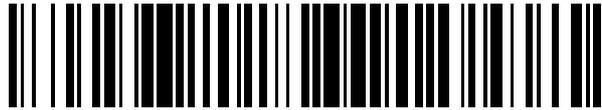


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 509 891**

51 Int. Cl.:

C08H 8/00

(2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2009 E 09740660 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.07.2014 EP 2346927**

54 Título: **Un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina junto con celulosa y hemicelulosa**

30 Prioridad:

17.10.2008 EP 08018248

28.08.2009 EP 09011072

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

20.10.2014

73 Titular/es:

MAXBIOGAS GMBH (100.0%)

**Alte Dorfstrasse 14 a
16348 Marienwerder, DE**

72 Inventor/es:

STREFFER, FRIEDRICH DR.

74 Agente/Representante:

ROEB DÍAZ-ÁLVAREZ, María

ES 2 509 891 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

Un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina junto con celulosa y hemicelulosa.

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa. Según este procedimiento, la biomasa con contenido de lignocelulosa se fracciona para separar la lignina de los hidratos de carbono que, posteriormente, se pueden fermentar de manera eficaz para dar productos útiles, tales como metano (biogás), hidrógeno, etanol, acetona, butanol y/o isopropanol. El procedimiento permite usar lignocelulosa, como nueva clase de sustratos rentables para procedimientos de fermentación eficaces.
- 10 La invención se refiere además a un aparato para llevar a cabo un procedimiento de este tipo.

Introducción

- Anteriormente, se han usado procedimientos de reducción a pasta de papel para separar la celulosa de la lignina y otros componentes de materiales con contenido de lignocelulosa. Por ejemplo, se han usado varios tipos de sustancias químicas inorgánicas en agua para modificar la lignina para hacer que sea hidrosoluble. Dichos procedimientos presentan un problema por cuanto se refiere a recuperar o destruir las sustancias químicas inorgánicas.
- 15
- 20 Se han propuesto otros procedimientos usando disolventes orgánicos para disolver la lignina del material con contenido de lignocelulosa. Dichos procedimientos han resultado caros debido a los elevados costes de la recuperación del disolvente necesario.

Otros procedimientos incluían una combinación de ácidos y alcoholes con agua. No obstante, la presencia de exceso de agua puede ser perjudicial para el procedimiento debido a los costosos sistemas de recuperación.

25

Además, las elevadas temperaturas de muchos procedimientos conocidos desencadenan una reacción de hemicelulosa a furfural que inhibe las enzimas y los microorganismos de la posterior fermentación que exige una desintoxicación laboriosa y cara.

30

En resumen, muchos procedimientos conocidos en el estado de la técnica son costosos y muestran dificultades, por cuanto se refiere a la recuperación del disolvente, que podrían acarrear laboriosas etapas de procedimiento, tales como separar distintos disolventes mediante centrifugación o desintoxicación.

35 Breve descripción de la invención

Por consiguiente, el problema subyacente de la presente invención era proporcionar un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa (biomasa con contenido de lignocelulosa), que fuera económico y que se pudiera llevar a cabo sin la necesidad de equipos caros.

40

Este problema se soluciona por medio de un procedimiento según la presente invención. En resumen, un procedimiento de este tipo para digerir biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa, puede comprender las siguientes etapas. En primer lugar, se hace contactar la biomasa con un primer disolvente para disolver la celulosa y la hemicelulosa. En segundo lugar, se precipitan la celulosa y/o la hemicelulosa haciéndolas contactar con un precipitante para dar un sólido compacto, en la que el precipitante se selecciona de entre el grupo constituido por alcanos, éteres y ésteres o una mezcla de éstos. El precipitado formado de este modo puede contener bajas cantidades de lignina residual además de celulosa y/o hemicelulosa. De manera ventajosa, el precipitado formado tiene un contenido relativamente bajo del primer disolvente y, en particular, del precipitante, lo que reduce el volumen del disolvente necesario en las siguientes etapas. En tercer lugar, se hace contactar el precipitado con un segundo disolvente para disolver la lignina del precipitado. Esta etapa también se puede llevar a cabo en el momento de precipitar la celulosa y/o la hemicelulosa. En cuarto lugar, el precipitado con contenido de celulosa y hemicelulosa amorfas se puede lavar con un tercer disolvente biocompatible para eliminar los restos del primer disolvente, del precipitante y/o del segundo disolvente. En quinto lugar, opcionalmente, se puede llevar a cabo una fermentación aeróbica o anaeróbica de la celulosa, de la hemicelulosa y/o de la lignina, por ejemplo, fermentación biogás, fermentación alcohólica, o fermentación AB. Dicha fermentación incluye la fragmentación de la celulosa y la hemicelulosa en oligómeros de azúcares de menor tamaño.

45

50

55

Este procedimiento tiene la ventaja de ser comparativamente económico. Además, se puede llevar a cabo sin difíciles etapas de separación o recuperación de disolventes, tales como las que requieren centrifugación y/o

separación de fases. Además, en el procedimiento de la invención, no es necesario llevar a cabo una etapa de desintoxicación.

5 El procedimiento de la invención se puede llevar a cabo como procedimiento continuo para obtener azúcares de una biomasa con contenido de lignocelulosa, pero también puede ser un procedimiento por lotes o por lotes alimentados (véanse las figuras 1 y 2). El procedimiento de la invención se puede combinar con una fermentación aeróbica o anaeróbica, en particular, para preparar disolventes, biogás, biocombustibles y/u otras sustancias químicas.

Además, la invención esta relacionada con un aparato para llevar a cabo el procedimiento de la invención.

10

Descripción detallada de la invención

El presente procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa, comprende las siguientes etapas:

15

En primer lugar, la biomasa se pone en contacto con un primer disolvente para disolver la celulosa y/o la hemicelulosa. Esto se realiza, preferentemente, a una temperatura inferior a 120 °C y a una presión inferior a 300 kPa durante menos de 4 horas.

20 En segundo lugar, la celulosa y/o hemicelulosa disueltas se precipitan poniéndolas en contacto con un precipitante para formar un precipitado que comprende celulosa y/o hemicelulosa y lignina residual, preferentemente, a una temperatura inferior a 120 °C y a una presión inferior a 300 kPa durante menos de 30 min. El precipitante que se usa en esta etapa se selecciona de entre el grupo constituido por alcanos, éteres y ésteres, que se describen detalladamente más adelante.

25

En tercer lugar, se hace contactar el precipitado con un segundo disolvente para eliminar la lignina residual del precipitado disolviéndola, preferentemente, el precipitado a una temperatura inferior a 120 °C y a una presión inferior a 300 kPa durante menos de 60 min. Esta etapa también se puede llevar a cabo junto con la segunda etapa de precipitación de la celulosa y/o hemicelulosa, es decir, simultáneamente a la misma.

30

El uso de un alcano, un éter y/o un éster, como precipitante, da lugar a un precipitado con bajas cantidades de precipitante, es decir, con un volumen bajo. Esto permite el uso de menores cantidades de disolventes en las etapas posteriores del procedimiento de la invención. Por lo tanto, los costes del procedimientos son menores que los de procedimientos que usan precipitantes conocidos.

35

En este documento, el término "digestión" o "digerir una biomasa" se usa, en particular, en relación con hacer la biomasa, es decir, al menos uno de sus componentes, accesible para una fermentación aeróbica o anaeróbica de la celulosa, de la hemicelulosa y/o de la lignina.

