la materia prima de biomasa.

15. El procedimiento de la reivindicación 14 en el que la fracción volatilizada comprende ácido acético, furfural, hidroximetil furfural, gases condensables, o una combinación de los mismos.

FIG. 1

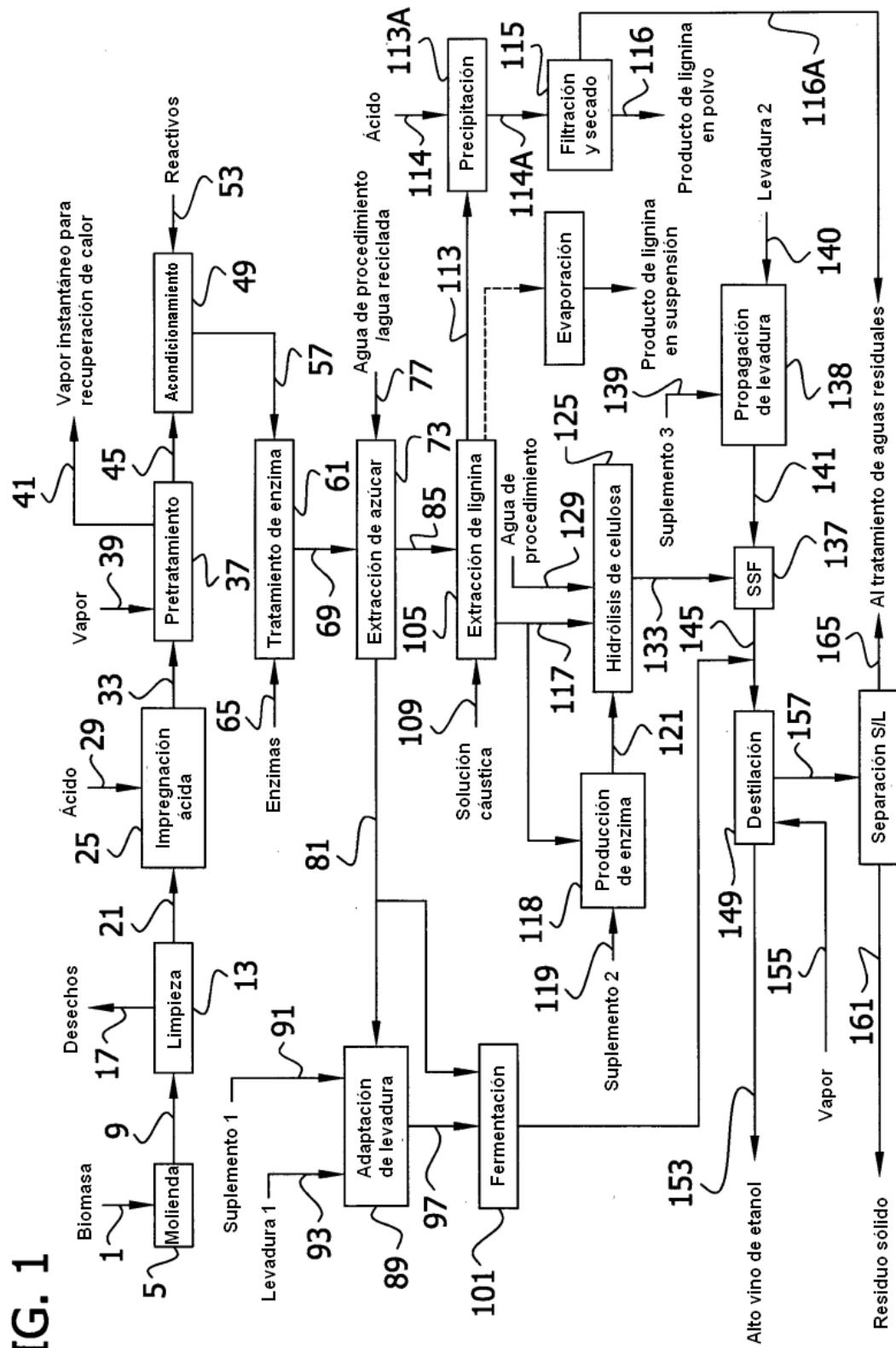


FIG. 1A

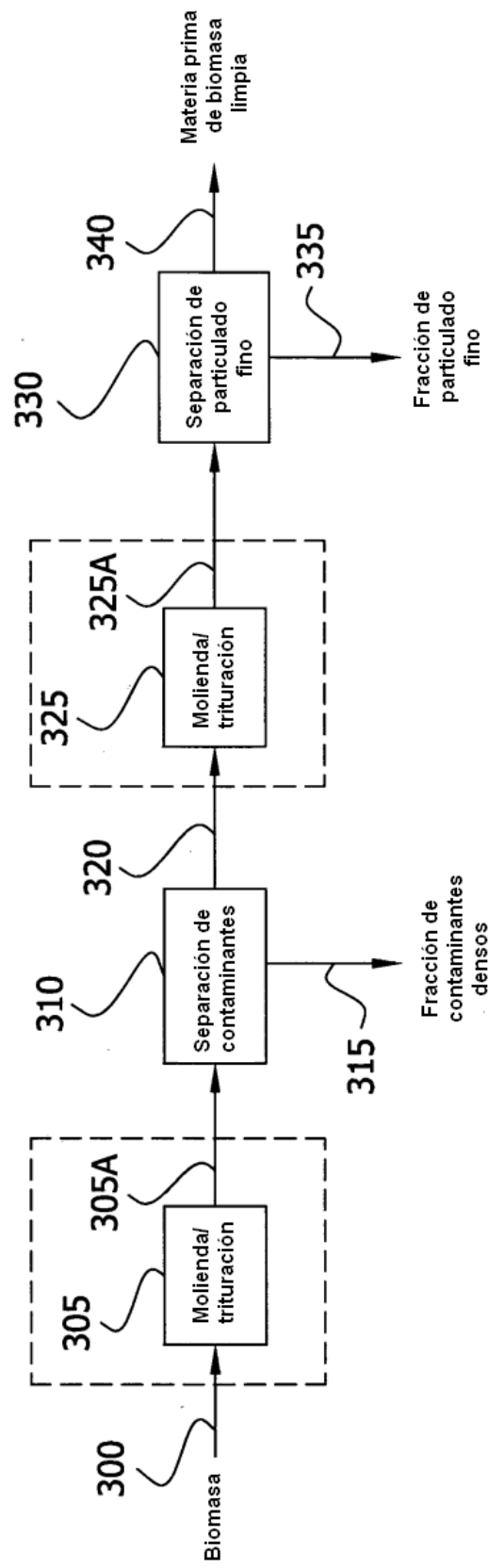


FIG. 2

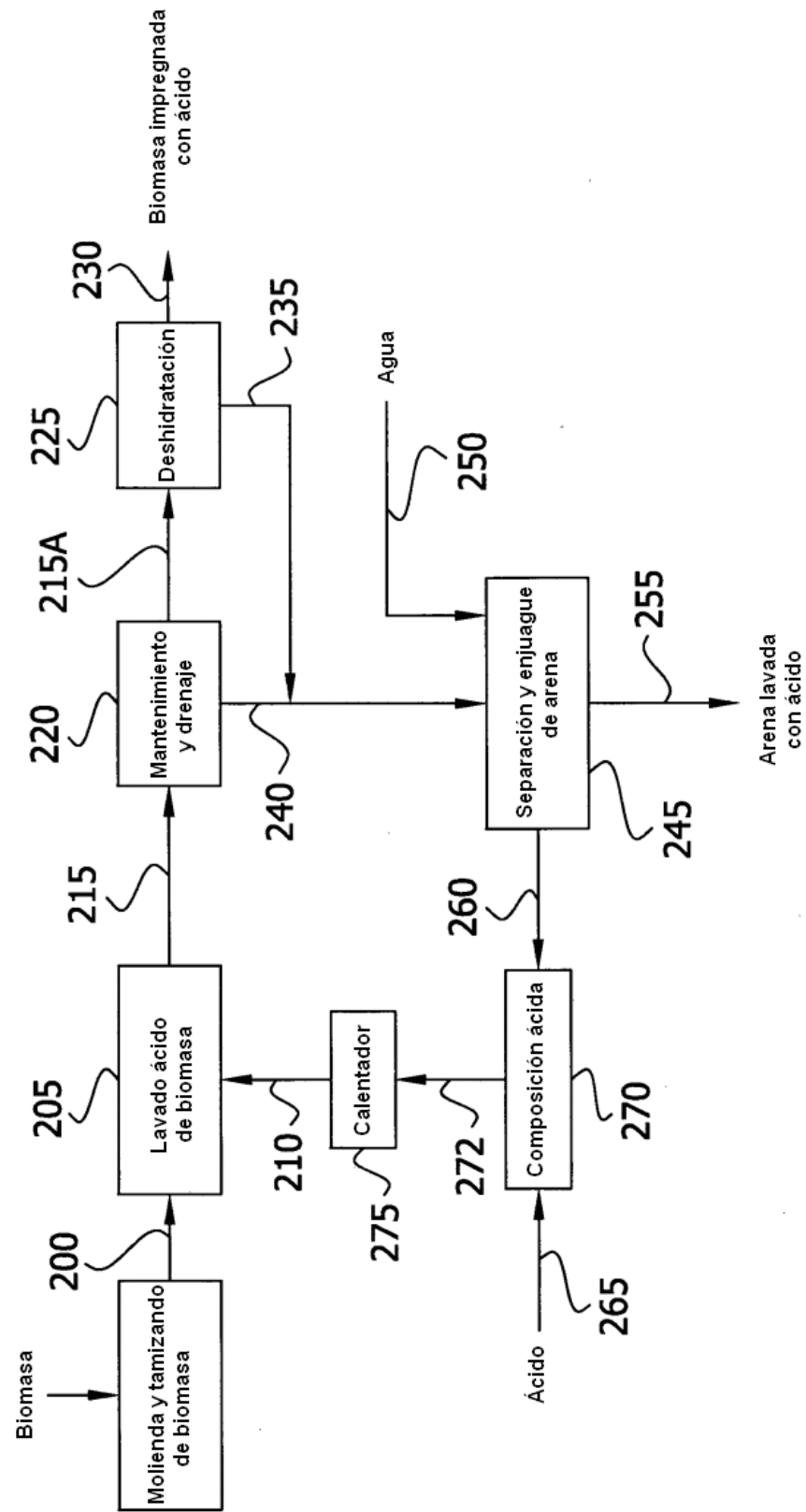


FIG. 3

