

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 499 490**

51 Int. Cl.:

C08H 8/00 (2010.01)
C08B 1/00 (2006.01)
C13K 1/02 (2006.01)
C12P 7/10 (2006.01)
C12P 19/14 (2006.01)
D21B 1/36 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.04.2010 E 10766534 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.06.2014 EP 2430076**

54 Título: **Pretratamiento de biomasa lignocelulósica para eliminación de compuestos inhibidores**

30 Prioridad:

20.04.2009 US 170805 P

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

29.09.2014

73 Titular/es:

**GREENFIELD ETHANOL INC. (100.0%)
20 Toronto Street Suite 1400
Toronto, Ontario M5C 2B8, CA**

72 Inventor/es:

**DOTTORI, FRANK A.;
BENSON, ROBERT ASHLEY COOPER y
BENECH, RÉGIS-OLIVIER**

74 Agente/Representante:

GIMENO MORCILLO, José Vicente

ES 2 499 490 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).

DESCRIPCION

Pretratamiento de biomasa lignocelulósica para eliminación de compuestos inhibidores

CAMPO DE LA INVENCION

5

La presente invención se refiere en general a la producción de etanol a partir de biomasa y, en particular, a un procedimiento para el pretratamiento de biomasa lignocelulósica, como se conoce desde US 2008/0057555 A1.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

10

El consumo mundial de energía se prevé que aumente un 54% entre 2001 y 2025. Para satisfacer las necesidades futuras, un considerable esfuerzo de investigación está siendo dirigido al desarrollo de fuentes sostenibles de energía neutras en carbono.

15

Los biocombustibles representan una atractiva alternativa frente a los actuales combustibles derivados del petróleo, ya que pueden ser utilizados en el transporte con pocos cambios en las tecnologías actuales y tienen un significativo potencial para mejorar la sostenibilidad y reducir las emisiones de gases de efecto invernadero.

20

Los biocombustibles incluyen etanol combustible. El etanol combustible se produce a partir de la biomasa mediante la conversión del almidón o la celulosa en azúcares, tras la fermentación de los azúcares en etanol, y posteriormente destilando y deshidratando el etanol para crear un combustible de alto octanaje que puede sustituir en todo o en parte a la gasolina.

25

En América del Norte, la materia prima para la producción del etanol combustible es principalmente el maíz, mientras que en Brasil se utiliza la caña de azúcar. Hay desventajas en la utilización de plantas destinadas a alimentos o piensos para producir combustible. Por otra parte, la disponibilidad de tales materias alimenticias está limitada por el área total disponible de tierra agrícola adecuada. Por lo tanto, se están haciendo esfuerzos para generar etanol desde fuentes no alimentarias, como la celulosa, y desde cultivos que no requieren tierra agrícola de primera.

30

Una de dichas fuentes no alimentaria es la biomasa lignocelulósica. La biomasa lignocelulósica puede clasificarse en cuatro categorías principales: (1) residuos de madera (aserrín, corteza u otros), (2) residuos urbanos de papel, (3) residuos agrícolas (incluyendo el rastrojo de maíz, mazorcas de maíz y bagazo de caña de azúcar), y (4) cultivos energéticos (principalmente compuestos de altas hierbas leñosas de rápido crecimiento, como el mijo y el miscanthus).

35

La biomasa lignocelulósica se compone de tres polímeros primarios que conforman las paredes celulares vegetales: celulosa, hemicelulosa y lignina. Las fibras de celulosa se encuentran encerradas en una estructura rígida de hemicelulosa y lignina. La lignina y la hemicelulosa forman complejos químicamente ligados que unen a las hemicelulosas hidrosolubles en una matriz tridimensional, cementadas entre sí por la lignina. La lignina cubre las microfibrillas de celulosa y las protege de la degradación enzimática y química. Estos polímeros proporcionan fuerza y resistencia a la degradación a las paredes celulares vegetales, lo que constituye un desafío al uso de la biomasa lignocelulósica como sustrato para la producción de biocombustibles.

45

Hay dos enfoques principales para la producción de etanol combustible a partir de biomasa: termoquímico y bioquímico. Los procesos termoquímicos convierten la biomasa en un gas reactivo denominado gas de síntesis. El gas de síntesis se convierte a alta temperatura y presión en etanol a través de una serie de procesos catalizados. Los procesos bioquímicos utilizan biocatalizadores denominados enzimas para convertir el contenido de celulosa y hemicelulosa en azúcares, que luego fermentan a etanol y otros combustibles tales como el butanol.

50

La conversión bioquímica de la biomasa lignocelulósica en etanol, en general, implica cinco pasos básicos (1) Preparación previa, en la que la biomasa a tratar se limpia y es ajustada por tamaño y contenido de humedad; (2) Tratamiento previo, con la exposición de la biomasa en crudo a alta presión y temperatura durante un tiempo específico; con o sin aditivos catalizadores; (3) Hidrólisis, mediante conversión de la biomasa pretratada a azúcares simples usando preparaciones especiales de enzimas para hidrolizar los polisacáridos de la pared celular vegetal pretratada a una mezcla de azúcares simples; (4) Fermentación, mediante bacterias o levaduras, para convertir estos azúcares a un combustible tal como etanol; y (5) Destilación y deshidratación del etanol/combustible.

55

60

Procesos de pretratamiento, tales como la explosión de vapor, generalmente originan amplia distribución de la hemicelulosa y, en cierta medida, la degradación de xilosa y glucosa a subproductos no deseados. Ciertos métodos de pretratamiento también pueden emplear el aditivo de ácidos para catalizar la hidrólisis de la hemicelulosa. A menudo, cuando la biomasa tiene suficientes residuos de acetato, se utilizan aditivos como el ácido sulfúrico sobre los azúcares de la hemicelulosa para acidificar suficientemente la mezcla. También se pueden añadir álcalis durante el pretratamiento para

- eliminar la lignina. Sin embargo, ácidos y álcalis son en sí mismos inhibidores de la hidrólisis y de la fermentación. Por otra parte, la lignina y algunos derivados solubles de lignina son tóxicos para la levadura y también se han mostrado inhibidoras de la hidrólisis. Además, la hemicelulosa de algunas materias primas está altamente acetilada lo que significa que la descomposición y la licuefacción de la hemicelulosa, que se produce durante el pretratamiento, conduce a la formación de ácido acético. El ácido acético es un potente inhibidor de la hidrólisis y de la fermentación. Productos de descomposición de la hemicelulosa tales como ácido acético, ácido fórmico, metil furfural y furfural hidroxilo, etc., que se producen durante el pretratamiento de la biomasa, permanecen en la biomasa pretratada y son transportados a través de las etapas de hidrólisis y fermentación, lo que afecta negativamente a los procesos enzimáticos y el proceso de fermentación.
- 5
- 10 Un inhibidor clave de las actividades catalíticas de las enzimas celulolíticas son las formas solubles de la hemicelulosa, predominantemente los xilo-oligosacáridos solubles, cadenas poliméricas solubles de xilosa. Los productos de descomposición de la hemicelulosa que permanecen en la biomasa pretratada y son transportados a través de las etapas de hidrólisis y fermentación pueden afectar negativamente a la conversión enzimática de la celulosa en glucosa, de manera predominante los xilo-oligosacáridos que deben ser eliminados. Los productos de descomposición de la hemicelulosa reducen la eficacia de las enzimas que hidrolizan la celulosa, lo que requiere un aumento de los niveles de enzima añadida, el costo de lo cual es un factor importante en la provisión de un procedimiento comercial rentable. Además, el pretratamiento y las etapas de preparación también tienen un significativo impacto y la recuperación de una hemicelulosa utilizable (etc.) de uso corriente es igualmente importante como valor añadido.
- 15
- 20 Además, todas las formas de biomasa lignocelulósica tienen algún nivel de esteroides, ácidos grasos, éteres y otros productos extractivos, que también puede resultar inhibitorio.
- Diversas técnicas han sido exploradas y descritas para el pretratamiento de material de biomasa de tamaño reducido con el objetivo de producir un sustrato que pueda ser más rápida y eficientemente hidrolizado para producir mezclas de azúcares fermentables.
- 25
- Estos enfoques tienen en común el uso de condiciones y procesos que aumentan en gran medida el área de superficie a la que los reactivos acuosos y las enzimas tienen acceso. En particular, aumentan el porcentaje de celulosa que se abre a la hidrólisis enzimática de celulosa en glucosa. Desafortunadamente, muchos de los productos de degradación liberados en la etapa de pretratamiento son también inhibidores, como descrito anteriormente, lo que retarda los procesos de hidrólisis y fermentación posteriores. Esto resulta en un aumento de los costos de los bienes de equipo y deviene en un proceso antieconómico.
- 30
- Un enfoque para abordar el efecto inhibitorio de todas estas sustancias es el uso de condiciones más severas del pretratamiento, que puede por ejemplo ser adaptado para hidrolizar y degradar eficazmente la hemicelulosa hasta el punto de que muy poca xilosa y xilano-oligosacáridos permanecen para interferir con las enzimas de celulosa. Sin embargo este procedimiento crea otra importante desventaja al causar una significativa degradación de la celulosa, que reduce el rendimiento de la glucosa y en última instancia el rendimiento de etanol, a menudo originando una reducción de la eficiencia global del proceso de etanol comercialmente significativa.
- 35
- 40 En otro enfoque se utilizan xilanasas para hidrolizar completamente los oligómeros de xilano a xilosa y disminuir el efecto inhibitorio de estos oligómeros. Sin embargo, aunque este enfoque es algo más efectivo, produce altos niveles de xilosa que en sí mismo es inhibidora. Además, aún siguen presentes los otros compuestos inhibidores generados en la etapa de pretratamiento. Así, aunque el rendimiento global es mejor, al final este enfoque no es comercialmente viable debido al coste añadido por las xilanasas y aún el mayor costo de la celulosa.
- 45
- Un enfoque adicional mejora aún más el rendimiento global al lavar completamente la biomasa pretratada para retirar todos los compuestos inhibidores. Aunque ello resulta en un mejor rendimiento de la hidrólisis y fermentación de las aguas residuales, el lavado de la biomasa pretratada para retirar todos los compuestos inhibidores, que teóricamente conduciría a mejores rendimientos de hidrólisis y fermentación, es antieconómico al requerir mayor capital. Además, este enfoque es hostil con el medio ambiente debido a la necesidad de grandes cantidades de fluido de lavado, generalmente agua. Además, esta eliminación completa produce un gran volumen de flujo de efluente que necesita ser concentrado a un gran coste si los compuestos efluídos deben ser retirados o preparados para otros fines y el efluente recuperado para su reutilización. Al igual que en los otros métodos mencionados anteriormente, el costo para hacer funcionar el proceso de lavado con el propósito de eliminar completamente todos los inhibidores, prácticamente neutraliza o incluso supera el valor de las dosificaciones más bajas de enzima, los tiempos reducidos de procesamiento, o el mayor rendimiento de etanol potencialmente alcanzable.
- 50
- 55
- 60 En los procesos conocidos de pretratamiento en los que los compuestos inhibidores no se retiran antes de la hidrólisis de la biomasa prehidrolizada, esta debe ser diluida con el fin de reducir las concentraciones de los compuestos tóxicos e inhibitorios a un nivel aceptable con respecto a las enzimas celulolíticas y organismos fermentadores. Como resultado, se