40 En una forma de realización preferente de la invención, el procedimiento comprende, además, la etapa de hacer contactar o mezclar el precipitado con contenido de celulosa y/o hemicelulosa amorfas con un tercer disolvente para eliminar el primer disolvente residual, el precipitante residual y/o el segundo disolvente residual del precipitado. Esta etapa elimina las sustancias residuales (concretamente, el primer disolvente, el precipitante y/o el segundo disolvente) que pudiera seguir habiendo en el precipitado y que pudieran interferir negativamente con una posible
45 etapa posterior de fermentación. Por lo tanto, esta etapa hace que los productos de digestión sean biocompatibles. Preferentemente, esta etapa se lleva a cabo a una temperatura inferior a 120 °C y a una presión inferior a 300 kPa durante menos de 60 min.

Opcionalmente, en otra forma de realización preferente de la invención, el procedimiento comprende, adicionalmente, la etapa de hacer contactar o mezclar el precipitado con un cuarto disolvente, que puede ser agua o una disolución tampón, tal como una disolución de citrato, una disolución de fosfato, una disolución HEPES, una disolución Tris, una disolución MOPS o una disolución similar para disolver y/o suspender la celulosa y/o la hemicelulosa. Preferentemente, esta etapa se lleva a cabo a una temperatura inferior a 100 °C durante menos de 60 min. Posteriormente, se puede llevar a cabo una fermentación aeróbica o anaeróbica de la celulosa, de la
55 hemicelulosa y/o de la lignina usando al menos un microorganismo, en particular, al menos una bacteria o al menos una levadura, para fermentar las pentosas y las hexosas obtenidas por medio del presente procedimiento.

En el presente procedimiento, se prefiere que el primer disolvente que se usa se seleccione de entre el grupo constituido por

- ácidos inorgánicos, preferentemente, ácidos sulfúricos, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico y ácido polifosfórico;
- hidróxidos inorgánicos, preferentemente, hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, hidróxido de litio;
- 5 - ácidos orgánicos, preferentemente, ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico;
- amoníaco e hidrazina;
- 10 - disoluciones iónicas, preferentemente, cloruro de litio / N,N-dimetilacetamida, bromuro de litio/ N,N-dimetilacetamida, hexafluorofosfato de 1-butil-3-metilimidazolio, sulfóxido de dimetilo / trihidrato de fluoruro de tetrabutilamonio;
- disoluciones de al menos un complejo de metales de transición y sus mezclas (preferentemente, de dos
- 15 componentes), preferentemente de hidróxido de cadmio 1,2-etilendiamina (Cadoxen, $[\text{Cd}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)_3](\text{OH})_2$), hidróxido de cupramonio (Cuam, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4](\text{OH})_2$), hidróxido de cobre 1,2-etilendiamina (Cuen, $[\text{Cu}[(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)_2](\text{OH})_2$), hidróxido de cobre 1,3-propilendiamina (Cupren, $[\text{Cu}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}_2)_2](\text{OH})_2$), hidróxido de paladio 1,2-etilendiamina (Pd-en, $[\text{Pd}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)](\text{OH})_2$), hidróxido de cobalto 1,2-etilendiamina (Cooxen, $[\text{Co}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)_2](\text{OH})_2$), Zincoxen $[\text{Zn}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)_2](\text{OH})_2$), hidróxido de níquel amonio (Nioxam, $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_6](\text{OH})_2$),
- 20 hidróxido de níquel 1,2-etilendiamina (Nioxen, $[\text{Ni}(\text{H}_2\text{N}-(\text{CH}_2)_2-\text{NH}_2)_3](\text{OH})_2$), hidróxido de níquel triaminoetilamina (Nitren, $[\text{Ni}(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2)_3\text{N}](\text{OH})_2$);
- agua y
- 25 - una mezcla de cualquiera de los compuestos que se han mencionado anteriormente.

Se prefiere que la disolución iónica o líquido iónico contenga al menos una sustancia iónica. Una sustancia iónica de este tipo puede ser de estructura anular o de cadena abierta. La temperatura de fusión de la sustancia es, preferentemente, inferior a 100 °C. El líquido iónico puede contener al menos un anión, tal como un halógeno (Cl⁻, Br⁻ y/o I⁻), un carboxilato (por ejemplo, acetato, formiato, propionato, butirato, citrato, oxalato y/o maleato) o un fosfonato (fosfonato de metilo y/o fosfonato de etilo) o PF⁶⁻ o BF⁴⁻. El líquido iónico puede contener al menos un catión, tal como imidazol (posiblemente alquilado), pirazol (posiblemente alquilado), amonio (posiblemente alquilado), colina (posiblemente alquilada), piperidina (posiblemente alquilada) o pirrolidona (posiblemente alquilada). Preferentemente, el líquido iónico comprende o contiene bromuro de 1-butil-3-metilimidazolio, cloruro de 35 1-alil-3-metilimidazolio, yoduro de N-tributil-N-metilamonio, formiato de 1-etil-3-metilimidazolio, acetato de 1-etil-3-metilimidazolio, acetato de colina, formiato de N,N-dimetilbutanoamonio y/o butirato de N-metilpiperidina.

Como primer disolvente se prefiere ácido fosfórico, ácido polifosfórico, Cuen, ácido sulfúrico, una mezcla de HCl con ácido acético concentrado o una mezcla de ácido fórmico y cloruro de zinc.

40 Preferentemente, los alcanos que se usan como precipitante son alcanos con ocho o menos átomos de C, más preferentemente, seleccionados de entre el grupo constituido por pentano, hexano, ciclohexano, heptano, octano y sus isómeros, solos o en cualquier mezcla de los alcanos que se han mencionado anteriormente. Más preferentes son los alcanos: ciclopentano, hexano y ciclohexano.

45 En el presente procedimiento, los éteres que se usan como precipitante pueden ser éteres con ocho o menos átomos de C, preferentemente, seleccionados de entre el grupo constituido por éter metil terc-butílico (éter MtB), éter etil terc-butílico (éter EtB), éter propil terc-butílico, éter butil terc-butílico, éter dimetilico, éter metil etílico, éter dietílico, éter metil propílico, éter etil propílico, éter metil butílico, éter metil pentílico, éter etil butílico, éter dipropílico, 50 éter metil hexílico, éter etil pentílico, éter propil butílico, éter metil heptílico, éter etil hexílico, éter propil pentílico, éter dibutílico y sus isómeros, solos o en cualquier mezcla de los éteres que se han mencionado anteriormente. Los éteres más preferentes son éter Mtb, éter Etb, éter dietílico y éter dipropílico.

Preferentemente, los ésteres que se usan como precipitante son ésteres con ocho o menos átomos de C, más 55 preferentemente, seleccionados de entre el grupo constituido por acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de butilo, acetato de pentilo, acetato de hexilo, formiato de metilo, formiato de etilo, formiato de propilo, formiato de butilo, formiato de pentilo, formiato de hexilo, formiato de heptilo, propionato de metilo, propionato de etilo, propionato de propilo, propionato de butilo, propionato de pentilo, butirato de metilo, butirato de etilo, butirato de propilo, butirato de butilo, pentanoato de metilo, pentanoato de etilo, pentanoato de propilo,

hexanoato de metilo, hexanoato de etilo y sus isómeros, solos o en cualquier mezcla de los ésteres que se han mencionado anteriormente. Los ésteres más preferentes son acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de isopropilo y formiato de etilo.

