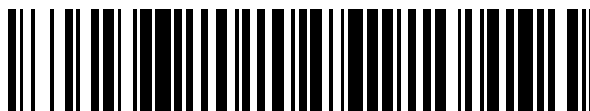


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 518 218**

51 Int. Cl.:

**C13B 20/16** (2011.01)  
**C13K 1/02** (2006.01)  
**C12P 19/02** (2006.01)  
**D21C 1/02** (2006.01)  
**C13K 13/00** (2006.01)  
**C09K 3/00** (2006.01)  
**D21C 5/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.12.2012 E 12199683 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.07.2014 EP 2610346**

54 Título: **Procedimiento de prerremojado mejorado para la conversión de biomasa**

30 Prioridad:

**28.12.2011 IT TO20111219**

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

**04.11.2014**

73 Titular/es:

**BETA RENEWABLES S.P.A. (100.0%)**  
**Strada Ribrocca 11**  
**15057 Tortona (AL), IT**

72 Inventor/es:

**CHERCHI, FRANCESCO;**  
**OTTONELLO, PIERO;**  
**FERRERO, SIMONE;**  
**TORRE, PAOLO;**  
**DE FAVERI, DANILO;**  
**RIVAS TORRES, BEATRIZ;**  
**TONET RENSI, LILIANE;**  
**RIVA, DANIELE y**  
**BOSIO, FEDERICA**

74 Agente/Representante:

**ARIAS SANZ, Juan**

**ES 2 518 218 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Procedimiento de prerremojado mejorado para la conversión de biomasa

**Antecedentes**

5 El documento WO201013129 es una solicitud de patente que se incorpora por referencia en su totalidad y enseña un procedimiento para el tratamiento de biomasa lignocelulósica que comprende las etapas de: A) Someter a remojo una materia prima de biomasa lignocelulósica en vapor o agua líquida o una mezcla de los mismos en el intervalo de temperatura de 100 a 210 °C durante 1 minuto hasta 24 horas para crear una biomasa sometida a remojo que contiene un contenido seco y un primer líquido; B) Separar al menos una porción del primer líquido de la biomasa sometida a remojo para crear una primera corriente de líquido y una primera corriente de sólido; en el que la primera corriente de sólido comprende la biomasa sometida a remojo; y C) Someter a explosión de vapor la primera corriente de sólido para crear una corriente que se ha sometido a explosión de vapor que comprende sólidos y un segundo líquido.

15 La reivindicación 4 del documento WO201013129 enseña que la etapa de remojo A puede estar precedida por una etapa de remojo a baja temperatura en la que la biomasa lignocelulósica se somete a remojo en líquido compuesto por agua a una temperatura en el intervalo de 25 a 100 °C durante 1 minuto hasta 24 horas y la etapa de remojo a baja temperatura viene seguida por una etapa de separación para separar al menos una porción del líquido del material sometido a remojo a baja temperatura. Se denomina incluso un procedimiento a baja temperatura.

20 Lo que no se divulga en el documento WO201013129 es el tratamiento posterior de corrientes o los procedimientos divulgados en la presente solicitud que mejoran adicionalmente las etapas y procedimientos del documento WO201013129.

El documento US-2008/0057555 A1 da a conocer un procedimiento de separación de componentes lignocelulósicos sometiendo biomasa lignocelulósica a un tratamiento químico/de presión usando productos químicos potentes y selectivos.

25 El documento US-4908067 A da a conocer un procedimiento de hidrólisis de madera en el que astillas de madera se acidifican, se presurizan y se calientan antes de ser hidrolizados en reactores.

El documento EP-2172568 A1 da a conocer un procedimiento de conversión de material celulósica a etanol en el que este material se somete a un pretratamiento hidrotérmico continuo y se produce un líquido y una fracción de fibra.

**Resumen**

30 La presente memoria descriptiva describe un procedimiento para el tratamiento de biomasa lignocelulósica, que comprende las etapas de

A) Introducir una corriente de líquido que comprende agua y una corriente de alimentación que comprende sólidos de biomasa lignocelulósica que comprenden celulosa, azúcares, en un recipiente de prerremojado,

35 B) Someter a prerremojado la corriente de alimentación con la corriente de líquido a una temperatura en el intervalo superior a 100 °C hasta 150 °C,

C) Separar al menos una porción de corriente de líquido de los sólidos para crear una primera corriente producto de sólidos y una corriente producto de líquido sometido a prerremojado, y

D) Someter a remojo la primera corriente de sólidos según

40 1) Someter a remojo la corriente producto de sólido en vapor o agua líquida o una mezcla de los mismos en el intervalo de temperatura de 100 °C hasta 210 °C durante 1 minuto hasta 24 horas para crear una segunda biomasa sometida a remojo que contiene un contenido seco y un líquido sometido a remojo;

2) Separar al menos una porción del líquido sometido a remojo de la segunda biomasa sometida a remojo para crear una corriente de líquido sometido a remojo y una segunda corriente de sólido sometido a remojo, en el que la segunda corriente de sólido comprende la segunda biomasa sometida a remojo.