requieren grandes cantidades de agua antes de la etapa de hidrólisis enzimática. Esto se traduce, no sólo en el incremento en el costo de los bienes de equipo (tanques), sino también en el aumento de los costos operativos (combustible) asociado con un bajo rendimiento de etanol. Se hace así necesario un mayor aporte energético de vapor para concentrar el etanol diluido a la concentración de producto terminado.

5

Por lo tanto, en comparación con los procesos de la técnica anterior, es deseable un enfoque más económico y eficaz para tratar con los compuestos inhibidores producidos durante el pretratamiento.

SUMARIO DE LA INVENCION

10

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que supere al menos una de las desventajas anteriores, reduciendo el impacto en la inhibición de la tasa de hidrólisis y fermentación de la biomasa pretratada por los productos de la degradación y de la hidrólisis y por otros compuestos inhibidores producidos durante el tratamiento previo de la biomasa lignocelulósica.

15

Un objeto adicional de la invención es proporcionar un proceso de pretratamiento de la biomasa lignocelulósica, en el que la hemicelulosa, los productos de la degradación e hidrólisis de la hemicelulosa, los productos de degradación de la celulosa y otros compuestos inhibidores generalmente presentes en la biomasa tales como ácidos grasos, esteroides, ésteres, éteres, etc., se eliminan, de manera económica y comercialmente viable antes de la etapa de hidrólisis enzimática para maximizar económicamente los rendimientos de la hidrólisis y de la fermentación.

20

Como se deduce de la exposición anterior, los enfoques conocidos para mejorar con éxito el rendimiento global de etanol reduciendo la cantidad de compuestos inhibidores en la biomasa pretratada generalmente están vinculados a un aumento de los costos operativos del método respectivo. Como resultado, el incremento de los rendimientos solo puede ser obtenido aumentando de forma significativa los costes, que en general son globalmente mayores que el valor del incremento del rendimiento de etanol, o disminuyendo los tiempos de hidrólisis o fermentación y reduciendo los costes de enzimas, lo que hace económicamente inaceptables los métodos existentes.

25

Los inventores de la presente solicitud han descubierto sorprendentemente ahora que la eliminación completa de los compuestos inhibidores no es ni necesaria ni deseable para la consecución de un proceso de pretratamiento económicamente más viable. Los inventores han descubierto un estrecho rango de extracción y condiciones de eliminación de los compuestos inhibidores en el que hemicelulosas, hemicelulosa hidrolizada, productos de degradación y otros inhibidores aún están presentes, pero reducidos a un nivel donde tienen un efecto inhibitorio mucho más reducido sobre las enzimas. La extracción se consigue con el uso de menor volumen de diluyente y grado de dilución y en el coste del equipo que precisa de un adicional coste de extracción y eliminación del compuesto suficientemente inferior para hacer que el proceso sea mucho más rentable, práctico y comercialmente viable. En efecto, el coste adicional de extracción es por lo tanto significativamente menor que el valor de cualquier incremento de rendimiento de etanol, de la reducción de costes de la enzima o del reducido tiempo de procesamiento logrados.

30

35

40

La retirada de los compuestos inhibidores puede llevarse a cabo a través de muchos métodos diferentes, generalmente una combinación de prensado mecánico y drenaje, extracción acuosa, extracción con disolvente, filtración, centrifugación, ventilación, purga, drenaje, o similares, con o sin adición de efluentes. Estas etapas de extracción pueden ocurrir durante y / o después del proceso de pretratamiento. La eliminación de compuestos inhibidores mejora la economía del proceso al reducir carga de enzimas y mejorando la eficiencia y el rendimiento de las enzimas de fermentación. El término lavado que se utiliza en esta memoria define la eliminación de compuestos inhibidores utilizando agua como efluente.

45

En otro aspecto, los inventores han descubierto que el contenido de oligosacáridos de xilosa de la biomasa pretratada es el factor más determinante de la inhibición de la hidrólisis y que el funcionamiento más eficiente del proceso para la eliminación de cualquiera de los compuestos inhibidores se puede lograr simplemente controlando el contenido de xilosa en la biomasa tratada. El término xilosa en esta memoria incluye xilosa y xilosa-oligosacáridos. El término lavado usado en esta memoria describe la retirada de los compuestos inhibidores utilizando agua u otros efluentes para eliminar los compuestos inhibidores.

50

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

55

Otros objetivos y ventajas de la invención resultarán evidentes tras la lectura detallada de la descripción y con referencia a los dibujos, en los que:

60

La figura 1A muestra el impacto de la eliminación de xilosa mediante lavado con agua en mazorcas de maíz pretratadas en el tiempo de hidrólisis, es decir, el tiempo para alcanzar el 90% de la conversión máxima teórica de la celulosa a glucosa (t90%, hora). Se obtuvieron resultados similares por lotes y pretratamiento continuo. El contenido de xilosa y xilo-

oligosacáridos se expresa como porcentaje de materia seca (DM) de xilosa. Experimentos de hidrólisis se llevaron a cabo al 10% de consistencia, carga de 1% de enzimas, 50°C, y pH 5,0. El efecto de la eliminación del inhibidor en el tiempo de hidrólisis es aún más pronunciado al 17% de consistencia, como se observa en la figura 7.

5 La figura 1B muestra el tiempo de hidrólisis (t_{90%}) de mazorcas de maíz pretratadas lavadas y sin lavar. Los experimentos de hidrólisis se llevaron a cabo al 10% de consistencia, carga de 1% de enzimas, 50°C, y pH 5,0.
La figura 2A muestra el contenido en xilo-oligosacáridos de fibras de mazorcas de maíz pretratadas lavadas y sin lavar sobre una base de materia seca.

10 La figura 2B muestra la concentración de ácido acético en una suspensión de mazorcas de maíz al 17% de consistencia producida utilizando mazorcas de maíz pretratadas lavadas y sin lavar.

15 La figura 3 muestra el tiempo de fermentación de mazorcas hidrolizadas al 17% sin lavar (línea discontinua) o lavadas (línea normal) antes de la hidrólisis enzimática. Los experimentos de fermentación se realizaron al 17% de consistencia, 35°C, pH 5,3 utilizando una levadura industrial de grado C6-fermentación, después hidrolizada con una carga de 0,5% de enzimas, a 50°C, un pH 5,0, y al 17% de consistencia de hidrólisis.

20 La figura 4A muestra un diagrama de proceso a escala piloto de la unidad de pretratamiento utilizada (p. ej., una tonelada métrica por día).

La figura 4B muestra el proceso como en la figura 4A, aunque muestra una configuración industrial más práctica en la que el lavado se produce bajo presión antes de liberar la presión.