5 En una forma de realización preferente del presente procedimiento, el segundo disolvente se elige de entre el grupo constituido por

- cetonas con siete o menos átomos de C, preferentemente, dipropil cetona, etil butil cetona, metil pentil cetona, etil propil cetona, metil butil cetona, dietil cetona, metil propil cetona, metil etil cetona, acetona e isómeros de las cetonas que se han mencionado anteriormente;

- alcoholes, preferentemente, hexanol, pentanol, butanol, propanol, etanol, metanol e isómeros de los alcoholes que se han mencionado anteriormente;

15 - aldehídos, preferentemente, hexanal, pentanal, butanal, propanal, etanal e isómeros de los aldehídos que se han mencionado anteriormente;

- agua y

20 - una mezcla de cualquiera de los compuestos que se ha mencionado anteriormente.

Se prefiere más que el segundo disolvente sea acetona, una mezcla de acetona y agua, etanol, butanol, una mezcla de etanol y agua, etil metil cetona, propanal o butanal.

25 En otra forma de realización preferente del presente procedimiento, el tercer disolvente se elige de entre el grupo constituido por

- agua y

30 - disolución de hemicelulosa, en particular, disolución de hemicelulosa saturada.

Asimismo, se prefiere que la relación entre el primer disolvente y la biomasa sea, preferentemente, de 5:1 (masa / masa), aunque si de desea puede ser mayor. La relación volumétrica entre el primer disolvente y el precipitante oscila, preferentemente, entre 1:1 y 1:3 (volumen / volumen).

35

A continuación, se describe el uso del presente procedimiento por cuanto se refiere a llevar a cabo el procedimiento en un recipiente adecuado, en particular, un reactor (véanse las figuras 1 y 2 y según se describe más adelante), que digiere, en particular, una biomasa con contenido de lignocelulosa.

40 El procedimiento de la presente invención conlleva, en una forma de realización, colocar la biomasa, en particular, la biomasa con contenido de lignocelulosa, en un recipiente adecuado, en particular, un reactor (véanse las figuras 1 y 2 y según se describe más adelante). Como biomasa con contenido de lignocelulosa, se puede usar madera (dura o blanda), restos forestales, hojas, papel reciclado, papel usado, residuos de papel, rastrojo de maíz, fibra de maíz, paja de trigo, paja de arroz, paja de centeno, bagazo de caña de azúcar, virutas de remolacha, pasto varilla, bambú,

45 pulpa y/o materiales orgánicos similares.

Preferentemente, el tamaño de partícula del material con contenido de lignocelulosa se reduce a trozos de 1 cm o menos y, adicionalmente, se trata, por ejemplo, se lava y/o se cambia su contenido de agua con medios conocidos para un experto en la materia.

50

Como se ha descrito, el primer disolvente que se añade a la biomasa del reactor puede ser un ácido inorgánico, un hidróxido inorgánico, una disolución iónica, un ácido orgánico y agua o una mezcla de cualquiera de éstos (Klemm, 1998).

55 Preferentemente, la mezcla de biomasa y disolventes se agita a una temperatura de entre 30 °C y 90 °C, aunque no es necesario que la temperatura sea constante. La presión es a presión ambiente normal, aunque se puede variar. Transcurridos de 10 a 90 minutos, se disuelve al menos el 60% de la celulosa y la hemicelulosa, dependiendo del tipo de biomasa y del primer disolvente que se usen. Preferentemente, el tiempo de incubación se prolonga de tal manera que se disuelve prácticamente toda la celulosa y la hemicelulosa del reactor.

Una vez finalizada la digestión de la celulosa / hemicelulosa, como se ha descrito anteriormente, se detiene la reacción usando un precipitante para precipitar la celulosa y la hemicelulosa, formando, de ese modo, un sólido compacto (precipitado). Un precipitante, según la invención, se elige de entre alcanos, éteres y/o ésteres o una mezcla de éstos, que no hinchan la celulosa o la hinchan sólo moderadamente. Preferentemente, el valor de retención de líquido (LRV) correspondiente al precipitante es menor que el LRV del agua correspondiente a la celulosa que se usa, en el que LRV se define según Klemm, 1998, página 237, como sigue:

$$\text{LRV (\%)} = (\text{Masa de la muestra húmeda} - \text{Masa de la muestra seca}) \times 100 / \text{Masa de la muestra seca}$$

10

La relación volumétrica entre el primer disolvente y el precipitante para precipitar el sólido es de 1:1 a 1:3, reduciéndose la cantidad de disolvente necesaria para esta etapa y la siguiente. Por cuanto se refiere a esta etapa, las condiciones de temperatura y presión se consideran de menor importancia. Por lo tanto, se prefiere que se mantengan la temperatura y la presión de la etapa anterior. Posteriormente, se separan la fase líquida y la sólida.

15 Los sólidos se tratarán adicionalmente (véase la etapa siguiente que se describe más adelante), mientras que el primer disolvente y el precipitante se recuperan y, preferentemente, se reciclan mediante evaporación o separación de fases.

20 La lignina restante se puede disolver usando un segundo disolvente, que se elige de entre una cetona, un aldehído, un alcohol y/o agua (Brauns, 1952). Preferentemente, la relación volumétrica entre el primer disolvente y el segundo disolvente es de, aproximadamente, 1:1. A continuación, se separan las fases sólida y líquida. En la siguiente etapa del procedimiento se trata adicionalmente la sólida. El segundo disolvente se puede recuperar mediante evaporación y, posteriormente, se puede reciclar. La lignina se precipita como sólido y se recupera.

25 Para optimizar aún más el procedimiento, se prefiere que las etapas en las que se usa el precipitante y el segundo disolvente se combinen y se lleven a cabo a la vez.

Normalmente, el precipitado se lava con un tercer disolvente para disolver los restos del primer disolvente, del segundo disolvente y/o del precipitante para conseguir biocompatibilidad para una posible fermentación posterior.

30 Normalmente, el precipitante y el segundo disolvente se recuperan mediante destilación, mientras que el primer disolvente, normalmente, se recupera mediante precipitación junto con sales minerales contenidas en el material con contenido de lignocelulosa.

35 En la etapa siguiente, la celulosa / hemicelulosa del precipitado se coloca en un reactor adecuado con un medio de tampón adecuado. En el reactor, la celulosa / hemicelulosa se degrada a azúcares y oligómeros de azúcares de cadena corta, mediante hidrólisis ácida o mediante degradación enzimática usando enzimas, complejos de enzimas y/o un organismo celololítico conocido para un experto en la materia. Opcionalmente, se puede añadir una fuente de hidrato de carbono distinta para controlar el contenido de azúcar de todos los azúcares presentes en el medio como sustratos, que, normalmente, es de 20 g/l a 200 g/l, al final de esta etapa, pero puede ser superior.

40

Posteriormente, se puede llevar a cabo una fermentación aeróbica o anaeróbica usando al menos un tipo de organismo, como una bacteria o una levadura, para obtener productos útiles, como biogás (metano), hidrógeno, etanol, butanol, acetona o productos similares.

45 El procedimiento, según se ha descrito anteriormente y en este documento, se puede usar para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa.

En otro aspecto, la invención está relacionada con un aparato para llevar a cabo un procedimiento según se ha descrito anteriormente y en este documento.