Adicionalmente se da a conocer que el peso de azúcares en la corriente de líquido sometido a remojo sometido a prerremojos, con respecto al peso de los azúcares totales de la biomasa lignocelulósica en la corriente de alimentación es inferior a un valor seleccionado del grupo que consiste en el 5 % en peso, el 2,5 % en peso y el 1 % en peso.

- 5 También se da a conocer que el prerremojos puede realizarse durante un periodo inferior a 48 horas.

Adicionalmente se da a conocer que la relación en peso de la corriente de líquido y la corriente de alimentación puede ser inferior a una seleccionada del grupo que consiste en 4:1, 6:1, 10:1, 15:1 y 20:1.

Puede realizarse una etapa posterior de filtración de la corriente de líquido sometido a remojo mediante nanofiltración.

- 10 Adicionalmente se da a conocer que el líquido sometido a remojo tiene un flujo instantáneo superior a  $7 \text{ l/h}\cdot\text{m}^2$ , en el que el flujo instantáneo es el flujo cuando se han pasado 72 l de una alícuota de 190 l de la al menos una porción del líquido sometido a remojo a través de una membrana de nanofiltración espiral conforme a las especificaciones de que la membrana es una película fina de material compuesto de tipo poliamida sobre poliéster, tiene un rechazo de sulfato de magnesio superior o igual al 98 % cuando se mide sobre 2000 ppm de sulfato de magnesio en agua a 9  
15 bares y  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  y que tiene un diámetro exterior de 64,0 a 65,0 mm, una longitud de 432 mm y un diámetro interior de 21 mm, teniendo la membrana un flujo transversal de  $1,3\text{-}1,8 \text{ m}^3/\text{h}$  con una caída de presión máxima de 0,6 bares a 1 cP y un área de membrana de diseño de  $0,7 \text{ m}^2$ .

También se da a conocer que la separación de al menos una porción del ácido acético se realiza mediante nanofiltración.

20 **Breve descripción de las figuras**

La figura 1 presenta dos esquemas que muestran la técnica anterior y una realización del procedimiento propuesto por la invención.

La figura 2 muestra la composición del líquido sometido a remojo con y sin la etapa de prerremojos.

La figura 3 muestra la composición de los sólidos sometidos a explosión de vapor con y sin la etapa de prerremojos.

- 25 La figura 4 muestra el flujo de la corriente de líquido sometido a remojo de cada experimento como una función del tiempo.

La figura 5 muestra el flujo de la corriente de líquido sometido a remojo de cada experimento expresado como una función del volumen de permeado que ha pasado a través del filtro.

- 30 La figura 6 muestra la comparación de resultados de experimentos de prerremojos, realizados con y sin exposición de la biomasa lignocelulósica a una condición de vacío durante el tratamiento de prerremojos.

**Descripción**

- La presente memoria descriptiva se basa en el descubrimiento de que la temperatura máxima de una primera etapa de prerremojos antes del pretratamiento de remojo, que puede o no puede estar seguida por una explosión de vapor, es la temperatura a la que se solubiliza la hemicelulosa en la biomasa lignocelulósica. Esta temperatura es muy  
35 variable y depende del tipo de biomasa lignocelulósica durante la cantidad de tiempo en la que la biomasa lignocelulósica se mantiene a esa temperatura.

- El documento WO201013129 enseña una etapa de prerremojos, pero enseña que la temperatura baja de la primera etapa de prerremojos debería estar entre  $25$  y  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ . Esto enseña a alejarse de temperaturas más elevadas superiores a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ . Las temperaturas superiores a  $100 \text{ }^\circ\text{C}$  requieren recipientes a presión, kits de calentamiento  
40 especiales, aislamiento y aumentan el capital y los costes de funcionamiento del procedimiento.

- Se ha descubierto también que después de someter a remojo por debajo de la temperatura de solubilidad de la hemicelulosa, la filtrabilidad del líquido eliminado aumenta considerablemente, medida mediante una vida del filtro aumentada. La etapa de prerremojos a temperatura más alta elimina compuestos que tapan el filtro de forma crítica, de modo que la etapa de purificación del líquido después de la etapa de hidrólisis de remojo precisa usar solo una  
45 unidad de funcionamiento tal como un filtro (por ejemplo, nanofiltración, en lugar de dos unidades de funcionamiento

en serie (por ejemplo, ultrafiltración seguida por nanofiltraciones). Este procedimiento puede tener una centrifugadora y/o filtro de bolsa de 1 micrómetro de tamaño o superior antes de la nanofiltración, pero se evita la costosa ultrafiltración y el procedimiento puede hacerse funcionar sin ultrafiltración.

5 Por lo tanto, una mejora sobre el documento WO201013129 es que el prerremojado no tiene que ser a una temperatura baja, sino que puede realizarse en un intervalo de temperatura entre 100 °C y 150 °C, que no incluye 100 °C, el límite superior del documento WO201013129.