25 La figura 5 muestra los resultados de la hidrólisis y fermentación de mazorcas de maíz previamente lavadas a escala piloto (2,5 toneladas métricas, 17% de consistencia). La hidrólisis se lleva a cabo a 50°C, y pH 5,0, utilizando una carga de 0,5% de enzimas. La fermentación se lleva a cabo a 33°C, a un pH de 5,3 utilizando una levadura industrial de grado C6-fermentación. El ajuste del pH de la hidrólisis y fermentación fue llevado a cabo usando amoníaco líquido (30%). Los círculos grises indican la concentración de glucosa. Los cuadrados negros indican la concentración de etanol.

30 La figura 6 ilustra el impacto de la proporción de lavado (lavado de una sola etapa) en mazorcas de maíz prehidrolizadas conteniendo xilo-oligómeros y resultando valores de t_{90%} al 10% de consistencia de hidrólisis. El contenido de azúcares basado en la xilosa trazado en el eje X representa xilano y monómeros y oligómeros (xilo-oligosacáridos) de la hidrólisis del xilano.

35 La figura 7 ilustra el impacto de la eliminación de compuestos inhibidores de mazorcas de maíz prehidrolizadas conteniendo azúcares a base de xilosa (xilosa y xilo-oligómeros) (columnas de color gris claro) y la carga enzimática resultante (columnas de color gris oscuro) necesaria para alcanzar el 90% de la conversión máxima teórica de celulosa a glucosa por 100 horas de hidrólisis del hidrolizado de mazorcas de maíz al 17% de consistencia.

40 La figura 8 muestra la relación entre la cantidad de agua de lavado necesaria para la obtención de un específico contenido de materia seca de xilosa en la biomasa pretratada cuando se utiliza un proceso comercial de lavado a contracorriente en 2 etapas.

DESCRIPCION DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

45 Antes de explicar en detalle la presente invención, debe entenderse que la invención no está limitada a las realizaciones preferidas contenidas en el presente documento. La invención permite otras realizaciones y ser practicada o llevada a cabo de varias maneras.

50 Debe entenderse que la fraseología y terminología empleada en el presente documento son usadas con propósito descriptivo y en ningún caso limitan la invención.

Las abreviaturas utilizadas en las figuras tienen el significado siguiente:

55 °C, temperatura en grados Celsius

ms, milisegundo

DM, materia seca

t_{90%}, tiempo (horas) para alcanzar el 90% de la conversión máxima teórica de celulosa a glucosa.

60 La invención se refiere a procesos de pretratamiento de lignocelulosa que condicionan la biomasa para la conversión bioquímica en biocombustibles. Estos procesos producen inhibidores en los procesos bioquímicos posteriores. La invención reduce estos inhibidores eliminándolos de la biomasa, mejorando así el proceso. Estos inhibidores consisten en

hemicelulosa, productos de la hidrólisis y de la degradación de la hemicelulosa, compuestos inhibidores de la degradación de la celulosa y otros compuestos generalmente presentes en la biomasa tales como ácidos grasos, esteroides, ésteres, éteres, etc. Estos compuestos afectan negativamente a la hidrólisis enzimática y a los subsiguientes procesos de fermentación posteriores que resultan críticos para la economía del proceso.

5

En un ilustrativo procedimiento de pretratamiento para mazorcas de maíz, por ejemplo, se demostró que la eliminación del 80% al 90% de la hemicelulosa y la hemi hidrólisis y degradación posterior es efectiva y todavía comercialmente viable. Como se ve en la figura 1, existe una clara correlación entre el contenido de xilosa (xilosa y xilo-oligosacáridos) y la conversión de celulosa a glucosa. La figura también ilustra como el rendimiento gradual de añadido obtenido al reducir el contenido de xilosa disminuye progresivamente por debajo de aproximadamente el 8% de xilosa (p/p de materia seca) y empobrece el contenido de materia seca de xilosa por debajo de 4%. Además, la figura 6 muestra como se incrementa exponencialmente la cantidad de diluyente necesaria para la eliminación de xilosa con cada porcentaje adicional de materia seca extraída por debajo de un contenido de xilosa del 10% de materia seca de xilosa.

10

15

En general, la eliminación de componentes inhibidores se aplica a toda la materia prima de biomasa lignocelulósica, tal como bagazo, hierba y madera y puede ser descrita como proporción de celulosa en hemicelulosa (como productos de la hidrólisis y de la degradación) permanente en las etapas de pretratamiento y de extracción. Teóricamente, se esperaría observar un aumento en la actividad enzimática con el incremento de esta proporción, con la proporción más alta posible teóricamente alcanzable con un contenido de hemicelulosa de 0%. Sin embargo, los inventores de la presente invención, sorprendentemente, han descubierto ahora que la proporción de permanencia de los productos de la hidrólisis de la hemicelulosa en la celulosa es de escasa relevancia para la actividad enzimática. Los inventores descubrieron además que es la cantidad real de materia seca (DM) de los productos de la hidrólisis de la hemicelulosa, en particular los oligosacáridos de la xilosa en el prehidrolizado de la celulosa restante, lo que determina la actividad de las enzimas.

20

25

Los inventores han encontrado que es preferible un contenido DM de xilosa (xilosa y xilo-oligosacáridos) del 3% al 10%. Mucho más alto que el contenido del 0% teóricamente esperado. El nivel más eficaz está entre el 4% y el 9% y, puesto que el beneficio por debajo de 6%, en términos del potencial aumento del rendimiento de etanol, los costes reducidos de las enzimas o el tiempo de procesamiento son contrarrestados por el aumento exponencial del coste añadido de extracción, por ejemplo en función del efluente utilizado y el coste para la eliminación o recuperación posterior del efluente, se prefiere un contenido de materia seca de xilosa de 6%.

30

Los compuestos inhibidores se eliminan a través de muchos métodos diferentes, por ejemplo, por compresión mecánica y drenaje, extracción acuosa y/o extracción con disolvente, filtración, centrifugación, prensado, ventilación, drenaje o purga y similares con o sin la adición de efluentes. Estas etapas de extracción pueden ocurrir durante y/o después del proceso de pretratamiento.

35

Los inhibidores eliminados son recogidos y concentrados para aplicaciones de valor añadido. El costo de la recogida y utilidades eficientes y el valor añadido de estos inhibidores aún resulta más beneficioso para la viabilidad económica.

40

En una realización, los inhibidores volátiles se eliminan por ventilación durante el pretratamiento a través de respiraderos estratégicamente situados en ciclones instalados en el dispositivo de pretratamiento a presión y en todas las etapas.

En otra realización, los inhibidores licuados se eliminan durante el pretratamiento a presión drenando o purgando. Esto se puede lograr por ejemplo, con un simple drenaje en la parte inferior de uno de los vasos donde se recoge el líquido condensado, o con un complejo aparato mecánico denominado escurridor de husillo. Los inhibidores, contenidos en el líquido, son drenados de la biomasa sin ayuda de compresión mecánica directa o forzada; drenan por sí mismos a través de la gravedad.

45

En otra realización, los inhibidores se eliminan durante el pretratamiento a presión mediante drenaje o purga con la adición de una única o secuencial adición de algún tipo de efluente, generalmente agua. El efluente se mezcla con la biomasa y arrastra a los inhibidores a través de la gravedad y es retirado para recuperar efluente formado por efluente y sólidos solubles. Esto se logra en un aparato de pretratamiento continuo con un escurridor de tornillo. En un escurridor de tornillo un tornillo mecánico transporta la biomasa hacia arriba en un ángulo pronunciado. Se añade agua en la parte superior y se deja filtrar a través del material para salir a través de la rejilla, acumulándose en la parte inferior para su recogida. La adición del efluente permite mayor reducción en la cantidad de inhibidores extraída. El nivel de inhibidores puede reducirse aún más repitiendo el proceso en serie hasta que se alcancen los niveles deseados.

50

55

En aún otra realización, el uso de un efluente en la etapa de eliminación puede ser ejecutado en un método de lavado a contracorriente.