50

En particular, el aparato para llevar a cabo un procedimiento de este tipo, preferentemente, como procedimiento continuo, comprende:

- un primer recipiente para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa, en particular, un transportador de tornillo helicoidal o un reactor, que comprende

- un primer medio de introducción para introducir un primer disolvente, para disolver la celulosa y/o la hemicelulosa, en el primer recipiente para hacer contactar la biomasa con el primer disolvente;

- un segundo medio de introducción para introducir un precipitante, para formar un precipitado que comprende celulosa y/o hemicelulosa y lignina residual, en el primer recipiente para hacer contactar la celulosa y/o hemicelulosa disueltas con el precipitante y

5 - un tercer medio de introducción para introducir un segundo disolvente, para eliminar la lignina residual del precipitado, en el primer recipiente para hacer contactar el precipitado con el segundo disolvente,

en el que el primero, el segundo y el tercer medio de introducción están dispuestos a fin de permitir una introducción coordinada en tiempo del primer disolvente, el precipitante y el segundo disolvente en el primer recipiente.

10

En una forma de realización preferente del aparato, comprende además

- un cuarto medio de introducción para introducir un tercer disolvente, para eliminar el primer disolvente residual, el precipitante residual y/o el segundo disolvente residual del precipitado, en el primer recipiente para hacer contactar el precipitado con el tercer disolvente.

15

En un aspecto adicional, la invención está relacionada con el uso de un aparato, según se ha descrito anteriormente y en este documento, para llevar a cabo un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa, de la invención.

20

Referencias

Klemm, 1998: Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., Wagenknecht, U. Comprehensive Cellulose Chemistry Vol. I, Weinheim, VCH-Wiley 1998

25

Brauns, 1952: Brauns, F.E. The Chemistry of Lignin, New York, Academic Press 1952

Figuras

30 Figura 1: Aparato para llevar a cabo el procedimiento de la invención, como procedimiento por lotes o por lotes alimentados. La etapa de introducción del segundo disolvente se puede combinar con la etapa de introducción del precipitante (etapa de precipitación).

35 Figura 2: Aparato para llevar a cabo el procedimiento de la invención, como procedimiento continuo. Las etapas de introducción del segundo disolvente y del tercer disolvente también se pueden llevar a cabo a contracorriente. La etapa de introducción del segundo disolvente se puede combinar con la etapa de introducción del precipitante (etapa de precipitación).

Las figuras 1 y 2 muestran distintas versiones de un aparato para llevar a cabo un procedimiento para ajustar una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa, según la presente invención. La figura 1 muestra un aparato para llevar a cabo el procedimiento de la invención como procedimiento por lotes o por lotes alimentados, mientras que la figura 2 muestra una forma de realización del aparato para llevar a cabo el procedimiento de la invención como procedimiento continuo. A continuación, se describirán aspectos comunes a ambas formas de realización del aparato de la invención, que se muestra en la figura 1 y 2, haciendo referencia a ambas versiones. Para distinguir aspectos, se hará referencia específica a las versiones que se muestran en la figura 1 ó 2.

Las versiones distintas del aparato de la invención que se muestran en las figuras 1 y 2 comprenden un primer recipiente 101, 201 para digerir biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa. En el caso de las versiones de la figura 1, preferentemente, el primer recipiente es un reactor con un medio de agitación 102 y, opcionalmente, con un medio de calentamiento 103. En el caso de la forma de realización de la figura 2, preferentemente, el primer recipiente 201 es un transportador de tornillo helicoidal posiblemente equipado con un medio de calentamiento 203 para calentar el contenido del primer recipiente 201. En ese caso, el transportador de tornillo helicoidal 201 comprende distintos compartimentos A, B, C (o un primer compartimento (A), un segundo compartimento (B) y un tercer compartimento (C)), en el que en cada compartimento un líquido específico (disolvente o precipitante) se introduce en la biomasa o productos de biomasa. En una forma de realización del transportador de tornillo helicoidal 201, el compartimento B y el compartimento A son idénticos.

En ambos casos, el primer recipiente 101, 201 comprende un primer medio de introducción 104, 204, tal como un

tubo para introducir un primer disolvente, para disolver la celulosa y/o la hemicelulosa de la biomasa, en el primer recipiente 101, 201 para hacer contactar o mezclar la biomasa con el primer disolvente. El primer disolvente se almacena en un segundo recipiente 105, 205 (un depósito de alimentación correspondiente al primer disolvente) y se puede introducir en el primer recipiente a través del primer medio de introducción 104, 204 usando un medio de bombeo 106, 206, tal como una bomba de dosificación.

Asimismo, el primer recipiente 101, 201 comprende un segundo medio de introducción 107, 207 para introducir un precipitante, para formar un precipitado que comprende celulosa y/o hemicelulosa y lignina residual, en el primer recipiente 101, 201 para hacer contactar o mezclar la celulosa y/o la hemicelulosa disueltas con el precipitante del primer recipiente 101, 201 (o en caso de que el primer recipiente sea un transportador de tornillo helicoidal 201, del compartimento A del primer recipiente 201). El precipitante se almacena en un tercer recipiente 108, 208 (un depósito de alimentación correspondiente al precipitante) desde el que el precipitante se introduce en el primer recipiente 101, 201 a través del segundo medio de introducción 107, 207 mediante el uso de un medio de bombeo 109, 209, tal como una bomba de dosificación.

Asimismo, el primer recipiente 101, 201 puede comprender, opcionalmente, un tercer medio de introducción 110, 210 para introducir un segundo disolvente, para eliminar la lignina residual del precipitado, en el primer recipiente 101, 201 para hacer contactar o mezclar el precipitado del primer recipiente 101, 201 (o en caso de que el primer recipiente sea un transportador de tornillo helicoidal 201, del compartimento B del primer recipiente 201) con el segundo disolvente. El segundo disolvente se introduce en el primer recipiente 101, 201 desde un cuarto recipiente opcional 111, 211 (depósito de alimentación correspondiente al segundo disolvente) mediante el uso de un medio de bombeo 112, 212, tal como una bomba de dosificación.

En el aparato de la invención, el primer medio de introducción 104, 204, el segundo medio de introducción 107, 207 y el tercer medio de introducción 110, 210 están dispuestos a fin de permitir una introducción coordinada en tiempo del primer disolvente, el precipitante y el segundo disolvente, respectivamente, en el primer recipiente, de manera que se pueda llevar a cabo el procedimiento de digestión de una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa.

Preferentemente, en la forma de realización de la fig. 2, el primer medio de introducción 204 está conectado al primer recipiente 201 en el compartimento A del primer recipiente 201. Preferentemente, el segundo medio de introducción 207 también está conectado al primer recipiente 201 en el compartimento A del primer recipiente 201 y el tercer medio de introducción 210 está conectado al primer recipiente 201 en el compartimento B del primer recipiente 201.

En el compartimento B del primer recipiente 201 puede haber un medio de realimentación 225 y estar dispuesto de manera que a través del medio de realimentación 225 se puede realimentar el precipitante desde el primer recipiente 201 al segundo medio de introducción 207 que lleva al compartimento A del primer recipiente 201. Por lo tanto, se puede reciclar el precipitante con lo que se reduce la cantidad de precipitante necesaria en el procedimiento de la invención. Cuando el precipitante, posiblemente junto con disolventes (véase más adelante), se realimenta al segundo medio de introducción 207, desde el tercer recipiente 208 se puede añadir precipitante nuevo al precipitante reciclado.

