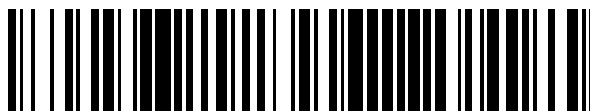


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 461 557**

51 Int. Cl.:

C12P 7/40 (2006.01)
C12P 13/04 (2006.01)
C12P 7/16 (2006.01)
C12P 7/18 (2006.01)
C12P 7/20 (2006.01)
C12P 7/24 (2006.01)
C12P 7/28 (2006.01)
C12P 7/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.07.2003 E 03784114 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2014 EP 1527187**

54 Título: **Producción de un producto de fermentación**

30 Prioridad:

05.08.2002 GB 0218021

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

20.05.2014

73 Titular/es:

**CIBA SPECIALTY CHEMICALS WATER
TREATMENTS LIMITED (100.0%)
CLECKHEATON ROAD, LOW MOOR, P.O. BOX 38
BRADFORD
WEST YORKSHIRE BD12 0JZ, GB**

72 Inventor/es:

**HUGHES, JONATHAN y
SYMES, KENNETH CHARLES**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 461 557 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

Producción de un producto de fermentación

La presente invención se refiere a procedimientos de tratamiento de materiales procedentes de plantas para proporcionar azúcares que contienen líquidos acuosos que se usan en un procedimiento de fermentación para producir un producto de fermentación. En particular, la presente invención se refiere a un procedimiento de deshidratación de un residuo de caldo de fermentación, producido como sub-producto de la recuperación de destilación de un producto de fermentación. Normalmente, los sólidos deshidratados se secan y se usan como combustible sólido. Normalmente, el agua depurada se devuelve a los cursos de agua y/o se usa como líquido de lavado en algún punto anterior del procedimiento.

Normalmente, dichos productos de fermentación incluyen por ejemplo, etanol, glicerol, acetona, n-butanol, butanodiol, isopropanol, ácido butírico, metano, ácido cítrico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido propiónico, ácido succínico, ácido itacónico, ácido acético, acetaldehído, ácido 3-hidroxipropiónico, ácido glicónico y ácido tartárico y amino ácidos tales como ácido L-glutámico, L-lisina, ácido L-aspártico, L-triptófano, L-arilglicinas o sales de cualesquiera de estos ácidos.

Se conoce el tratamiento de una biomasa con un ácido con el fin de hidrolizar los polisacáridos hasta los azúcares de componente que se puede usar en un procedimiento de fermentación para producir un producto de fermentación. Por ejemplo, el documento US-A-4384897 describe un procedimiento para tratar material de biomasa que se somete a una hidrólisis de dos etapas, en el cual se despolimerizan los polisacáridos que se hidrolizan más fácilmente, tal como hemicelulosa y posteriormente en una segunda etapa el material que es más difícil de polimerizar, por ejemplo celulosa, usando un tratamiento hidrolítico más intenso. Los productos de la primera y segunda etapas incluyen soluciones de azúcar y ácidos orgánicos, aldehídos. Los monosacáridos se someten a fermentación para producir etanol y la cerveza producida por medio de la fermentación se puede someter posteriormente a rectificación para producir etanol de calidad comercial. El documento US-A-4384897 define el aporte de mejoras en lavados de sólidos más eficaces, el uso de lavado en co-corriente o lavado en contra-corriente de sólidos y propone el uso de iones férricos o de aluminio como agentes floculantes para separar los sólidos finamente dispersados procedentes de la neutralización de la corriente de licor de hidrolisato.

También se conoce por el National Renewable Energy Laboratory (NREL) el informe que lleva por título "Lignocelulose Biomass to Ethanol Process Design and Economics of Co-Current Dilute Acid Prehydrolysis and Enzymatic Hydrolysis Current and Future Scenarios", NREL/IP-580-26157 (Julio de 1999) para tratar celulosa como segundo polisacárido por medio de una enzima celulasa con el fin de hidrolizar la celulosa para dar lugar a sus azúcares de componente. En una forma del presente procedimiento, el residuo de sub-producto sólido resultante de la primera etapa de hidrólisis y que contiene celulosa se divide en una corriente principal y una corriente secundaria. La corriente principal se alimenta directamente en el interior del recipiente de fermentación y se hace pasar la corriente secundaria a una etapa de producción de celulasa, en la cual se permite la proliferación de hongos que actúan sobre la celulosa, de manera que se forman azúcares y celulasa. Posteriormente, se alimentan los azúcares y la celulasa en el interior del recipiente de fermentación y la celulasa actúa sobre la celulosa a partir de la corriente principal y se convierte en sus azúcares de componente que, a su vez, se pueden fermentar para producir el producto de fermentación.