60

- 5 Se entenderá por los expertos en la técnica que el uso de efluente mejorará la capacidad de todos los métodos de eliminación de líquidos para reducir inhibidores. Los expertos en la materia también entendemos que es importante contar con un extracto de inhibidores que esté tan concentrado como sea posible para hacer económicamente eficaz el procesamiento posterior. De este modo la minimización del nivel de efluente es importante. Si el efluente es agua (la extracción) podría ser descrita como extracción acuosa. Si el efluente es alcohol podría ser descrita como extracción con disolvente orgánico.
- 10 A los efectos de una mayor claridad, el líquido extraído con o sin efluente adicional de la biomasa durante y / o justo después del pretratamiento puede ser descrito en términos tales como "agua de lavado" "extracto de inhibidor" "extracto rico en xilo-oligosacáridos", "extracto rico en hemicelulosa", "corriente C5" y similares. Aunque el término "lavado" se utiliza a menudo para describir una etapa asistida de eliminación de un efluente acuoso, otros métodos de eliminación y otros efluentes son englobados por este término como aquí se describe.
- 15 En otra realización, los inhibidores son eliminados durante el pretratamiento presurizado utilizando compresión mecánica o presionando la biomasa contra una rejilla o algún otro tipo de drenaje que permita que la biomasa sea presurizada y el líquido rico en inhibidores sea liberado. Esto se lleva a cabo generalmente con potentes máquinas de ingeniería de precisión tales como dispositivos modulares de tornillo. Estos dispositivos están sellados y pueden funcionar en las condiciones de calor y presión del pretratamiento. Estas etapas de compresión mecánica se pueden repetir en serie para aumentar la extracción. Estas etapas de compresión mecánica se pueden utilizar con el añadido de un efluente para
- 20 aumentar aún más el nivel de eliminación.
- 25 En una realización adicional, los inhibidores se eliminan después de un pretratamiento presurizado usando compresión mecánica o presionando contra una rejilla o algún otro tipo de drenaje que permita que la biomasa sea presurizada y el líquido rico en inhibidores sea liberado a través de la rejilla y eliminado. Esto se realiza generalmente con máquinas, tales como prensas de tornillo y prensas de banda, etc. Estas etapas de compresión mecánica se pueden repetir en serie para aumentar la eliminación global. Estas etapas de compresión mecánica se pueden utilizar con el añadido de un efluente para aumentar aún más el nivel de eliminación.
- 30 En otra realización adicional, los inhibidores se eliminan después de un pretratamiento presurizado con, por ejemplo, el uso de lotes operados por prensas de filtro que bombean la biomasa tratada contra un filtro, creando una torta pobre en inhibidores. A continuación se detiene el bombeo y la torta se recoge. Esta etapa de filtración se puede repetir en serie para aumentar la eliminación. Estos filtros pueden ser utilizados con efluente añadido para aumentar aún más el nivel de eliminación.
- 35 Aún en otra realización, sería habitual observar el drenaje de impurezas, seguido por compresión y, a continuación, drenando con o sin efluente y aún bajo presión durante el pretratamiento, a su vez combinado con una etapa de extracción post-pretratamiento mediante drenaje y / o filtrado en un filtro prensa dependiendo del proceso de pretratamiento y de biomasa.
- 40 En una realización particular e ilustrativo ejemplo, las mazorcas de maíz son limpiadas, acondicionadas y ajustadas al 40-60% de humedad. A continuación, se tratan previamente con vapor de agua mediante un generador de vapor de agua a temperaturas de 152°C a 226°C (Índice de gravedad de 3,8 a 4,2) durante períodos de tiempo de 3 a 180 minutos, tiempo durante el cual las sustancias volátiles son ventiladas y el líquido es drenado. El condensado se recoge en la parte inferior del recipiente de reacción y se retira a través de una válvula de drenaje. Los sólidos expelidos del recipiente de reacción al
- 45 liberar la presión, también conocidos como prehidrolizado, se separan de los productos gaseosos de reacción en un separador de ciclón, y se recogen en la parte inferior del separador.
- 50 El agua se añade como efluente a la biomasa que es entonces alimentada a una prensa que elimina la mayor parte del líquido reduciendo el contenido de hemicelulosa como xilosa a aproximadamente 6% DM, momento en el que la celulosa se muestra adecuadamente limpia de inhibidor y se transporta a la etapa enzimática de hidrólisis. El líquido separado del efluente y de la biomasa pretratada puede ser descrito como corriente líquida de lavado.
- 55 A continuación se hacen reaccionar los sólidos restantes de mazorca con 0,6% de enzimas, hidrolizando más del 90% de la celulosa a glucosa en menos de 100 horas.
- El análisis de la composición se llevó a cabo en el laboratorio de análisis de Paprican (Montreal, Canadá), usando los métodos de la TAPPI T249 cm-85 y Lácteos (análisis por vía húmeda).
- 60 La cuantificación de los productos solubles del pretratamiento, post lavado e hidrólisis enzimática se llevó a cabo mediante análisis por HPLC. Las moléculas diana comprendían monómeros de azúcar tales como glucosa, xilosa, xilo-oligosacáridos (como xilosa), así como compuestos tóxicos, tales como diferentes ácidos carboxílicos, tales como ácido acético, ácido

fórmico, ácido succínico y productos de ácido láctico y de degradación de los hidratos de carbono tales como hidroxilo metil-furfural (HMF) y furfural.

5 La corriente líquida de lavado contenía xilo-oligosacáridos, xilosa, ácido acético, ácido fórmico, furfural, arabinosa, glucosa, manosa, galactosa y otros compuestos inhibidores y compuestos tóxicos que afectan a los procesos de hidrólisis y fermentación.

10 El método analítico utilizado para medir xilano, xilo-oligosacáridos y xilosa hidroliza primero la muestra plenamente en xilosa. Esto no provee la proporción de xilosa a xilo-oligosacáridos. Se utilizó un método modificado para determinar el grado en que el xilano fue convertido a monómeros frente a oligómeros de xilosa. Tras el pretratamiento se encontró que el 40-80% de la xilosa estaba presente como xilo-oligosacáridos.

15 La figura 1 muestra que la disminución del contenido de xilo-oligosacáridos (medidos como xilosa) por lavado disminuyó la cantidad de tiempo necesaria para lograr la conversión de celulosa a glucosa, con la conversión más rápida alcanzada en la completa eliminación de xilosa. Sin embargo, los inventores sorprendentemente encontraron que una eliminación completa de la xilosa no es ni necesaria ni deseable para alcanzar la mayor viabilidad económica del proceso de pretratamiento.

20 Gracias a su diligente investigación, los inventores han descubierto un estrecho rango de condiciones para extraer y eliminar los compuestos inhibidores en el que las hemicelulosas, la hemicelulosa hidrolizada, productos de degradación y otros inhibidores están todavía presentes, pero reducidos a un nivel donde tienen un efecto inhibitorio mucho más reducido sobre las enzimas. Los inventores han descubierto, que el proceso de extracción preferible y comercialmente más viable se logró con el uso de un volumen inferior al teóricamente requerido de diluyente y con la finalización de la extracción a un nivel más alto que el teóricamente óptimo de contenido de xilosa. Como resultado, la extracción se llevó a cabo a un nivel de dilución y con un coste de equipamiento que resultó en un coste de extracción y eliminación de los compuestos suficientemente inferior al coste del proceso de extracción de xilosa teóricamente óptimo, haciendo de este modo mucho más rentable, práctico y comercialmente viable el proceso de la invención. Como resultado de operar el proceso de extracción a menos de los niveles de extracción teóricamente óptimos, el coste adicional para llevar a cabo la etapa de extracción de xilosa de acuerdo con la invención por encima de pretratamiento normal de biomasa se convierte en significativamente menor que el valor de cualquier aumento de rendimiento de etanol, menor dosificaciones de enzimas, o se alcanzan tiempos de proceso reducidos. Esto es sorprendente y contrario a la situación de los costes asociados con la extracción a niveles teóricamente óptimos para la completa eliminación de toda la xilosa, en la que el costo adicional para llevar a cabo la etapa de extracción de xilosa excedería el valor de cualquier incremento de rendimiento de etanol, dosificaciones de enzima más bajas, o reducción de los tiempos de procesamiento, como discutido anteriormente.

40 El lavado de la biomasa pretratada se destina a eliminar impurezas. Estas impurezas tienen un severo impacto en el tiempo de hidrólisis y en el grado de conversión de celulosa a glucosa (Figura 1B). Las figuras 2A y 2B muestran las impurezas antes y después del lavado por vapor pretratado prehidrolizado.

45 Las impurezas también aumentan el tiempo de fermentación y reducen el rendimiento (Figura 3). Hemos encontrado que la concentración de xilosa (xilosa y xilo-oligosacáridos) debe ser de aproximadamente 6% p/p en general en las mazorcas húmedas lavadas para minimizar el tiempo de hidrólisis. El ácido acético y otros inhibidores de fermentación también deben ser eliminados con el fin de minimizar el tiempo de fermentación.

50 Debe mantenerse un equilibrio entre la eliminación de impurezas y la necesidad de minimizar la cantidad de agua de lavado añadida. El agua del lavado debe ser concentrada para su reutilización eventual. Esto requiere de equipamiento y energía, que deben ser minimizados. Hay dos mecanismos básicos para la eliminación de impurezas, por lavado de desplazamiento y por difusión. En el lavado por desplazamiento, las impurezas son desplazadas por el líquido de lavado. En el lavado por difusión, las impurezas se difunden desde las fibras en el líquido de lavado. En la mayoría de las aplicaciones prácticas de lavado ambos mecanismos juegan un papel clave.

55 Rydholm et al. (1965) se refieren a dos parámetros clave en el proceso de lavado. En el caso en el que las impurezas tienen valor, tal como en la fabricación de pasta Kraft, la recuperación de sólidos se mide como un porcentaje de las impurezas totales. Si la recuperación es del 100%, todos los sólidos se han recuperado (o todas las impurezas han sido eliminadas). El segundo parámetro es el factor de dilución. Éste se expresa generalmente como toneladas de agua por tonelada de materia seca. Éste debe mantenerse tan bajo como sea posible.