Preferentemente, no es necesario limpiar el precipitante que sale del compartimento B del primer recipiente 201 antes de introducirlo en el compartimento A del primer recipiente 201. Por ejemplo, no es necesario llevar a cabo una etapa de filtración y/o destilación del precipitante que sale del primer recipiente y que se realimenta. Si bien el precipitante que se recicla es impuro, dichas impurezas no afectan al procedimiento de la presente invención. Específicamente, no es necesario eliminar las sustancias tóxicas que pudiera haber en el precipitante. Por lo tanto, no es necesario eliminar las sustancias tóxicas, ahorrando así una etapa de procedimiento adicional, lo que hace que el procedimiento de la presente invención que se lleva a cabo por medio de un aparato de este tipo sea más económico y consuma menos energía comparado con el estado de la técnica.

Como se muestra en la figura 2, lo más preferente es que el medio de realimentación 225 esté configurado para reintroducir el primer disolvente, el precipitante y el segundo disolvente en el primer recipiente 201. El inventor demostró que dicha reintroducción se puede llevar a cabo sin la necesidad de laboriosas etapas de separación del precipitante de los disolventes. Esto lleva a ahorros de energía y de sustancias químicas, reduciendo así los costes.

A fin de que la biomasa que se introduce en el primer recipiente 101, 201 sea del tamaño adecuado, se puede disponer, por separado o como parte integral del aparato, un medio para reducir el tamaño de la biomasa 113, 213 (tal como un dispositivo de trituración o picado).

- Además, el aparato puede comprender adicionalmente un cuarto medio de introducción 114, 214 para introducir un tercer disolvente, para eliminar el primer disolvente residual, el precipitante residual y/o el segundo disolvente residual del precipitado, en el primer recipiente 101, 201 (o en caso de que el primer recipiente sea un transportador de tornillo helicoidal 201, en el compartimento C del primer recipiente 201) para hacer contactar el precipitado con el tercer disolvente del mismo. El tercer disolvente se introduce en el primer recipiente 101, 201 a través del cuarto medio de introducción desde un quinto recipiente 115, 215 mediante el uso de un medio de bombeo 116, 216, tal como una bomba de dosificación.
- 5
- 10 En la forma de realización que se muestra en la figura 1, un primer medio de liberación 117, tal como un tubo, está situado, preferentemente, en la parte inferior del primer recipiente 101 que se puede controlar a través de un medio de control 118, tal como una válvula, para recuperar el primer disolvente, el precipitante y/o el segundo disolvente en un sexto recipiente 119. La lignina se puede recuperar de dicho sexto recipiente 119.
- 15 Desde el sexto recipiente 119, los líquidos recuperados se pueden introducir en el recipiente respectivo (depósito de alimentación) 105, 108, 111, concretamente, el primer disolvente en el segundo recipiente 105, el precipitante en el tercer recipiente 108 y el segundo disolvente en el cuarto recipiente 111.
- Asimismo, el primer recipiente 101 tiene un segundo medio de liberación 120, tal como un tubo, controlado mediante un medio de control 121, tal como una válvula para liberar el tercer disolvente en un séptimo recipiente 122 para recuperar el tercer disolvente, desde donde se puede reciclar al cuarto recipiente 115, que es el depósito de alimentación correspondiente al tercer disolvente del primer recipiente 101. El quinto recipiente 115 está conectado con el séptimo recipiente 122 a través de un medio de conexión 123.
- 20
- 25 Gracias a esta disposición, se puede reciclar el tercer disolvente. Las sales minerales contenidas en el material lignocelulósico que se usa se pueden recuperar del séptimo recipiente 122.
- A través de un tercer medio de liberación 124, la celulosa / hemicelulosa (amorfos) se pueden liberar desde el primer recipiente 101 a través de un tercer medio de control 125, tal como una válvula.
- 30
- En la forma de realización que se muestra en la figura 2, hay un sexto recipiente 219 para recuperar el primer disolvente, el precipitante y el segundo disolvente y está conectado con los compartimentos A y B del primer recipiente 201 a través de un medio de liberación 217, por ejemplo, en forma de tubo o tubos que pueden comprender medios de control para controlar la liberación de líquidos del compartimento C del primer recipiente 201.
- 35 El primer o el segundo disolvente recuperado o el precipitante recuperado se puede reintroducir en el recipiente respectivo, concretamente, en el segundo recipiente 205 (depósito de alimentación) correspondiente al primer disolvente, en el tercer recipiente 208 correspondiente al precipitante y en el cuarto recipiente 211 correspondiente al segundo disolvente. Por consiguiente, se reciclan el primer y el segundo disolvente y el precipitante. La lignina se puede recuperar del sexto recipiente 219.
- 40
- El tercer disolvente se puede recuperar en un séptimo recipiente 222 desde el que se puede reintroducir el tercer disolvente en el quinto recipiente 215, que es el depósito de alimentación correspondiente al primer recipiente 201 (compartimento C). Las sales minerales contenidas en el material con contenido de lignocelulosa, que se usa, se pueden recuperar del séptimo recipiente 222.
- 45
- La celulosa / hemicelulosa (amorfos) se pueden liberar desde el primer recipiente 201 (transportador de tornillo helicoidal, compartimento C) a través de un medio de liberación 223.
- Figura 3:** Se muestran los resultados de los experimentos de precipitación. Los símbolos abiertos representan precipitantes conocidos en el estado de la técnica. Los símbolos cerrados representan precipitantes según la presente invención.
- 50

Ejemplos

55 Ejemplo 1

Biomasa con contenido de lignocelulosa en forma de 600 mg de paja de trigo de grano grueso se agitó con 5 ml de H₃PO₄ al 80%, como primer disolvente, a 55 °C durante 35 min hasta la completa disolución de la paja. El medio viscoso de color negro se enfrió hasta, aproximadamente, 40 °C y, posteriormente, se mezcló enérgicamente con 10

ml de éter MtB previamente enfriado, como precipitante, para conseguir un precipitado compacto de celulosa / hemicelulosa. La fase sólida (el precipitado) se lavó con 5 ml de éter MtB, como tercer disolvente, para eliminar el H_3PO_4 residual. El éter MtB se recuperó mediante destilación.

- 5 El precipitado se mezcló enérgicamente con 5 ml de acetona, como segundo disolvente, y, posteriormente, se centrifugó. Esto se repitió nuevamente. Se recogió el sobrenadante y se recicló la acetona mediante destilación. Además, se recuperó la lignina.

- 10 La fase sólida se lavó 2 veces con 5 ml de agua destilada, como tercer disolvente, para eliminar los restos de H_3PO_4 (primer disolvente), el éter MtB (precipitante) y la acetona (segundo disolvente). El precipitado queda como un sólido de color marrón claro, que se fermenta inmediatamente por medio de la enzima de *Trichoderma* (10 g/l de glucano y 10 FPU/g de glucano a 50 °C).

Ejemplo 2

- 15 Biomasa con contenido de lignocelulosa en forma de 1 g de hojas trituradas se mezcló con 7,5 ml de H_3PO_4 al 80%, como primer disolvente, y se agitó a 50 °C durante 40 min. La disolución se precipitó con 12 ml de mezcla previamente enfriada de ETBE / acetona (ETEB = éter etil terc-butílico, éter EtB), como precipitante, con una relación de 3:1. La fase sólida (el precipitado) se separó mediante centrifugación y se recogió el sobrenadante. La acetona se destiló del sobrenadante y se recicló. El líquido restante inmediatamente formó dos fases y se eliminó la fase orgánica de color marrón claro. El ETBE de la fase orgánica se eliminó mediante destilación y se recuperaron 80 mg de lignina.