Se conoce el tratamiento de material celulósico usando ácido concentrado para proporcionar soluciones acuosas de azúcares, que se pueden usar en un procedimiento de fermentación. Por ejemplo, el documento US-A-4650689 divulga un procedimiento de preparación de etanol a partir de material celulósico sometiendo el material celulósico a un gas de ácido mineral altamente concentrado como HCl bajo presión, y tratamiento con agua caliente para proporcionar un líquido que contiene azúcares que se puede fermentar.

El documento US-A-5975439 describe un procedimiento automatizado para producir etanol por medio de trituración del componente celulósico del residuo sólido municipal y mezcla de éste con cantidades iguales de ácido sulfúrico concentrado a temperatura elevada para proporcionar la mezcla sometida a digestión. Se separa la solución acuosa de azúcar de los sólidos por medio de un procedimiento de filtración antes de someter a un procedimiento de fermentación.

No obstante, en la recuperación del producto de fermentación a partir del caldo de fermentación, en ocasiones, es necesario destilar de forma continua el producto de fermentación en una etapa de destilación, en la que se retira la corriente de residuos, comprendiendo residuos y sub-productos.

El documento WO-A8603514 describe la fabricación de etanol por medio de fermentación y posterior extracción de etanol a partir del caldo de fermentación. El licor residual de caldo de fermentación contiene levadura y materiales poliméricos disueltos tales como polisacáridos y proteínas. Una ventaja de ubicar la etapa de separación sólido y líquido tras la etapa de dilución es que parte de la proteína disuelta no apta para separación del licor de fermentación se transfiere al interior de una forma apta para separación a través de coagulación debido al calentamiento en los procedimientos de destilación e intercambio de calor.

En un estudio de Ann C Wilkie y col. (Biomass and Bioenergy 19 (2000) 63-102, se evalúa el tratamiento de residuo

de etanol. La bacteria, *Zymomonas mobilis* ha mostrado que produce elevados rendimientos de etanol pero resulta difícil separar el licor residual del material sólido. El estudio también identifica la dificultad de separar sólidos suspendidos de los cultivos de azúcar y cultivos celulósicos.

5 Galbe y col. describen el uso de un floculante (catiónico o aniónico) en el procedimiento de separación de lignina de un licor resultante de un procedimiento de fermentación. La separación se puede llevar a cabo en presencia de un polímero catiónico.

10 En general, la corriente residual o las fracciones de fondo del calderín que resultan de los procedimientos de destilación se someten a una etapa de separación sólido-líquido para producir un producto deshidratado que se puede secar para producir un producto de combustible sólido seco. El líquido acuoso separado de los sólidos bien se devuelve a los cursos de agua y/o bien se recicla como agua de lavado usada en el lavado del material tratado con ácido procedente de la planta. Normalmente, la corriente residual o las fracciones de fondo del calderín presentan una DBO elevada (Demanda Biológica de Oxígeno) y por eso es importante garantizar que el licor acuoso se depura de forma eficaz y el agua producida a partir del mismo está sustancialmente libre de impurezas con el fin de no envenenar los cursos de agua y/o, cuando se usa como líquido de lavado, no contaminar el sustrato objeto de lavado.

15 La corriente residual contiene impurezas basadas en la proteína precipitada y niveles elevados de lignina, que hacen difícil llevar a cabo la floculación y la separación sólidos-líquido. Se conoce a partir del informe NREL titulado "Liquid/Solid Separation" 99-10600/14 (Marzo 2001) el tratamiento de la suspensión posterior al destilado con una solución polimérica individual de concentración de un 0,01 a un 0,02 % en peso, identificada como Perc-765, a dosis dentro del intervalo de 0,4 a 1 kg/tonelada de sólidos secos para llevar a cabo la deshidratación de los sólidos sobre una prensa de bandas hasta un contenido final de sólidos de un 26-29 % en peso. No obstante, la claridad del filtrado es pobre, con una separación de la alimentación diluida de concentración de un 3 a un 4 % en peso que produce un filtrado que contiene sólidos de un 0,25 % en peso o mayor. Se nota que cuando se opera con una concentración de alimentación deseada de un 11,7 % en peso, la capacidad para flocular los sólidos puede verse afectada por esta diferencia y el resultado puede ser bien la dilución de la alimentación, mayor intensidad de mezcla y/o dosificaciones mayores de polímero. Basándose en el contenido final de sólidos y el contenido de sólidos del filtrado, no se recomiendan las prensas de bandas para la presente aplicación. Además, normalmente el licor está a una temperatura elevada, por ejemplo por encima de 50 °C y puede ser tan elevado como 95 °C o 100 °C. Normalmente, a estas temperaturas elevadas resulta incluso más difícil flocular estos licores de forma adecuada.