60 Una forma simple de lavado se utiliza a lo largo de nuestros ejemplos. La biomasa a aproximadamente 35% de DM después del pretratamiento se diluyó con agua para procurar una proporción de aproximadamente 16: 1 (agua: dm). A continuación, la biomasa diluida se prensó en una prensa hidráulica para hacerla consistente hasta aproximadamente 40%

(etapa de eliminación). Los sólidos se trituraron a continuación, y se diluyeron a la consistencia deseada para la hidrólisis y la fermentación. El factor de recuperación fue mayor del 99%.

5 Cabe señalar que también podría ser empleado un sistema comercial de lavado más complejo, como ha sido descrito previamente. El sistema de lavado podría incluir múltiples lavadoras, prensas, filtros u otros equipos dispuestos a contracorriente y flujos reciclables para minimizar el factor de dilución, en tanto se logre la recuperación deseada de impurezas solubles. Un sistema de lavado a contracorriente de 2 etapas, ver figura 8, daría una relación comercial práctica de aproximadamente 3: 1 (agua: biomasa) con un resultado del 6% de xilosa en los sólidos de biomasa.

10 Ejemplo

15 El pretratamiento con vapor de explosión de los lotes de mazorcas de maíz se realizó con un generador de vapor (figuras 4A y 4B). El generador de vapor (50), fue alimentado con vapor saturado desde un recipiente de almacenamiento de vapor (40). Fueron prevaporizadas mazorcas de maíz molidas de 0,5 a 1 cm <3> de tamaño de partícula a través de una tolva en forma de V y de un tornillo sinfín (de Genemco, no mostrado). La cantidad de carga de cada lote se controló por una tolva de pesaje. Lotes de cargas de 6 kg de mazorcas de maíz fueron sometidos al tiro de explosión de vapor. Las tasas de peso de mazorca y de producción se expresan en base a materia seca. Tras llenar desde arriba los lotes de carga en el generador de vapor (50), una puerta de llenado (no mostrada) fue cerrada para sellar el generador de vapor. Se llevó el vapor saturado a presión hasta alcanzar la requerida presión de cocción. Se utilizaron presiones de cocción de 167 a 322 psi (12,6 a 23,2 bares). Tras un tiempo de residencia de 3 a 10 minutos, a temperaturas de 190°C a 220°C, la presión en el generador de vapor se liberó rápidamente mediante la apertura de una válvula de purga de flash (no mostrada) situada en la parte inferior del generador de vapor. El alivio completo de la presión se logró a 1.000 ms. Durante el tiempo de residencia y antes de la liberación de la presión, los condensados y líquidos de cocción recogidos en la parte inferior del generador de vapor fueron purgados a través de una válvula de purga de control de descarga (55) y alimentados a un sistema de recogida del condensado (no mostrado) a través de un conducto de purga. Los productos de reacción volátiles generados durante el tratamiento con vapor fueron eliminados a través de la válvula de purga y dirigidos a una unidad de control ambiental (no mostrada) a través de una línea de purga. Los sólidos recogidos en la parte inferior del separador de ciclón (60) fueron sometidos a un proceso adicional en el laboratorio. Los componentes gaseosos fueron recogidos, condensados (70) y alimentados al sistema de recogida de condensado. Las emisiones gaseosas del generador de vapor, del separador de ciclón y otras partes de la disposición se recogieron y fueron tratadas en una unidad de control medioambiental (no mostrada). Los gases limpios se lanzaron a la atmósfera desde la unidad.

25 La materia seca de mazorca prehidrolizada fue diluida al 16:1 con agua limpia (90). La suspensión fue comprimida al 40% de sólidos en un cilindro hidráulico (80). Los sólidos (120) se trituraron en una trituradora de jardín (no mostrada) y posteriormente diluidos con agua limpia a la consistencia deseada para la hidrólisis y fermentación. El contenido DM resultante de xilosa alcanzado fue del 6% y el factor de dilución fue de 6. El agua de lavado, conteniendo productos hidrolizados de hemicelulosa soluble, compuestos tóxicos y compuestos inhibidores (100), fue recogida y concentrada a la sequedad deseada para otras aplicaciones.

35 El análisis de la composición del agua de lavado mostró que más del 80% de los xilo-oligosacáridos presentes en la fracción húmeda de fibras pretratadas de mazorca se eliminaron por lavado con agua (Figura 2). Los resultados del ensayo a escala piloto de las 2,5 toneladas llevado a cabo muestran que se alcanzó una concentración de 100 g/L de glucosa en t90% en 100 horas. Una concentración de alcohol al 5% se alcanzó en 20 horas.

40 El mismo proceso de lavado de materia seca prehidrolizada se efectuó en varias proporciones de dilución diferentes para determinar el impacto de la posterior actividad enzimática sobre la celulosa ilustrado por el tiempo (horas) al 90% de hidrólisis como muestran los resultados que se observan en las Figuras 1 y 6.

Cláusulas no limitativas

50 1. Un procedimiento para pretratamiento de biomasa lignocelulósica, que comprende las etapas de calentar la biomasa lignocelulósica con vapor de agua a una temperatura preseleccionada, a una presión preseleccionada y durante un tiempo preseleccionado para hidrolizar y solubilizar las hemicelulosas en la biomasa lignocelulósica, descomponiendo de forma explosiva la biomasa lignocelulósica mediante la liberación rápida de la presión para descomponer en fibras la biomasa lignocelulósica y extrayendo de la mezcla resultante de reacción una porción licuada de la biomasa lignocelulósica antes o después de la descomposición explosiva, para la eliminación de compuestos de la biomasa lignocelulósica que son inhibitorios para la hidrólisis enzimática de la celulosa y de la fermentación de azúcar a etanol, proceso en el que la etapa de extracción se interrumpe una vez alcanzado en la mezcla de reacción un contenido de materia seca (dm) del 4% al 8% (m/m dm) de xilosa, como monómero u oligómero.

60 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el contenido dm de xilosa es del 6% aproximadamente.