- 25 La fase sólida que contenía celulosa y hemicelulosa se lavó 2 veces con 5 ml de agua destilada, como tercer disolvente, para eliminar los restos de H_3PO_4 (primer disolvente), de éter EtB (precipitante) y de acetona (segundo disolvente). Queda un sólido de color marrón claro, que se fermenta inmediatamente por medio de la enzima de *Trichoderma* (10 g/l de glucano y 10 FPU/g de glucano a 50 °C).

Ejemplo 3

- 30 Experimentos de precipitación

- 35 Se llevaron a cabo experimentos de precipitación de celulosa y hemicelulosa a partir de una disolución de ácido fosfórico (H_3PO_4), como primer disolvente, usando distintos precipitantes. Dichos precipitantes, conocidos en el estado de la técnica a tal efecto, incluyen acetona y etanol. Los precipitantes, según la invención, que se usaron fueron éter MtB, pentano y acetato de etilo (véase la tabla 1).

- 40 Se mezclaron 2 ml de una disolución de ácido fosfórico / lignocelulosa (0,15 g de lignocelulosa/ml) con 15 ml de un precipitante, como se muestra en la tabla 1, y, posteriormente, se centrifugaron durante 15 minutos a 5000 rpm en una centrífuga de mesa. Se desechó el sobrenadante y se midió tanto el volumen como la masa del precipitado.

Tabla 1

Precipitante	Volumen del precipitado (ml)	Masa del precipitado (g)	Masa del precipitado /masa de la lignocelulosa
Acetona	3,5	3,610	~ 12
Etanol	4	3,920	~ 13
Éter MtB	< 1	0,890	~ 3
Acetato de etilo	< 1	0,770	~ 2,5
Pentano	1,8	1,930	~ 6,5

- 45 Como se puede observar en los resultados de la tabla 1, el precipitado que resultó de una precipitación con etanol o acetona, como precipitante, era más pesado que los precipitados obtenidos por medio de una precipitación con éter MtB, acetato de etilo o pentano. Esto muestra que la mayoría del precipitante queda en el precipitado en caso de una precipitación con etanol o acetona comparado con otros precipitantes, dado que en todos los casos, se precipitaron, aproximadamente, de 250 mg a 300 mg de celulosa y hemicelulosa.

- 50 Ejemplo 4

Experimentos de precipitación a partir de una disolución de H₃PO₄

Se llevaron a cabo experimentos de precipitación de celulosa y hemicelulosa a partir de una disolución de ácido fosfórico (H₃PO₄), como primer disolvente, usando distintos precipitantes. Precipitantes, conocidos en el estado de la técnica a tal efecto, incluyen acetona y etanol. En experimentos de control se usaron, como precipitantes, anisol, DMSO y 1,4-dioxano. Los precipitantes, según la invención, que se usaron fueron éter MTB, éter metil ciclopentílico (CPME), éter diisopropílico, acetoacetato de etilo, isooctano, xilol, acetato de etilo, acetato de propilo, propionato de etilo, acetato de isopropilo, acetato t-butílico, pentanoato de metilo, formiato de isoamilo, formiato de etilo y distintas mezclas de los mismos (véanse la tabla 2 y la figura 3).

Se mezclaron 2,5 g de una disolución de ácido fosfórico / lignocelulosa (0,109 g de lignocelulosa/g) con distintas cantidades de un precipitante, como se muestra en la tabla 2, y, posteriormente, se centrifugaron durante 15 minutos a 5000 rpm en una centrifuga de mesa. Se desechó el sobrenadante y se midió la masa del precipitado como indicador de precipitante residual en el precipitado.

Tabla 2: Resultados de los experimentos de precipitación a partir de una disolución de H₃PO₄ con distintos precipitantes.

Precipitante	Masa del precipitante / masa del disolvente	Masa del precipitado / masa de la lignocelulosa
Acetona	2,3	13,5
Etanol	2,1	12,6
1,4-dioxano	4,5	11,5
Anisol	5	~ 16
DMSO	5	~ 10
Éter MTB	2,2	2,4
Éter CPM	3,7	3,6
Éter dietílico	3,6	3,1
Éter diisopropílico	4	3,1
Formiato de etilo	2,1	2,0
Acetato de etilo	1,5	2,3
Acetato de propilo	1,9	2,7
Acetato de isopropilo	1,9	2,8
Acetato t-butílico	2,0	4,1
Propionato de etilo	3,8	3,7
Acetoacetato de etilo	4,7	2,5
Pentanoato de metilo / Acetato de etilo 1:3	1,6	2,0
Pentanoato de metilo / Acetato de etilo 2:3	1,5	2,1
Anisol / Acetato de etilo 1:3	1,9	2,1
Xilol / Éter MTB 1:3	1,7	2,8
Hexano / Éter MTB 1:3	1,8	2,7
Isooctano / Acetato de etilo 1:3	1,6	2,9
Formiato de isoamilo / Acetato de etilo 1:1	1,3	2,3

Ejemplo 5Experimentos de fermentación

Se realizan experimentos de fermentación para mostrar que el sustrato pretratado no inhibe las bacterias debido al disolvente residual o al precipitante del pretratamiento, es decir, el procedimiento de digestión o mediante una sustancia tóxica (tal como furfural) que se podría haber formado durante el procedimiento de pretratamiento. Esto muestra directamente que, en el procedimiento de pretratamiento, no es necesaria una etapa de desintoxicación laboriosa o cara. Por cuanto se refiere a los experimentos de fermentación, la cantidad de sustrato correspondiente

a 0,25 g de biomasa seca se introdujo en un matraz con conexión de gas con 150 ml de digestado de biogás, como inóculo, para iniciar la producción de biogás y 50 ml de agua. Posteriormente, se midió la producción de gas.

Además, se midió la producción de biogás de 150 ml de digestado de biogás y 50 ml de agua sin ningún otro sustrato, como prueba testigo. En la tabla 3 se presenta el volumen de biogás producido tras 25 días de fermentación normalizado a condiciones estándar (presión $p = 101,325$ kPa y temperatura $T = 0,15$ °C) y 1 kg de biomasa seca.

La preparación del sustrato fue como sigue: Para cada tipo de biomasa (paja de trigo, forraje de maíz y la parte sólida del digestado de biogás), se preparó una disolución concentrada de 10 g de biomasa seca y 50 ml de H_3PO_4 al 85% a entre 55 °C y 60 °C.

Procedimiento de preparación a)

15 Se precipitaron 10 g de la disolución concentrada con 20 g de éter MTB y, posteriormente, se filtraron. La torta de filtro se lavó con otros 20 g de éter MTB. Posteriormente, la torta de filtro se lavó dos veces con 25 ml de agua caliente para eliminar el éter MTB residual. El sustrato resultante corresponde a 1,05 g de biomasa seca.

Procedimiento de preparación b)

20 Se precipitaron 10 g de la disolución concentrada con 20 g de una mezcla de 50% de éter MTB y 50% de acetona y, posteriormente, se filtraron. La torta de filtro se lavó con otros 20 g de la mezcla y, a continuación, dos veces con 25 ml de agua caliente para eliminar la mezcla residual. El sustrato resultante corresponde a 1,05 g de biomasa seca.

25 Procedimiento de preparación c)

Se precipitaron 10 g de la disolución concentrada con 20 g de una mezcla de formiato de etilo y, posteriormente, se filtraron. La torta de filtro se lavó con otros 20 g de formiato de etilo y, a continuación, dos veces con 25 ml de agua caliente para eliminar el formiato de etilo residual. El sustrato resultante corresponde a 1,05 g de biomasa seca.

30 Los resultados muestran que, como se ha descrito anteriormente, los distintos procedimientos de preparación a), b) y c) no inhiben las bacterias.