Se ha aprendido que temperaturas superiores son mejores para eliminar los contaminantes, en particular los contaminantes que inhiben la nanofiltración de líquido procedente de la etapa de remojo (no la de prerremojado).

10 La biomasa lignocelulósica útil para este procedimiento puede caracterizarse como sigue. En primer lugar, aparte del almidón, los tres constituyentes principales en biomasa vegetal son celulosa, hemicelulosa y lignina, que se denominan comúnmente con el término genérico lignocelulosa. Las biomásas que contienen polisacáridos como un término genérico incluyen tanto almidón como biomásas lignocelulósicas. Por lo tanto, algunos tipos de materias primas pueden ser biomasa vegetal, biomasa que contiene polisacáridos y biomasa lignocelulósica.

15 Las biomásas que contienen polisacáridos según la presente invención incluyen cualquier material que contiene azúcares poliméricos, por ejemplo en forma de almidón o también de almidón refinado, celulosa y hemicelulosa.

20 Los tipos relevantes de biomásas para usar en la invención reivindicada pueden incluir biomásas derivadas de cultivos agrícolas seleccionados del grupo que consiste en granos que contienen almidón; almidón refinado; rastrojo de maíz, bagazo, paja, por ejemplo de arroz, trigo, centeno, avena, cebada, colza, sorgo; madera blanda, por ejemplo *Pinus sylvestris*, *Pinus radiata*; madera dura, por ejemplo *Salix* spp., *Eucalyptus* spp.; tubérculos, por ejemplo remolacha, patata, cereales, por ejemplo arroz, trigo, centeno, avena, cebada, colza, sorgo y maíz; desechos de papel, fracciones de fibra procedentes del procesamiento de biogás, estiércol, residuos del procesamiento de palma para aceite, residuos sólidos municipales o similares. Aunque los experimentos se limitan a unos pocos ejemplos de la lista enumerada anteriormente, se cree que la invención puede aplicarse a todos, debido a que la caracterización se realiza principalmente sobre las características únicas de la lignina y el área superficial.

25 La materia prima de biomasa lignocelulósica usada en el procedimiento es preferentemente de la familia de las denominadas habitualmente gramíneas. La denominación apropiada es la familia conocida como Poaceae o Gramineae de la clase Liliopsida (las monocotiledóneas) de las plantas con flores. Las plantas de esta familia se denominan habitualmente gramíneas, o, para distinguirlas de otros gramínoideos, gramíneas verdaderas. También está incluido el bambú. Existen aproximadamente 600 géneros y aproximadamente 9.000-10.000 o más especies de gramíneas (Índice de Kew de especies de gramíneas en el mundo).

35 Las Poaceae incluyen los granos alimenticios básicos y los cultivos de cereal cultivados en todo el mundo, céspedes y gramíneas forrajeras, y bambú. Las Poaceae tienen generalmente tallos huecos denominados cañas, que están tapados (de forma sólida) en espacios denominados nudos, los puntos a lo largo de la caña en los que surgen las hojas. Las hojas de gramíneas son generalmente alternas, dísticas (en un plano) o raramente espirales, y veteadas de forma paralela. Cada hoja se diferencia en una vaina inferior que abraza el tallo durante una distancia y un limbo con márgenes habitualmente enteros. Los limbos de muchas gramíneas se endurecen con fitolitos de sílice, lo que ayuda a disuadir a animales que se alimentan de pasto. En algunas gramíneas (tales como espadañas) esto hace que los bordes del limbo de la gramínea sean lo suficientemente filosos como para cortar la piel de seres humanos. Un apéndice membranoso o fleco de pelos, denominado lígula, se encuentra en la unión entre la vaina y el limbo, evitando que el agua o insectos penetren en la vaina.

40 Los limbos de gramíneas crecen en la base del limbo y no desde puntas de tallos alargadas. Este punto de crecimiento bajo evolucionó en respuesta a animales de pasto y permite que estos pasten las gramíneas o que las gramíneas se sieguen regularmente sin causar daños graves a la planta.

45 Las flores de Poaceae se disponen característicamente en espiguillas, teniendo cada espiguilla una o más flósculos (las espiguillas se agrupan adicionalmente en panículas o espigas). Una espiguilla consiste en dos (o algunas veces unas pocas) brácteas en la base, denominadas glumas, seguidas por uno o más flósculos. Un flósculo consiste en la flor rodeada por dos brácteas denominadas la lema (la externa) y la pálea (la interna). Las flores son habitualmente hermafroditas (el maíz, monoico, es una excepción) y la polinización es casi siempre anemófila. El perianto se reduce a dos escamas, denominadas lodículos, que se expanden y se contraen para extender la lema y la pálea; estas se interpretan generalmente como sépalos modificados.

50

El fruto de Poaceae es una cariósipide en la que la envoltura de la semilla está fusionada a la pared del fruto y, así, no es separable del mismo (como en un grano de maíz).