3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa de extracción líquida se realiza separando los sólidos fibrosos del líquido de la biomasa lignocelulósica pretratada.
- 5 4. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que se utiliza un efluente para aumentar el nivel de extracción de inhibidor.
5. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción del efluente se realiza bajo una presión de hasta 24 bares (350 psi).
- 10 6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que la etapa de extracción líquida se realiza con un dispositivo sellado de compresión mecánica.
- 15 7. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción líquida se realiza bajo una presión de hasta 24 bares (350 psi) con un dispositivo de compresión mecánica sellado usando un efluente para mejorar la eliminación de inhibidor.
- 20 8. El procedimiento de la reivindicación 4, en el que la etapa de extracción del efluente se realiza después del pretratamiento con una prensa de tornillo, un filtro, un filtro prensa, una prensa de cinta, una centrifugadora o una escurridora.
9. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción líquida se realiza después del pretratamiento con una prensa de tornillo, un filtro, un filtro prensa, una prensa de cinta, una centrifugadora o una escurridora con la adición de un efluente.
- 25 10. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción líquida se realiza durante el pretratamiento bajo presión y después del pretratamiento tras reducir la presión.
- 30 11. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción líquida se realiza durante el pretratamiento bajo presión y después del pretratamiento con un efluente.
- 35 12. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la etapa de eliminación se realiza para la eliminación de la hemicelulosa hidrolizada soluble en agua y para la hidrólisis de la hemicelulosa y para los componentes de la degradación y para los mismos productos de degradación en suspensión o solubles en agua.
- 40 13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la hemicelulosa hidrolizada soluble en agua y la hemicelulosa de hidrólisis y los productos de la degradación incluyen xilo-oligosacáridos, xilosa, manosa-, galactosa-, ramnosa- y arabinosa-monómeros y oligómeros a base de azúcares, ácido acético y ácido fórmico.
- 45 14. El procedimiento de la reivindicación 13, en el que otros compuestos inhibidores para los posteriores procedimientos de hidrólisis y fermentación de la celulosa son retirados en las etapas de eliminación.
15. El procedimiento de la reivindicación 14, en el que los otros compuestos son ácidos grasos, esteroides, ésteres, o éteres.
16. El procedimiento de la reivindicación 14, en el que los oligómeros solubles de xilosa creados en la hidrólisis de hemicelulosa durante el pretratamiento son 30% a 90% del xilano hidrolizado en la biomasa pretratada.
17. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la biomasa lignocelulósica se trata previamente por auto-hidrólisis o catálisis ácida diluida.
- 50 18. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la eliminación se realiza mediante lavado a contracorriente usando agua como efluente.
- 55 19. El procedimiento de la reivindicación 5 y 7 y 18, en el que los orígenes del efluente son corrientes reciclables o agua efluente reciclada.
- 60 20. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que una concentración combinada de xilosa y xilo-oligosacáridos en la biomasa pretratada tras la etapa de eliminación / extracción está entre 4% y 6% para minimizar la cantidad de enzimas celulolíticas necesaria para hidrolizar la celulosa reactiva obtenida.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento para pretratamiento de biomasa lignocelulósica, que comprende las etapas de calentar la biomasa lignocelulósica con vapor de agua a una temperatura preseleccionada, a una presión preseleccionada y durante un tiempo preseleccionado para hidrolizar y solubilizar las hemicelulosas de la biomasa lignocelulósica, descomponiendo de forma explosiva la biomasa lignocelulósica mediante la liberación rápida de la presión para descomponer la biomasa lignocelulósica en fibras y extrayendo de la mezcla de reacción resultante una porción licuada de la biomasa lignocelulósica antes o después de la descomposición explosiva, para la eliminación de compuestos de la biomasa lignocelulósica que son inhibitorios para la hidrólisis enzimática de la celulosa y de la fermentación de azúcar a etanol, caracterizado en que la etapa de extracción se interrumpe una vez alcanzado en la mezcla de reacción un contenido de materia seca (dm) del 4% al 8% (p/p dm) de xilosa, como monómero u oligómero.
- 15 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el contenido de materia seca DM de xilosa es de aproximadamente 6%.
3. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la etapa de extracción líquida se realiza separando los sólidos fibrosos del líquido de la biomasa lignocelulósica pretratada.
- 20 4. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que un efluente se utiliza para aumentar el nivel de extracción de inhibidor, en el que la etapa de extracción efluente opcionalmente se realiza tras el previo tratamiento con una prensa de tornillo, un filtro, un filtro-prensa, una prensa de cinta, una centrifugadora o una escurridora.
- 25 5. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción efluente se realiza bajo una presión de hasta 24 bares (350 psi), en el que opcionalmente la etapa de extracción líquida se realiza con un dispositivo sellado de compresión mecánica.
- 30 6. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que la etapa de extracción líquida se realiza bajo una presión de hasta 24 bares (350 psi), con un dispositivo de compresión mecánica sellado usando un efluente para mejorar la eliminación de inhibidor.
- 35 7. El procedimiento de la reivindicación 3, en el que:
 - (1) la etapa de extracción líquida se realiza tras pretratamiento con una prensa de tornillo, un filtro, un filtro-prensa, una prensa de cinta, una centrifugadora o una escurridora añadiendo un efluente;
 - (2) la etapa de extracción líquida se realiza durante el pretratamiento bajo presión y después del pretratamiento tras reducir la presión; o
 - (3) la etapa de extracción líquida se realiza durante el pretratamiento bajo presión y después del pretratamiento con un efluente.
- 40 8. El procedimiento de las reivindicaciones 1 ó 2, en el que la etapa de eliminación se realiza para la eliminación de la hemicelulosa hidrolizada soluble en agua y para la hidrólisis de la hemicelulosa y para los componentes de la degradación y para los mismos productos de degradación en suspensión o solubles en agua.
- 45 9. El procedimiento de la reivindicación 8, en el que la hemicelulosa hidrolizada soluble en agua y la hidrólisis de hemicelulosa y los productos de la degradación incluyen xilo-oligosacáridos, xilosa, manosa-, galactosa-, ramnosa- y arabinosa- monómeros y oligómeros a base de azúcares, ácido acético y ácido fórmico.
- 50 10. El procedimiento de la reivindicación 9, en el que los otros componentes inhibitorios para los posteriores procedimientos de hidrólisis y fermentación de la celulosa son extraídos en las etapas de extracción, en el que opcionalmente los otros componentes son ácidos grasos, esteroides, ésteres, o éteres.
- 55 11. El procedimiento de la reivindicación 10, en el que los oligómeros solubles de xilosa creados en la hidrólisis de hemicelulosa durante el pretratamiento son 30% a 90% del xilano hidrolizado en la biomasa pretratada.
12. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la biomasa lignocelulósica es pretratada por auto-hidrólisis o catálisis ácida diluida.
13. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la eliminación se realiza mediante lavado a contracorriente usando agua como efluente.
- 60 14. El procedimiento de la reivindicación 5 y 6 y 13, en el que los orígenes del efluente son corrientes reciclables o agua efluente reciclada.

15. El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que una concentración combinada de xilosa y xilo-oligosacáridos en la biomasa pretratada tras las etapas de extracción/eliminación está entre 4% y 6% para minimizar la cantidad de enzimas celulolíticas necesaria para hidrolizar la celulosa reactiva obtenida.