30 Por tanto, es un objetivo mejorar la separación sólidos-líquido. Un procedimiento para separar los sólidos suspendidos de un licor de fermentación sometiendo el licor a una etapa de separación sólidos-líquido, en el que se produce el licor de fermentación en un procedimiento de fermentación para la producción de un producto de fermentación, comprendiendo el licor agua, lignina y DBO, en el que el licor de fermentación se somete a una etapa mecánica de deshidratación durante o después de la aplicación de un sistema de tratamiento, en el que el residuo sólido resultante del procedimiento de separación contiene principalmente lignina, en el que la etapa de separación sólidos-líquido está asistida por un sistema de tratamiento, caracterizado porque el sistema de tratamiento comprende,

- (ii) un polímero catiónico que tiene un viscosidad intrínseca (VI) de al menos 4 dl/g y,
- (iii) un polímero aniónico, y/o
- (iv) un polímero catiónico de viscosidad intrínseca por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de al menos 3 meq/g y/o
- 45 (v) coagulantes inorgánicos y/o

La viscosidad intrínseca se mide usando un viscosímetro de nivel suspendido en NaCl 1 M tamponado a pH 7,5 a 25 °C.

50 Sorprendentemente, los inventores han encontrado que el rendimiento y/o la eficacia del procedimiento se pueden mejorar llevando a cabo una separación de sólidos-líquido rápida pero eficaz de los residuos de sólidos a partir del licor acuoso que contiene DBO y que se puede reciclar el licor hasta el procedimiento de fermentación. El sistema de tratamiento de la presente invención permite una separación significativamente mejorada de licores a partir de los residuos sólidos y sub-productos. En particular, el procedimiento induce una floculación más eficaz y se comprueba que el procedimiento de separación es significativamente más rápido. Además de los residuos sólidos, que contienen principalmente lignina procedente del procedimiento de separación, tiene un contenido de sólidos de torta má elevado que el tratamiento de separación convencional. Dicho producto sólido se seca consumiendo menos tiempo y energía y de este modo, por ejemplo, se usa de manera más eficaz como combustible sólido.

60 Normalmente, el residuo de biomasa comprende, además de lignina, microbios y celulosa y hemicelulosa no convertida residual. Frecuentemente, los licores acuosos comprenden también proteínas, polisacáridos, sales orgánicas e inorgánicas.

También es importante garantizar que también se logra una separación muy eficaz de licor con respecto al sub-producto sólido, de manera más rápida que los tratamientos convencionales.

En un aspecto de la presente invención, el licor de fermentación se somete a una etapa de destilación en la cual se recupera el producto de fermentación, en la que el licor se retira de la etapa de destilación en forma de corriente residual y posteriormente se somete a una etapa de separación de sólidos-líquido. De este modo, en esta forma de la invención, el licor de fermentación está esencialmente libre del producto de fermentación cuando se somete a la etapa de separación de sólidos-líquido.

Alternativamente, el licor de fermentación contiene el producto de fermentación en el que se somete el licor a la etapa de separación sólidos-líquido y posteriormente se hace pasar a una etapa de destilación en la que se recupera el producto de fermentación. De este modo, en esta forma de la invención, se retiran los sólidos antes de la etapa de destilación y, de este modo, la columna de destilación y la corriente residual producidas a partir de la misma están sustancialmente libres de sólidos.

Los inventores han encontrado que el procedimiento de separación es particularmente eficaz cuando el sistema de tratamiento comprende un segundo componente además del coagulante catiónico. En particular, una realización preferida emplea un sistema de tratamiento que comprende (i) el coagulante catiónico y (ii) un polímero catiónico de VI elevada de al menos 4 dl/g.

En un sistema de tratamiento que comprende el coagulante catiónico y un polímero de VI elevada, se pueden añadir los componentes de forma simultánea, bien como pre-mezcla o alternativamente por separado. En una forma preferida de la invención, el coagulante se añade seguido de la adición de polímero de VI elevada. También es posible el orden inverso de adición y puede adaptarse particularmente a determinados casos.