Existen tres clasificaciones generales de hábito de crecimiento presente en gramíneas; de tipo racimo (también denominado caespitoso), estolonífero y rizomatoso

5 El éxito de las gramíneas se basa en parte en su morfología y procesos de crecimiento y en parte en su diversidad fisiológica. La mayor parte de las gramíneas se divide en dos grupos fisiológicos, que usan las rutas fotosintéticas C3 y C4 para la fijación del carbono. Las gramíneas C4 tienen una ruta fotosintética vinculada a la anatomía de hoja de Kranz especializada que las adapta, en particular, a climas cálidos y a una atmósfera baja en dióxido de carbono.

10 Las gramíneas C3 se denominan “gramíneas de estación fría”, mientras que las plantas C4 se consideran “gramíneas de estación cálida”. Las gramíneas pueden ser anuales o perennes. Los ejemplos de estación fría anuales son trigo, centeno, poáceas anuales (gramínea de los prados anual, Poa anual y avena). Los ejemplos de estación fría perennes son pasto ovillo (dátilo, *Dactylis glomerata*), festuca (*Festuca* spp), poa de los prados de Kentucky y ray-gras perenne (*Lolium perenne*). Los ejemplos de estación cálida anual son maíz, pasto sudán y mijo perla. Los ejemplos de estación cálida perenne son *Andropogon gerardii*, *Sorghastrum nutans*, *Cynodon dactylon* y *Panicum virgatum*.

20 Una clasificación de la familia de gramíneas reconoce doce subfamilias: Estas son 1) Anomochloideae, un linaje pequeño de gramíneas con hojas anchas que incluye dos géneros (*Anomochloa*, *Streptochaeta*); 2) Pharioideae, un linaje pequeño de gramíneas que incluye tres géneros, incluidos *Pharus* y *Leptaspis*; 3) Puelioideae, un linaje pequeño que incluyen el género africano *Puelia*; 4) Pooideae, que incluye trigo, cebada, avena, bromo (*Bromus*) y gramínea cinta (*Calamagrostis*); 5) Bambusoideae, que incluye bambú; 6) Ehrhartoideae, que incluye arroz y arroz silvestre; 7) Arundinoideae, que incluye *Arundo donax* y *Phragmites* 8) Centothecoideae, una subfamilia de 11 géneros que se incluye a veces en las Panicoideae; 9) Chloridoideae, incluida la eragrostis (*Eragrostis*, aproximadamente 350 especies, incluida tef), pasto negro (*Sporobolus*, aproximadamente 160 especies), mijo dedo (*Eleusine coracana* (E.) Gaertn.) y las gramíneas Muhly (*Muhlenbergia*, aproximadamente 175 especies); 10) Panicoideae, incluidos *Panicum*, maíz, sorgo, caña de azúcar, la mayor parte de los mijos, fonio y gramíneas bluestem (*Andropogon gerardii* y *Schizachyium scoparium*). 11) Micrairoideae; 12) Danthonioideae, incluida la gramínea de la pampa; siendo *Poa* un género de aproximadamente 500 especies de gramíneas nativas de las regiones templadas de ambos hemisferios.

30 Las gramíneas agrícolas cultivadas por sus semillas comestibles se denominan cereales. Tres cereales comunes son arroz, trigo y maíz. De todos los cultivos, el 70 % son gramíneas.

35 La caña de azúcar es la fuente principal de producción de azúcar. Las gramíneas se usan para la construcción. Los andamios hechos de bambú son capaces de resistir vientos de fuerza de tifón que romperían andamios de acero. Los bambús más grandes y el *Arundo donax* tienen raicillas robustas que pueden usarse de modo similar a madera, y las raíces de las gramíneas estabilizan el césped de las casas con césped. El *Arundo* se usa para fabricar cañas para instrumentos de viento de madera y el bambú se usa para innumerables herramientas.

40 Por lo tanto, una biomasa lignocelulósica puede seleccionarse del grupo que consiste en gramíneas y maderas. Una biomasa lignocelulósica puede seleccionarse del grupo que consiste en plantas que pertenecen a las familias de las coníferas, las angiospermas, Poaceae y/o Gramineae. Otra biomasa lignocelulósica preferente también puede ser la biomasa que tiene al menos el 10 % en peso de su materia seca como celulosa, o más preferentemente al menos el 5 % en peso de su materia seca como celulosa.

La biomasa lignocelulósica también comprenderá carbohidrato(s) seleccionado(s) del grupo de carbohidratos basados en monómeros de glucosa, xilosa y manosa. Estar derivado de biomasa lignocelulósica significa que la biomasa lignocelulósica de la corriente de alimentación comprenderá glucanos y xilanos y lignina.

45 La materia prima de biomasa lignocelulósica también puede proceder de plantas leñosas. Una planta leñosa es una planta que usa madera como tejido estructural. Estas son típicamente plantas perennes cuyos tallos y raíces grandes están reforzados con madera producida de forma adyacente a los tejidos vasculares. El tallo principal, las ramas grandes y las raíces de estas plantas están habitualmente cubiertas por una capa de corteza gruesa. Las plantas leñosas son habitualmente árboles, arbustos o lianas. La madera es una adaptación celular estructural que permite que las plantas leñosas crezcan desde tallos sobre el suelo año tras año, haciendo así que algunas plantas leñosas sean las plantas más grandes y más altas.