Tabla 3: Resultados de los experimentos de fermentación ya ajustados para la prueba testigo (es decir, el valor obtenido para un control sin sustrato se restó de los valores obtenidos para las muestras). NI se refiere a litro normalizado, es decir, un volumen de gas que se calculó para referirse a condiciones estándar como se ha definido anteriormente.

Sustrato / Disolución concentrada	Procedimiento de preparación	Producción de biogás tras 25 días (NI/kg de biomasa seca)
Paja de trigo	Ninguno	De 270 a 310
Paja de trigo	a)	550
Paja de trigo	b)	565
Paja de trigo	c)	580
Forraje de maíz	Ninguno	670
Forraje de maíz	b)	1100
Parte sólida de digestado de biogás del forraje de maíz	Ninguno	0
Parte sólida de digestado de biogás del forraje de maíz	c)	720

40 **Ejemplo 6**

Experimentos de precipitación a partir del líquido iónico DMA / LiCl

Se llevaron a cabo experimentos de precipitación de celulosa y hemicelulosa a partir de una disolución de DMA / LiCl, como primer disolvente y como ejemplo de un líquido iónico, usando distintos precipitantes. Dichos

precipitantes, conocidos en el estado de la técnica a tal efecto, incluyen acetona y etanol. Los precipitantes, según la presente invención, que se usaron en este ejemplo fueron éter MtB, benceno, tolueno, pentano, formiato de isoamilo y pentanoato de metilo.

5 Se mezclaron 2,5 g de una disolución de DMA / LiCl / lignocelulosa (0,05 g de lignocelulosa/g) con distintas cantidades de un precipitante, como se muestra en la tabla 4, y, posteriormente, se centrifugaron durante 15 minutos a 5000 rpm en una centrífuga de mesa. Se desechó el sobrenadante y se midió la masa del precipitado.

10 Tabla 4: Resultados de los experimentos de precipitación a partir de DMA /LiCl como ejemplo de líquido iónico con distintos precipitantes.

Precipitante	Masa del precipitante / masa del disolvente	Masa del precipitado / masa de la lignocelulosa
Acetona	1,7	15
Etanol	2,0	10,5
Benceno	1,5	3,5
Tolueno	1,6	3,1
Tolueno / pentano 1:1	1,7	2,8
Éter MTB	2,2	4,1
Formiato de isoamilo	1,8	2,5
Pentanoato de metilo	1,6	2,7

Lista de referencia

- 15 101, 201. primer recipiente
- 102. medio de agitación
- 103. medio de calentamiento
- 20 104, 204. primer medio de introducción
- 105, 205. segundo recipiente
- 25 106, 206. medio de bombeo
- 107, 207. segundo medio de introducción
- 108, 208. tercer recipiente
- 30 109, 209. medio de bombeo
- 110, 210. tercer medio de introducción
- 35 111, 211. cuarto recipiente
- 112, 212. medio de bombeo
- 113, 213. medio para reducir el tamaño de la biomasa
- 40 114, 214. cuarto medio de introducción
- 115, 215. quinto recipiente
- 45 116, 216. medio de bombeo
- 117. primer medio de liberación

- 118. medio de control
- 5 119. sexto recipiente
- 120. segundo medio de liberación
- 121. medio de control
- 10 122. séptimo recipiente
- 123. medio de conexión
- 124. tercer medio de liberación
- 15 125. tercer medio de control
- 219. sexto recipiente
- 20 222. séptimo recipiente
- 223. medio de liberación
- 225. medio de realimentación
- 25

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa,
5 que comprende las etapas de:
- (a) hacer contactar la biomasa con un primer disolvente para disolver la celulosa y/o la hemicelulosa,
- 10 (b) hacer contactar la celulosa y/o la hemicelulosa disueltas con un precipitante para formar un precipitado que comprende celulosa y/o hemicelulosa y lignina residual, en la que el precipitante se selecciona de entre el grupo constituido por alcanos, éteres y ésteres y
- (c) hacer contactar el precipitado con un segundo disolvente para eliminar la lignina residual del precipitado.
15
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la etapa (b) se lleva a cabo a la vez que la etapa (c).
3. El procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, que comprende además la etapa de
20 (d) hacer contactar el precipitado con un tercer disolvente para eliminar el primer disolvente residual, el precipitante residual y/o el segundo disolvente residual del precipitado.
4. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, que comprende además las etapas de
25 (e) hacer contactar el precipitado con un cuarto disolvente para disolver y/o resuspender la celulosa y/o la hemicelulosa, en la que el cuarto disolvente se selecciona de entre un grupo constituido por agua y disoluciones tampón y
- 30 (f) llevar a cabo una fermentación aeróbica o anaeróbica de la celulosa, de la hemicelulosa y/o de la lignina.
5. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, en el que el primer disolvente se selecciona de entre el grupo constituido por
- 35 - ácidos inorgánicos;
- hidróxidos inorgánicos;
- ácidos orgánicos;
40 - disoluciones iónicas;
- disoluciones de al menos un complejo de metales de transición;
- 45 - agua y
- una mezcla de cualquiera de los compuestos que se han mencionado anteriormente.
6. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 5, en el que los alcanos son alcanos con 8 o menos
50 átomos de C.
7. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 6, en el que los éteres son éteres con 8 o menos átomos de C.
- 55 8. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 7, en el que los ésteres son ésteres con 8 o menos átomos de C.
9. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 8, en el que el segundo disolvente se elige de entre el grupo constituido por

- cetonas con 7 o menos átomos de C;
- alcoholes;
- 5 - aldehídos;
- agua y
- 10 - una mezcla de cualquiera de los compuestos que se han mencionado anteriormente.
- 10. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 9, en el que el tercer disolvente se elige de entre el grupo constituido por
- 15 - agua y
- disolución de hemicelulosa, en particular disolución de hemicelulosa saturada.
- 11. El procedimiento según las reivindicaciones 1 a 10, en el que la relación entre el primer disolvente y la
- 20 biomasa es al menos 5:1 (masa/masa) y/o en el que la relación volumétrica entre el primer disolvente y el precipitante es de 1:1 a 1:3 (volumen/volumen).
- 12. Uso de un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11 para digerir una biomasa que comprende
- lignina junto con celulosa y/o hemicelulosa.
- 25 13. Un aparato para llevar a cabo un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 11, que comprende
- un primer recipiente (201) para digerir una biomasa que comprende lignina, junto con celulosa y/o hemicelulosa,
- con
- 30 - un primer medio de introducción (204) para introducir un primer disolvente, para disolver la celulosa y/o la hemicelulosa, en el primer recipiente (201) para hacer contactar la biomasa con el primer disolvente;
- un segundo medio de introducción (207) para introducir un precipitante, para formar un precipitado que comprende
- 35 celulosa y/o hemicelulosa y lignina residual, en el primer recipiente (201) para hacer contactar la celulosa y/o hemicelulosa disueltas con el precipitante y
- un tercer medio de introducción (210) para introducir un segundo disolvente, para eliminar la lignina residual del
- 40 precipitado, en el primer recipiente (201) para hacer contactar el precipitado con el segundo disolvente,
- en el que el primero (204), el segundo (207) y el tercer medio de introducción (210) están dispuestos a fin de permitir una introducción coordinada en tiempo del primer disolvente, el precipitante y el segundo disolvente en el primer
- recipiente (201) y
- 45 en el que un medio de realimentación (225) para reciclar el precipitante está orientado en el primer recipiente (201) de manera que el precipitante se puede realimentar al primer recipiente (201).
- 14. El aparato según la reivindicación 13, que comprende además
- 50 un cuarto medio de introducción (214) para introducir un tercer disolvente, para eliminar el primer disolvente residual, el precipitante residual y/o el segundo disolvente residual del precipitado, en el primer recipiente (201) para hacer contactar el precipitado con el tercer disolvente.
- 15. Uso de un aparato según las reivindicaciones 13 ó 14 para llevar a cabo un procedimiento según las
- 55 reivindicaciones 1 a 11.