El coagulante catiónico puede ser un polímero de VI baja catiónico sintético, semi-natural o natural que exhibe una viscosidad intrínseca por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de al menos 3 meq/g. Preferentemente, el polímero de VI baja está seleccionado entre el grupo que consiste en poliaminas, polímeros de adición amina/epihaloalohidrina, polímeros de dicianidamida con formaldehído, polímeros de cloruro de dialildimetil amonio (DAD-MAC), almidón catiónico e inulina catiónica. Las poliaminas pueden ser poliaminas comercialmente disponibles, por ejemplo polietilenimina (PEI). El almidón catiónico o la inulina catiónica pueden ser productos comercialmente disponibles.

Los polímeros coagulantes preferidos son polímeros de adición de formaldehído con dimetilamina y otras aminas opcionales tales como etilendiamina, por ejemplo disponibles comercialmente en forma de Magnafloc™ 1597 o polímeros de formaldehído con dicianidamina, por ejemplo disponible comercialmente como Magnafloc™ 1797. Coagulantes poliméricos de VI baja más preferidos incluyen polímeros de monómero catiónico etilénicamente insaturado soluble en agua o mezcla de monómeros, al menos un(unos) monómero(s) catiónico(s), no iónico(s) y/o aniónico(s) solo(s) o con otros monómeros solubles en agua, con la condición de que el polímero tenga una naturaleza catiónica de al menos 3 meq/g. Por soluble en agua, los inventores entienden que el monómero tenga una solubilidad de al menos 5 g/100 ml a 25 °C. Polímeros particularmente preferidos son homopolímeros de cloruro de dialildimetil amonio o copolímeros de cloruro de dialildimetilamonio con hasta un 20 % en moles de acrilamida. Normalmente, dichos polímeros tienen pesos moleculares de hasta 2.000.000 y normalmente por debajo de 1.000.000. Polímeros útiles exhibirían de manera ideal una viscosidad intrínseca por debajo de 4 dl/g.

Los coagulantes inorgánicos pueden ser cualesquiera coagulantes inorgánicos apropiados, por ejemplo alumbre o cloruro de polialuminio (PAC).

Los polímeros aniónicos pueden ser polímeros naturales solubles en agua o susceptibles de hinchamiento en agua o sus derivados. Estos pueden incluir derivados de almidón, polímeros celulósicos solubles, gomas de planta, gomas marinas, gomas microbianas, extractos poliméricos y de polipéptido y análogos sintéticos. El polímero aniónico puede ser un polímero sintético que se ha formado a partir de un monómero o mezcla de monómeros solubles en agua etilénicamente insaturados. Estos monómeros pueden incluir ácido (met)acrílico y sus sales, ácido maleico y sus sales, ácido itacónico y sus sales y similares.

Cuando el procedimiento también implica un coagulante catiónico y un polímero catiónico de VI elevada, de manera deseable el polímero de VI elevada puede estar seleccionado entre polímeros solubles en agua o susceptibles de hinchamiento en agua. El polímero puede ser un polímero natural o un polímero sintético que se ha formado a partir de un monómero o mezcla de monómeros solubles en agua y etilénicamente insaturados. De manera apropiada, el polímero de VI elevada es un agente floculante seleccionado entre el grupo que consiste en polímeros sintéticos, semi-naturales y naturales, solubles en agua o susceptibles de hinchamiento en agua. De manera deseable, los polímeros naturales son materiales basados en quitosano. Preferentemente, el polímero es sintético y se puede formar por medio de polimerización de al menos un(unos) monómero(s) catiónico(s), no iónico(s) y/o aniónico(s) solo o con otros monómeros solubles en agua.

Preferentemente, los agentes floculantes poliméricos de VI elevada se forman a partir de monómeros solubles en agua etilénicamente insaturados que polimerizan fácilmente para producir polímeros de peso molecular elevado. Polímeros particularmente preferidos incluyen monómeros que están seleccionados entre el grupo que consiste en

poliacrilamida, copolímeros de acrilamida con ácido (met)acrílico o sus sales, copolímeros de acrilamida con (met)acrilato de dialquilaminoalquilo o sales de adición ácidas o de amonio cuaternario, polímeros de cloruro de dialquildimetil amonio. Los polímeros pueden ser lineales ya que se han preparado sustancialmente en ausencia de ramificación o agente de reticulación. Alternativamente, los polímeros pueden ser ramificados o reticulados, por ejemplo como en el documento EP-A-202780.

De manera deseable, el coagulante y el polímero de VI elevada se añaden secuencialmente, preferentemente empleando el primer coagulante. De este modo, la adición de coagulante coagula los sólidos suspendidos y los sólidos coagulados posteriormente se flocculan por medio de un flocculante de formación de puentes. No obstante, en algunos casos puede resultar deseable añadir el flocculante de VI elevada en primer lugar seguido del coagulante. Puede resultar deseable añadir el coagulante y el polímero de VI elevada de manera simultánea, preferentemente en forma de premezcla.