50

Estas plantas necesitan un sistema vascular para mover el agua y los nutrientes desde las raíces a las hojas (xilema) y para transportar azúcares desde las hojas al resto de la planta (floema). Hay dos clases de xilema: el principal, que se forma durante el crecimiento principal desde el procámbium y el xilema secundario que se forma durante el crecimiento secundario desde el cámbium.

5 Lo que se denomina habitualmente “madera” es el xilema secundario de dichas plantas.

Los dos grupos principales en los que puede encontrarse xilema secundario son:

1) coníferas (Coniferae): existen aproximadamente seiscientas especies de coníferas. Todas las especies tienen xilema secundario, que tiene una estructura relativamente uniforme a lo largo de este grupo. Muchas coníferas son árboles altos: el xilema secundario de dichos árboles se comercializa como madera blanda.

10 2) angiospermas (Angiospermae): existen aproximadamente de un cuarto de millón a cuatrocientas mil especies de angiospermas. Dentro de este grupo no se ha encontrado xilema secundario en las monocotiledóneas (por ejemplo Poaceae). Muchas angiospermas no monocotiledóneas son árboles, y el xilema secundario de los mismos se comercializa como madera dura.

15 El término madera blanda se usa para describir madera de árboles que pertenecen a las gimnospermas. Las gimnospermas son plantas con semillas no recubiertas que no están encerradas en un ovario. Estos “frutos” semilla se consideran más primitivos que las maderas duras. Los árboles de madera blanda son habitualmente perennes, portan conos y tienen agujas u hojas de tipo escama. Incluyen especies de coníferas, por ejemplo pino, píceas, abetos y cedros. La dureza de la madera varía entre las especies de coníferas.

20 El término madera dura se usa para describir madera de árboles que pertenecen a la familia de las angiospermas. Las angiospermas son plantas con óvulos encerrados por protección en un ovario. Cuando se fertilizan, estos óvulos se desarrollan dando semillas. Los árboles de madera dura son habitualmente de hoja ancha; en latitudes templadas y boreales son en su mayor parte de hoja caduca, pero en trópicos y subtropicos son en su mayor parte perennes. Estas hojas pueden ser sencillas (un único limbo) o pueden ser compuestas con hojitas unidas al nudo de la hoja. Aunque varían en la forma, todas las hojas de madera dura tienen una red distinta de venas finas. Las plantas de  
25 madera dura incluyen, por ejemplo, álamo, abedul, cerezo, arce, roble y teca.

30 Los glucanos incluyen los monómeros, dímeros, oligómeros y polímeros de glucano en la biomasa lignocelulósica. Es de interés particular el 1,4-beta-glucano que es particular de la celulosa, al contrario que el 1,4-alfa-glucano. La cantidad de 1,4-beta-glucano(s) presente(s) en la biomasa lignocelulósica pretratada debería ser al menos el 5 % en peso de la biomasa lignocelulósica pretratada en base seca, más preferentemente de al menos el 10 % en peso de la biomasa lignocelulósica pretratada en base seca, y del modo más preferente de al menos el 15 % en peso de la biomasa lignocelulósica pretratada en base seca.

Los xilanos incluyen los monómeros, dímeros, oligómeros y polímeros de xilano en la composición de biomasa lignocelulósica pretratada.

35 Aunque la biomasa lignocelulósica pretratada puede estar exenta de almidón, sustancialmente exenta de almidón o tener un contenido de almidón del 0 por ciento en peso, o carecer de almidón. El almidón, si está presente, puede ser inferior al 75 % en peso del contenido seco. No hay un intervalo de almidón preferente ya que se piensa que su presencia no afecta a la hidrólisis a glucosa. Los intervalos para la cantidad de almidón, si está presente, son entre el 0 y el 75 % en peso del contenido seco, del 0 al 50 % en peso del contenido seco, del 0 al 30 % en peso del contenido seco y del 0 al 25 % en peso del contenido seco.

40 Debido a que la presente invención es para la hidrólisis de glucosa, la memoria descriptiva y los inventores creen que cualquier biomasa lignocelulósica con 1,4-beta-glucanos puede usarse como materia prima para este procedimiento de hidrólisis mejorado.

El pretratamiento usado en la biomasa lignocelulósica puede ser cualquier pretratamiento conocido en la técnica y aquellos que se inventarán en el futuro.

45 El pretratamiento usado para pretratar la biomasa lignocelulósica pretratada se usa para asegurar que la estructura del contenido lignocelulósica se hace más accesible a los catalizadores, tales como enzimas, y al mismo tiempo las concentraciones de subproductos inhibidores perjudiciales tales como ácido acético, furfural e hidroximetilfurfural permanecen sustancialmente bajos.