Figura 1

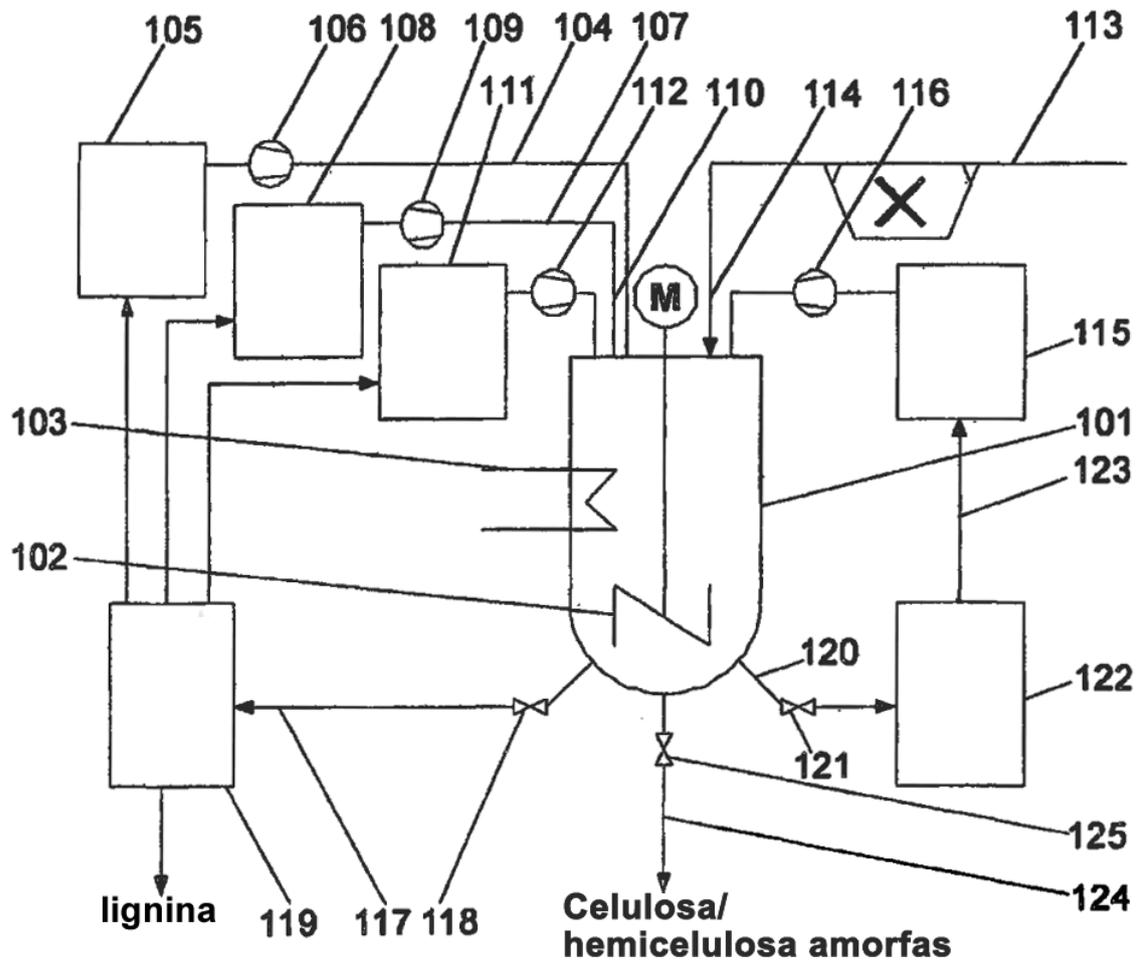


Figura 2

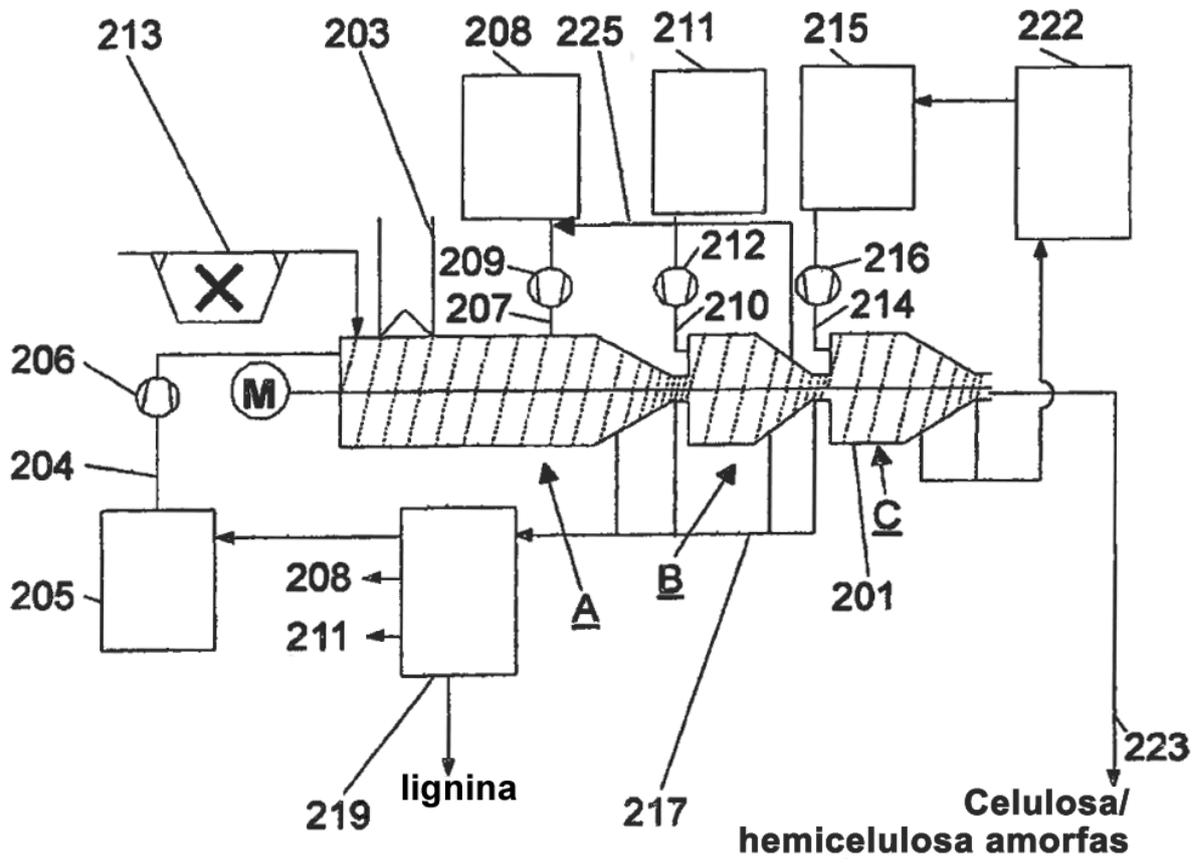


Figura 3