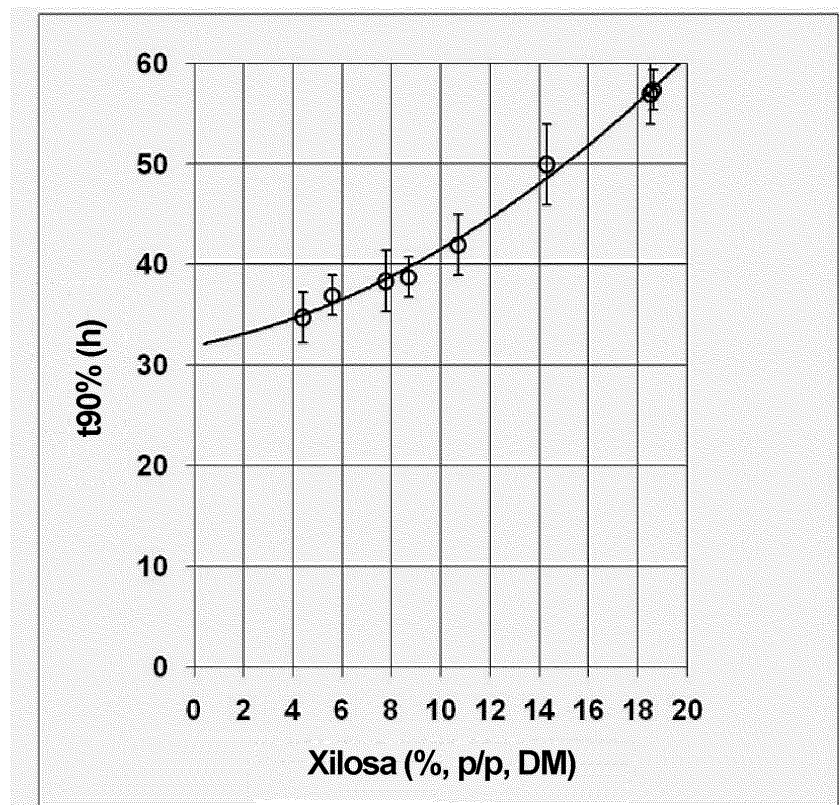


Figura 1A

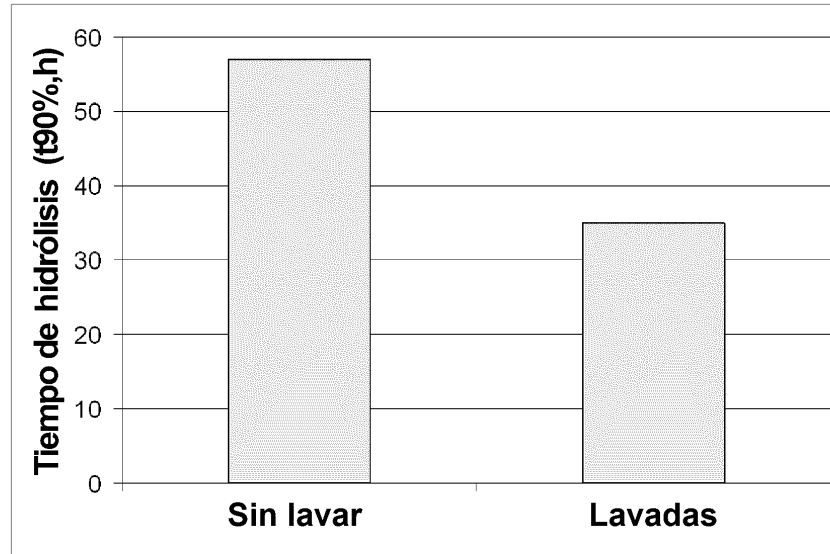


Figura 1B

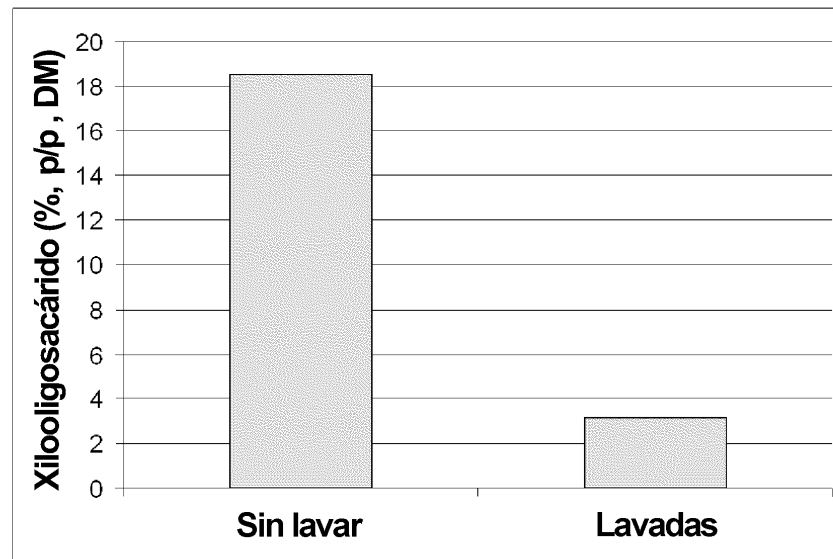


Figura 2A

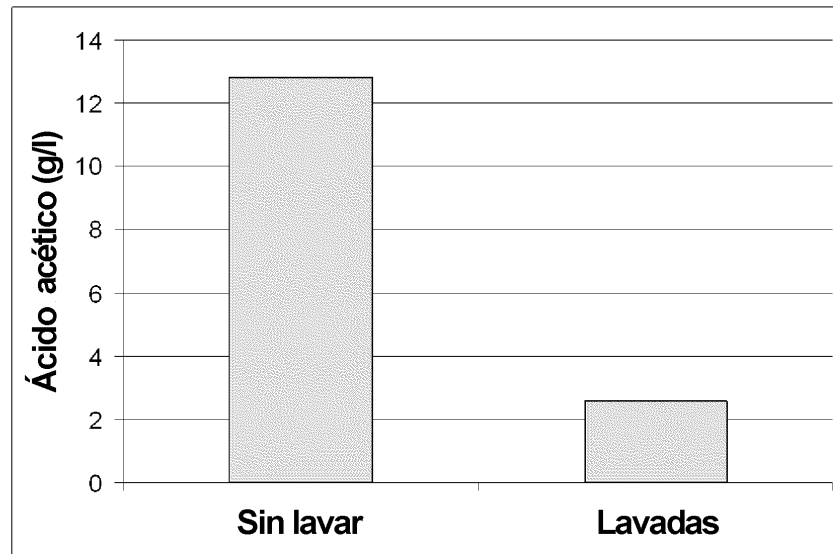


Figura 2B

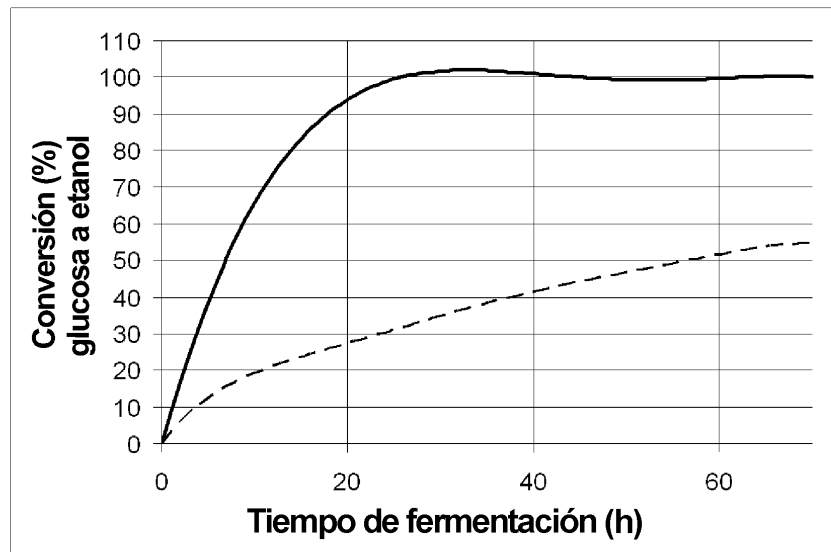


Figura 3

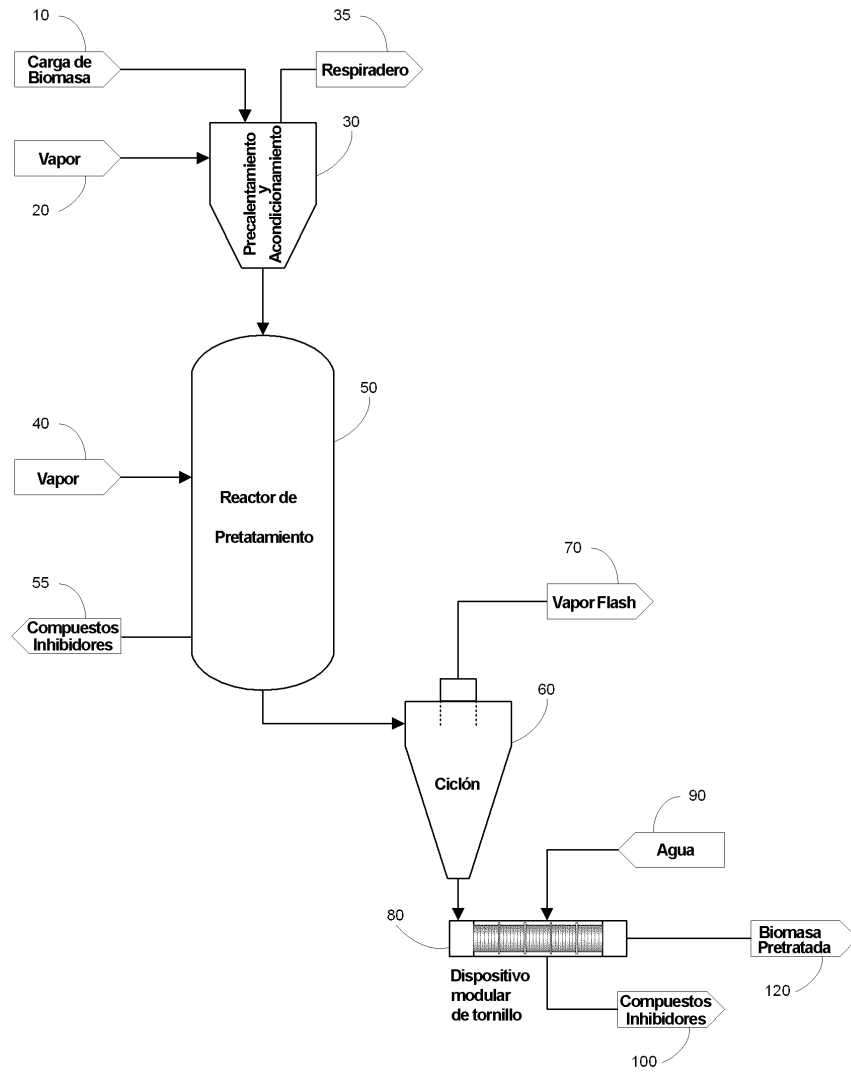