Las estrategias actuales de pretratamiento son someter el material lignocelulósico a temperaturas entre 110-250 °C durante 1-60 min, por ejemplo:

Extracción con agua caliente

5 Hidrólisis con ácido diluido de varias etapas, que elimina el material disuelto antes de que se formen sustancias inhibitoras

Hidrólisis con ácido diluido en condiciones de gravedad relativamente bajas

Oxidación alcalina húmeda

Explosión de vapor

Casi cualquier pretratamiento con desintoxicación subsiguiente

10 Si se elige un pretratamiento hidrotérmico, son preferentes las condiciones siguientes:

Temperatura de pretratamiento: 110-250 °C. preferentemente 120-240 °C, más preferentemente 130-230 °C, más preferentemente 140-220 °C, más preferentemente 150-210 °C, más preferentemente 160-200 °C, incluso más preferentemente 170-200 °C o del modo más preferente 180-200 °C.

15 Periodo de pretratamiento: 1-60 min, preferentemente 2-55 min, más preferentemente 3-50 min, más preferentemente 4-45 min, más preferentemente 5-40 min, más preferentemente 5-35 min, más preferentemente 5-30 min, más preferentemente 5-25 min, más preferentemente 5-20 min y del modo más preferente 5-15 min.

20 El contenido de materia seca después del pretratamiento es preferentemente al menos el 20 % (p/p). Otros límites superiores preferentes se contemplan como que la cantidad de biomasa con respecto al agua en la materia prima lignocelulósica pretratada se encuentra en los intervalos de relaciones de 1:4 a 9:1; 1:3,9 a 9:1, 1:3,5 a 9:1, 1:3,25 a 9:1, 1:3 a 9:1, 1:2,9 a 9:1, 1:2 a 9:1, 1,15 a 9:1, 1:1 a 9:1 y 1:0,9 a 9:1.

Las biomásas que contienen polisacáridos según la presente invención incluyen cualquier material que contiene azúcares poliméricos, por ejemplo en forma de almidón, así como de almidón refinado, celulosa y hemicelulosa. No obstante, como se ha discutido anteriormente, el almidón no es un componente principal.

25 Un procedimiento de pretratamiento preferente es el remojo/la extracción en dos etapas seguidas por la explosión de vapor tal como se describe más adelante.

Un pretratamiento preferente de una biomasa lignocelulósica incluye un remojo de la materia prima de biomasa lignocelulósica y una explosión de vapor de al menos una parte de la materia prima de biomasa lignocelulósica sometida a remojo.

30 El remojo tiene lugar en una sustancia tal como agua en forma de vapor, vapor de agua, o en forma de líquido o líquido y vapor de agua conjuntamente, para producir un producto. El producto es una biomasa sometida a remojo que contiene un líquido de remojo, siendo el líquido de remojo habitualmente agua en su forma líquida o de vapor o alguna mezcla.

35 Este remojo puede realizarse mediante cualquier serie de técnicas que expongan una sustancia al agua, que puede ser vapor o líquida o una mezcla de vapor y agua, o, más en general, a agua a alta temperatura y alta presión. La temperatura debería encontrarse en uno de los intervalos siguientes: 145 hasta 165 °C, 120 hasta 210 °C, 140 hasta 210 °C, 150 hasta 200 °C, 155 hasta 185 °C, 160 hasta 180 °C. Aunque el tiempo podría ser largo, tal como hasta, pero inferior a, 24 horas, o inferior a 16 horas, o inferior a 12 horas, o inferior a 9 horas, o inferior a 6 horas; el periodo de exposición es preferentemente bastante corto, variando de 1 minuto hasta 6 horas, de 1 minuto hasta 4 horas, de 1 minuto hasta 3 horas, de 1 minuto hasta 2,5 horas, más preferentemente de 5 minutos a 1,5 horas, de 5 minutos a 1 hora, de 15 minutos a 1 hora.

45 Si se usa vapor de agua, este está preferentemente saturado, pero podría estar sobrecalentado. La etapa de remojo puede realizarse en lotes o en continuo, con o sin agitación. Puede usarse un remojo a baja temperatura antes del remojo a alta temperatura. La temperatura del remojo a baja temperatura se encuentra en el intervalo de 25 a 90 °C. Aunque el tiempo podría ser largo, tal como hasta, pero inferior a, 24 horas, o inferior a 16 horas, o inferior a 12 horas, o inferior a 9 horas, o inferior a 6 horas; el periodo de exposición es preferentemente bastante corto, variando

de 1 minuto hasta 6 horas, de 1 minuto hasta 4 horas, de 1 minuto hasta 3 horas, de 1 minuto hasta 2,5 horas, más preferentemente de 5 minutos a 1,5 horas, de 5 minutos a 1 hora, de 15 minutos a 1 hora.

Cualquier etapa de remojo podría incluir también la adición de otros compuestos, por ejemplo  $H_2SO_4$ ,  $NH_3$ , para lograr un rendimiento superior más tarde en el procedimiento.