En el caso en el que el sistema de tratamiento emplee una premezcla, el coagulante puede ser un coagulante inorgánico o el polímero de VI baja anteriormente mencionado. Preferentemente, la premezcla comprende (i) un polímero catiónico de VI baja por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de al menos 3 meq/g y (ii) un polímero catiónico de VI elevada de al menos 4 dl/g.

De manera apropiada, el coagulante se encuentra dentro de la suspensión acuosa en cualquier cantidad apropiada con el fin de llevar a cabo la coagulación de los sólidos suspendidos. Normalmente, la dosis de coagulante es de al menos 50 gramos por tonelada (basada en el peso seco de residuo de biomasa). La dosis de coagulante normalmente es significativamente más elevada, y puede normalmente ser de hasta 5000 gramos por tonelada. Normalmente, la cantidad de coagulante se añade en una cantidad de entre 500 y 3000 gramos por tonelada, especialmente alrededor de 750 y 2000 gramos por tonelada.

Cuando el tratamiento emplea un flocculante de VI elevada con el coagulante catiónico, la dosis de flocculante es normalmente de al menos 50 gramos por tonelada (basado en el peso seco del residuo de biomasa). Normalmente, la dosis de flocculante es significativamente más elevada, y puede ser normalmente de hasta 5000 gramos por tonelada. Normalmente, la cantidad de flocculante se añade en una cantidad de entre 500 y 3000 gramos por tonelada, especialmente alrededor de 750 a 2000 gramos por tonelada. Con el fin de garantizar que los sólidos coagulados y/o flocculados se separan del medio líquido, se somete el residuo de biomasa a una etapa mecánica de deshidratación durante o después de la aplicación de un sistema de tratamiento. De manera ideal, la etapa de deshidratación mecánica está seleccionada entre al menos una de, una centrífuga, una prensa de tornillo, una prensa filtrante, una prensa filtrante de bandas o un filtro de bandas horizontal o preferentemente un filtro de presión.

Generalmente, el licor separado del residuo de biomasa que comprende azúcares y/o celulosa está libre de sólidos suspendidos no deseados y de manera deseable se recicla al procedimiento de fermentación con el fin de producir un producto de fermentación.

El residuo de biomasa deshidratado comprende lignina y, de este modo, generalmente es difícil de deshidratar. De manera general, el residuo de biomasa deshidratado se somete a una etapa de secado y el residuo seco puede, por ejemplo, usarse como combustible sólido, fuente de nutrientes para fermentación posterior o fuentes de sustancias químicas. El procedimiento permite que la fabricación del producto de fermentación sea más eficaz. Preferentemente, el producto de fermentación está seleccionado entre el grupo que consiste en etanol, glicerol, acetona, n-butanol, butanodiol, isopropanol, ácido butírico, metano, ácido cítrico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido propiónico, ácido succínico, ácido itacónico, ácido acético, acetaldehído, ácido 3-hidroxipropiónico, ácido glicónico y ácido tartárico y amino ácidos tales como ácido L-glutámico, L-lisina, ácido L-aspártico, L-triptófano, L-arilglicinas o sales de cualesquiera de estos ácidos.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo I

Pre-hidrólisis: se trataron con vapor astillas de madera molidas con un vapor de baja presión a aproximadamente 100 °C. Tras el tratamiento con vapor, se diluye ácido sulfúrico concentrado y se añade a la mezcla hasta que la mezcla contiene un 0,52 % de ácido y los sólidos del reactor alcanzan un 22 % en peso. Posteriormente, se trata con vapor la mezcla y se calienta hasta 175 °C durante 15 minutos. A continuación, se evapora de forma instantánea la mezcla durante 15 minutos para retirar un 6,5 % de ácido acético y un 61 % de furfural e hidroximetil furfural.

Separación: se tratan y posteriormente se separan sobre un filtro el 26 % de los sólidos insolubles presentes en la suspensión pre-hidrolizada (que contiene un 0,38 % de ácido sulfúrico). Un procedimiento para reducir las toxinas restantes en la parte líquida consiste en lavar con agua (reciclada). Tras intercambio iónico para retirar el ácido acético, se acidifica la parte líquida del hidrolisato hasta pH 2 por medio de la adición de ácido sulfúrico. A continuación, se añade cal para elevar el pH hasta 10 y se calienta el licor hasta 50 °C. Posteriormente, se ajusta el líquido hasta el pH de fermentación de 4,5 durante 4 horas permitiendo la formación de cristales de yeso para la separación por medio de filtración.