Figura 4A

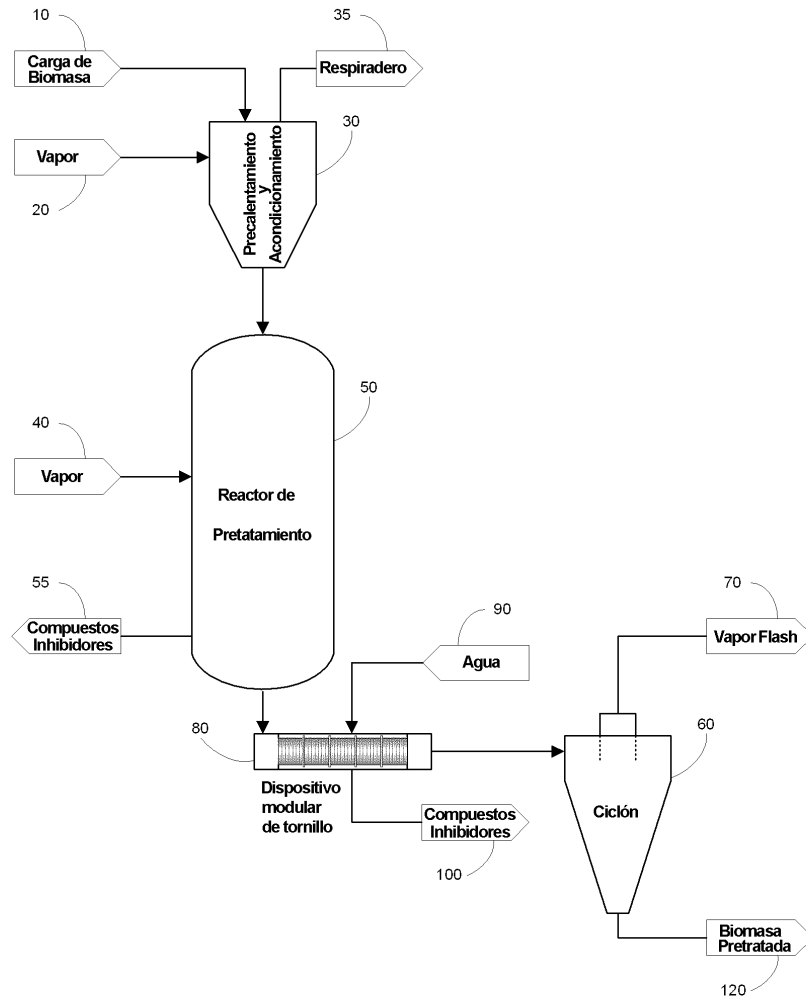


Figura 4B

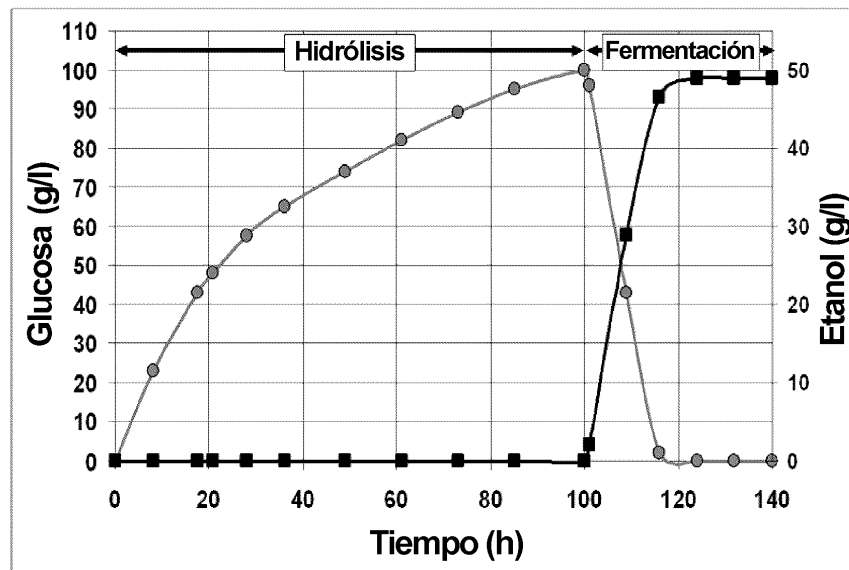


Figura 5

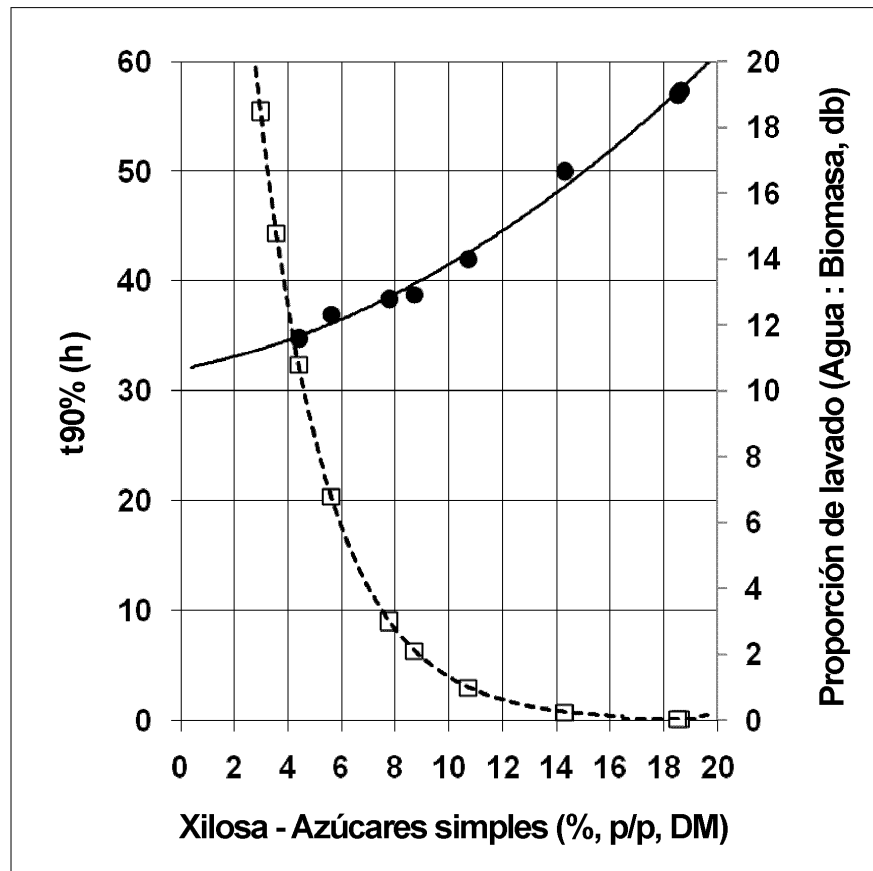


Figura 6

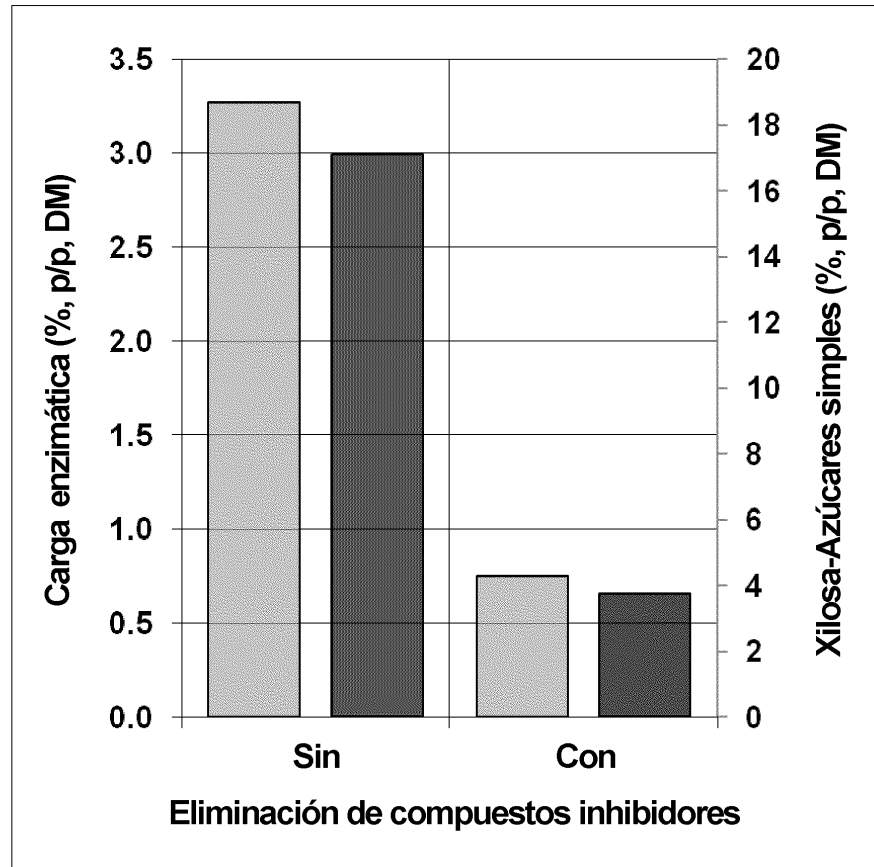


Figura 7

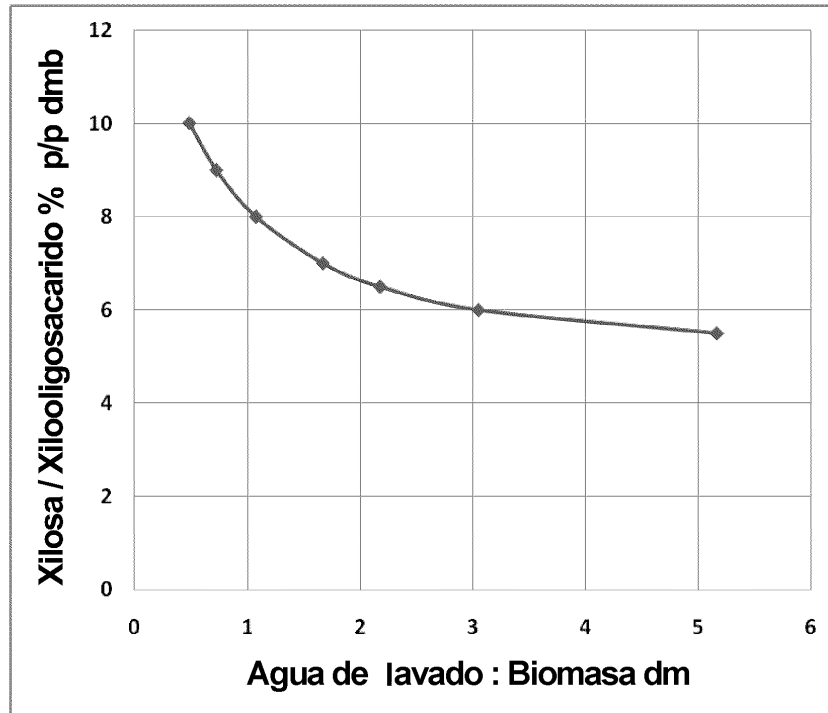


Figura 8