5 El producto que comprende el líquido de remojo, o líquido sometido a remojo, se hace pasar después a una etapa de separación en la que la al menos una porción del líquido de remojo se separa de la biomasa sometida a remojo. El líquido no se separará completamente, para que al menos una porción del líquido de remojo se separa, preferentemente la mayor cantidad de líquido de remojo posible en un marco de tiempo económico. El líquido procedente de esta etapa de separación se conoce como la corriente de líquido sometido a remojo que comprende el líquido de remojo. El líquido sometido a remojo será el líquido que se usa en el remojo, generalmente agua y las especies solubles de la materia prima. Estas especies solubles en agua son glucano, xilano, galactano, arabinano, glucooligómeros, xilooligómeros, galactoligómeros y arabinoligómeros. La biomasa sólida se denomina la primera corriente de sólido ya que contiene en su mayor parte, si no en su totalidad, sólidos.

15 La separación del líquido sometido a remojo puede realizarse de nuevo mediante técnicas conocidas y probablemente algunas que no se han inventado aún. Una unidad de equipo preferente es una prensa, ya que una prensa generará un líquido a presión elevada.

20 La primera corriente de sólido puede someterse opcionalmente a explosión de vapor para crear una corriente sometida a explosión de vapor, que comprende sólidos. La explosión de vapor es una técnica bien conocida en el campo de la biomasa y se cree que cualquiera de los sistemas disponibles actualmente y en el futuro es adecuado para esta etapa.

La gravedad de la explosión de vapor se conoce en la literatura como  $R_o$ , y es una función del tiempo y la temperatura y se expresa como

$$R_o = \text{texp}[(T-100)/14,75]$$

expresándose la temperatura, T, en grados Celsius y expresándose el tiempo, t, en minutos.

25 La fórmula también se expresa como  $\text{Log}(R_o)$ , a saber

$$\text{Log}(R_o) = \text{Ln}(t) + [(T-100)/14,75].$$

$\text{Log}(R_o)$  se encuentra preferentemente en los intervalos de 2,8 hasta 5,3, 3 hasta 5,3, 3 hasta 5,0 y 3 hasta 4,3.

30 La corriente sometida a explosión de vapor puede lavarse opcionalmente al menos con agua y también pueden usarse otros aditivos. Es concebible que pueda usarse otro líquido en el futuro, por lo que no se cree que el agua sea absolutamente esencial. En este punto, el agua es el líquido preferente. El efluente líquido procedente del lavado opcional es la tercera corriente de líquido. La etapa de lavado no se considera esencial y es opcional.

35 La corriente sometida a explosión lavada se procesa después para retirar al menos una porción del líquido en el material sometido a explosión de vapor. Esta etapa de separación también es opcional. La expresión se retira al menos una porción, es para recordar que mientras la retirada de tanto líquido como sea posible es deseable (preferentemente mediante compresión), es improbable que sea posible retirar el 100 %. En cualquier caso, una retirada del 100 % del agua no es deseable, ya que se necesita agua para la reacción de hidrólisis subsiguiente. El procedimiento preferente para esta etapa es de nuevo una compresión, pero se cree que son adecuadas otras técnicas conocidas y aquellas que no se han inventado aún. Los productos separados con este procedimiento son sólidos en la segunda corriente de sólido y líquidos en la segunda corriente de líquido.

40 Un aspecto de la invención implica exponer la biomasa lignocelulósica a una etapa de prerremojo antes de una etapa de remojo en un intervalo de temperatura de entre 100 °C y 150 °C, en el que entre significa que las temperaturas de 100 °C y 150 °C no están incluidas. El intervalo de temperatura de 105 °C hasta 150 °C, que incluye 105 °C y 150 °C también es un intervalo preferente. Una temperatura en el intervalo de 110 °C hasta 150 °C también es un intervalo preferente. También se contempla un intervalo de temperatura de entre 100 °C y 145 °C. El intervalo de temperatura de 105 °C hasta 145 °C, que incluye 105 °C y 145 °C también es un intervalo preferente. Una temperatura en el intervalo de 110 °C hasta 145 °C también es un intervalo preferente.



5 El periodo de prerremojado puede ser largo, tal como hasta, pero preferentemente inferior a, 48 horas, o inferior a 24 horas, o inferior a 16 horas, o inferior a 12 horas, o inferior a 9 horas, o inferior a 6 horas; el periodo de exposición es preferentemente bastante corto, variando de 1 minuto hasta 6 horas, de 1 minuto hasta 4 horas, de 1 minuto hasta 3 horas, de 1 minuto hasta 2,5 horas, más preferentemente de 5 minutos a 1,5 horas, de 5 minutos a 1 hora, de 15 minutos a 1 hora.