Sacarificación Simultánea y Co-Fermentación (SSCF): Se separan los sólidos hidrolizados detoxificados y diluidos

hasta fermentadores SSCF y de celulasa. La corriente de alimentación de hidrolisato tiene un 22 % de sólidos solubles e insolubles. La parte de hidrolisato separada para la producción de *Z. mobilis* sembrada es de aproximadamente un 10 %. La parte de sólidos hidrolizados separada para la producción de celulasa depende del rendimiento de celulosa sobre la xilosa y la celulosa presentes y la carga necesaria de enzima en el SSCF. Para la producción de celulasa, se combinan licor de hidrolisato con sólidos acondicionados y pre-hidrolizados, agua de reciclaje, agua de macerado de maíz (hasta un 1 %) y nutrientes ((NH₄)₂SO₄, KH₂PO₄, MgSO₄·7H₂O, CaCl₂·2H₂O y Tween 80) y aceite de maíz como antiespumante (hasta un 0,1 % en volumen/volumen), para dar una concentración final de celulosa de un 4 %. Posteriormente, se procesa el lote durante 160 horas a 28 °C para producir celulasa. Para SSCF, se enfría la suspensión de hidrolisato detoxificada (un 22 % de sólidos totales) hasta 30 °C y se añade al fermentador junto con un 10 % (v/v) de inóculo de siembra. Se añaden agua de macerado de maíz hasta un 0,25 % y celulasa para proporcionar una concentración final de 15 FPU/g (celulosa) y una concentración inicial de celulosa de un 22 %. La fermentación SSCF en la que se convierte celulosa en azúcares fermentables por medio de celulasa y se convierten los azúcares fermentables en etanol por medio de *Z. mobilis* tarda 7 días. Destilación: se alimenta una cerveza completa que contiene un 5,1 % de etanol en peso en una columna de destilación en la que se reduce la concentración de etanol hasta un 0,12 % en peso, y se genera un vapor que contiene un 37 % en peso de etanol.

Separación: se sometió a floculación una parte de 200 ml de la corriente inferior de calderín que contenía un 7,5 % de sólidos suspendidos en peso y un 2,5 % de sólidos solubles a 85 °C en un conjunto mezclador Triton a una velocidad de 1500 revoluciones por minuto y se trató con una mezcla 65:35 de polímero A (poliDADMAC de VI de aproximadamente 1 dl/g) y polímero B (una composición activa de polímero catiónico de un 20 % de acrilamida y un VI de 4 dl/g, preferentemente tras cizalladura como se describe en el documento EP 0202780B) a una dosis de 5 kg/tonelada de sólidos secos. Se permite que el residuo floculado drene libremente durante un tiempo de un minuto. Se obtiene una fracción drenada de 80 ml en 5 segundos. También se transfirió una muestra del material floculado hasta una prensa de pistón. Se usa un ciclo de presión de diez minutos con una presión máxima de 680 kPa. El volumen de filtrado a los 5 segundos fue de 101 ml y los sólidos de la torta fueron de un 31,4 %.

Ejemplo II

Con el fin de evaluar la separación de líquido de los sólidos en el caldo de fermentación, se estableció un procedimiento de ensayo que se describe a continuación a modo de ejemplo, con referencia a los dibujos adjuntos en los cuales:

La Figura 1 muestra una instalación de ensayo en elevación lateral de corte transversal parcial.

La Figura 2 es una vista en planta de la instalación de la Figura 1, y

La Figura 3 es un gráfico que muestra la velocidad de separación a diferentes concentraciones de floculante.

Haciendo referencia a los dibujos, la instalación de ensayo comprende un tubo 10 con terminación abierta orientado verticalmente, cuyo extremo inferior del tubo 10 está dispuesto justo encima del papel de filtro 12. Se proporcionan contactos 14 sobre el papel de filtro que están dispuestos para suministrar una señal a un temporizador 16 para accionar el temporizador cuando el líquido se dispersa hasta la forma de contactos del tubo 10. Se dispone un contacto adicional 18 unido al temporizador para apagar el temporizador cuando el líquido procedente del tubo alcanza el contacto 18. De este modo, la instalación mide el tiempo necesario para que el líquido se disperse a través del papel de filtro procedente de los contactos 14 hasta el contacto 18. Esto se conoce como Tiempo de Succión Capilar (CST) y es una medida de la velocidad con la cual el líquido se separa de los sólidos en la muestra objeto de ensayo.

Se colocó una muestra de 10 ml de caldo de fermentación en un cilindro de medición y se añadió floculante. Se cerró el cilindro y posteriormente se invirtió un número de veces, por ejemplo ocho veces, con el fin de garantizar una buena distribución del floculante en el caldo de fermentación a baja cizalladura. Posteriormente, se vertió la muestra en el interior del tubo 10 de la instalación de ensayo y el CST obtenido.

Se midió el CST, en segundos, de un caldo de fermentación procedente de forraje de maíz pretratado con 60 ppm de Polímero 1, a diferentes adiciones de floculante catiónico (Polímero 2). Los resultados se muestran en el gráfico de la Figura 3 que también muestra CST para las muestras con la adición de agua en lugar de floculante.

El Polímero 1 es un copolímero de un 52,5 % en peso de acrilato de sodio y un 47,5 % en peso de acrilamida, de VI de aproximadamente 11 dl/g. El Polímero 2 es un copolímero de un 43,5 % en peso de acrilamida y un 56,5 % en peso de monómero catiónico (dimetilaminoetilacrilato cuaternizado con cloruro de metilo), de VI de aproximadamente 6,5 dl/g

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de separación de sólidos suspendidos de un licor de fermentación sometiendo el licor a una etapa de separación sólidos-líquido,
 5 en el que el licor de fermentación se produce en un procedimiento de fermentación para la producción de un producto de fermentación,
 comprendiendo el licor agua, lignina y DBO,
 en el que el licor de fermentación se somete a una etapa de deshidratación mecánica durante o después de la aplicación de un sistema de tratamiento,
 en el que el residuo sólido resultante del procedimiento de separación contiene principalmente lignina,
 10 en el que la etapa de separación sólidos-líquido está asistida por un sistema de tratamiento, **caracterizado porque** el sistema de tratamiento comprende,
 - (ii) un polímero catiónico que tiene una viscosidad intrínseca (VI) de al menos 4 dl/g y,
 - (iii) un polímero aniónico, y/o
 - (iv) un polímero catiónico de viscosidad intrínseca por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de
 15 al menos 3 meq/g y/o
 - (v) coagulantes inorgánicos y/o
 - (vi) material microparticulado cargado.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el licor de fermentación se somete a un etapa de destilación en la que se recupera el producto de fermentación, en el que el licor se retira de la etapa de destilación
 20 como corriente residual y posteriormente se somete a una etapa de separación sólidos-líquido.
3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el licor de fermentación contiene el producto de fermentación en el que el licor se somete a una etapa de separación de sólidos-líquido y posteriormente se hace pasar a una etapa de destilación en la cual se recupera el producto de fermentación.
4. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el sistema de tratamiento
 25 comprende (i) un polímero catiónico de VI baja por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de al menos 3 meq/g y (ii) un polímero catiónico de VI elevada de al menos 4 dl/g.
5. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el polímero de VI baja está seleccionado entre el grupo que consiste en poliamidas, polímeros de adición de amina/epihalohidrina, polímeros de dicianidamida con formaldehído, polímeros de cloruro de dialildimetil amonio (DADMAC), almidón catiónico e inulina
 30 catiónica.
6. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en el que el coagulante inorgánico está seleccionado entre alumbre y poli(cloruro de aluminio) (PAC).
7. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 en el que el coagulante es un material microparticulado cargado.
8. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en el que el polímero de VI elevada
 35 está seleccionado entre polímeros solubles en agua o susceptibles de hinchamiento en agua, siendo el polímero un polímero natural, un polímero semi-natural o un polímero sintético que se ha formado a partir de un monómero o mezcla de monómeros solubles en agua y etilénicamente insaturados.
9. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicación 5 a 8 en el que el polímero de VI elevada es
 40 bien un material basado en quitosano o bien un polímero de acrilamida con uno o más monómeros catiónicos solubles en agua seleccionados entre (met)acrilatos de dialquilaminoalquilo, dialquilaminoalquil (met)acrilamidas y sales de adición ácidas o sus sales de amonio cuaternario.
10. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9 en el que el coagulante y el polímero de VI elevada se añaden secuencialmente, preferentemente empleando el primer coagulante.
- 45 11. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 9, en el que el coagulante y el polímero de VI elevada se añaden simultáneamente, preferentemente en forma de una premezcla.
12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que la premezcla comprende (i) un polímero catiónico de VI baja por debajo de 4 dl/g y una densidad de carga catiónica de al menos 3 meq/g y (ii) un polímero catiónico de VI elevada de viscosidad intrínseca de al menos 4 dl/g.
- 50 13. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que la dosis de coagulante es de 50 gramos por tonelada (basado en el peso seco del licor de fermentación).
14. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 5 a 13 en el que la dosis del polímero de VI elevada es de al menos 50 gramos por tonelada (basado en el peso seco del licor de fermentación).

15. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el mecanismo de la etapa de deshidratación está seleccionado entre al menos uno de, una centrífuga, una prensa de tornillo, una prensa filtrante, una prensa filtrante de bandas, un filtro de bandas horizontal o preferentemente un filtro de presión.
- 5 16. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que el licor tratado a partir del cual se han retirado los sólidos suspendidos se recicla y se usa como agua de lavado.
17. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16, en el que el licor de fermentación comprende lignina y en el cual los sólidos separados se deshidratan y posteriormente se someten a una etapa de secado para proporcionar un material sólido seco y en el cual se usa el material de sólido seco como combustible sólido.
- 10 18. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 17, en el que el producto de fermentación está seleccionado entre el grupo que consiste en etanol, glicerol, acetona, n-butanol, butanodiol, isopropanol, ácido butírico, metano, ácido cítrico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido propiónico, ácido succínico, ácido itacónico, ácido acético, acetaldehído, ácido 3-hidroxipropiónico, ácido glucónico y ácido tartárico y amino ácidos tales como ácido L-glutámico, L-lisina, ácido L-aspartico, L-triptófano, L-arilglicinas o sales de cualesquiera de dichos ácidos.
- 15

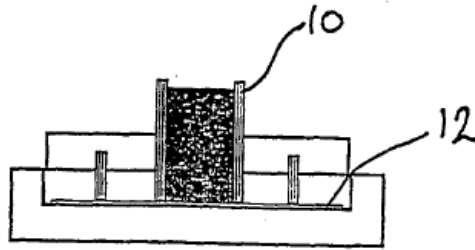


Fig. 1

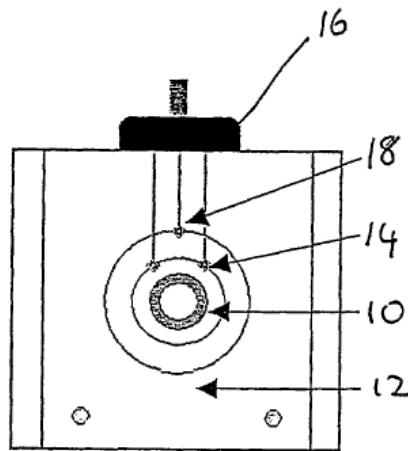


Fig. 2

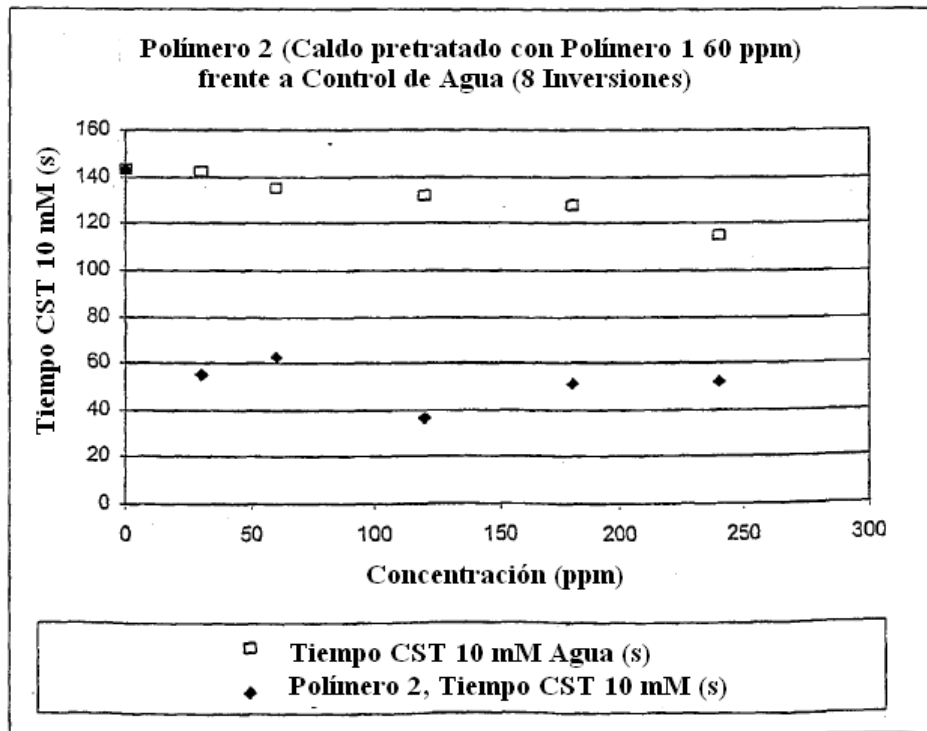


Fig. 3