10 En una realización, la biomasa lignocelulósica se somete a una condición de vacío mientras se está sometiendo al tratamiento de prerremojado. El tratamiento de prerremojado se realiza a una temperatura superior a 10 °C y preferentemente inferior a 100° C, más preferentemente inferior a 90 °C, incluso más preferentemente inferior a 80 °C, incluso aún más preferentemente inferior a 70 °C, siendo una temperatura inferior a 60 °C la temperatura más preferente. Los inventores han hallado que la exposición a la condición de vacío aumenta la cantidad de material que se retira de la biomasa lignocelulósica durante el tratamiento de prerremojado. La condición de vacío puede tener lugar durante un periodo de exposición al vacío que sea igual o inferior al periodo de prerremojado, preferentemente inferior al periodo de prerremojado, más preferentemente inferior al 90 % del periodo de prerremojado, incluso más preferentemente inferior al 80 % del periodo de prerremojado, aún incluso más preferentemente inferior al 60 % del periodo de prerremojado, aún incluso más preferentemente inferior al 50 % del periodo de prerremojado, siendo un periodo inferior al 40 % del periodo de prerremojado el valor más preferente. En una realización, el periodo de exposición al vacío puede ser superior al periodo de prerremojado, como puede suceder en el caso en el que la exposición de biomasa lignocelulósica a la condición de vacío se inicie antes de comenzar el tratamiento de prerremojado, o en el caso en el que la exposición de la biomasa lignocelulósica a la condición de vacío cese después de finalizar el tratamiento de prerremojado.

20 La condición de vacío es inferior a la presión atmosférica que es una presión absoluta medida en milibares(mbar) inferior a 1013,25 milibares, y puede seleccionarse del grupo que consiste en 950, 900, 850, 800, 700, 600, 500, 400, 300, 250, 200, 150, 100, 50, 30, 20, 10, 5 y 0,5 mbar.

25 La etapa de prerremojado se realiza en presencia de un líquido que es el líquido de prerremojado. Después del remojo, este líquido ha eliminado preferentemente menos del 5 % en peso de los azúcares totales de la materia prima, más preferentemente menos del 2,5 % en peso de los azúcares totales de la materia prima, siendo lo más preferente menos del 1 % en peso de los azúcares totales de la materia prima.

30 Esta etapa de prerremojado es útil como modificación de la etapa de remojo de una etapa de pretratamiento de biomasa. En el remojo (no el prerremojado) de las etapas de pretratamiento de biomasa, el líquido sometido a remojo que se ha separado de los sólidos sometidos a remojo tendrá preferentemente componentes que tapan el filtro reducidos, de modo que el líquido sometido a remojo pueda nanofiltrarse fácilmente. Una propiedad del líquido sometido a remojo es que debería tener un flujo instantáneo superior a 7 l/h-m<sup>2</sup>, en el que el flujo instantáneo es el flujo cuando se han pasado 72 l de una parte alícuota de 190 l de la al menos una porción del líquido sometido a remojo a través de una membrana de nanofiltración espiral conforme a las especificaciones que indican que la membrana es una película fina de material compuesto de tipo poliamida sobre poliéster, tiene un rechazo de sulfato de magnesio superior o igual al 98 % cuando se mide sobre 2000 ppm de sulfato de magnesio en agua a 9 bares y 25 °C y que tiene un diámetro exterior de 64,0 a 65,0 mm, una longitud de 432 mm y un diámetro interno de 21 mm, teniendo la membrana un flujo transversal de 1,3-1,8 m<sup>3</sup>/h con una caída de presión máxima de 0,6 bares a 1 cP y un área de membrana de diseño de 0,7 m<sup>2</sup>.

40 Aunque tener un flujo instantáneo superior a 7 es preferentemente, el flujo instantáneo, según el procedimiento descrito, puede ser superior al valor seleccionado de un grupo que consiste en 7, 8, 9, 10 y 15.

Cuando se empareja con la etapa de nanofiltración, la temperatura de prerremojado puede expandirse al intervalo de 10 °C a 150 °C, 25 °C a 150 °C incluso más preferentemente, siendo de 25 °C a 145 °C incluso más preferentemente y siendo de 25 °C a 100 °C y de 25 °C a 90 °C también intervalos preferentes.

#### 45 Experimentos

Se presenta una comparación entre tres experimentos.

La materia prima es paja de trigo y Arundo Donax.

Las composiciones se clasifican en térmicos de componentes solubles en agua (WS) y componentes insolubles en agua (WIS), presentándose la descomposición individual en la tabla 1: Listado de componentes

Tabla 1: Listado de componentes

Componentes solubles en agua (WS)	
azúcares solubles	azúcares monoméricos (xilosa, glucosa) y azúcares oligoméricos (xilooligómeros, glucooligómeros)
componentes solubles conocidos	ácido acético, hidroximetilfurfural (HMF), furfural, sales, cenizas
componentes solubles desconocidos	Componentes solubles en agua diferentes de azúcares solubles y componentes solubles conocidos
Componentes insolubles en agua (WIS)	
azúcares insolubles	glucanos, xilanos
componentes insolubles conocidos	grupos acetilo insolubles
componentes insolubles desconocidos	todos los componentes insolubles diferentes de azúcares insolubles y de componentes insolubles conocidos

Los componentes WS se clasifican como azúcares solubles, componentes solubles conocidos y componentes solubles desconocidos.

5 Azúcares solubles significa glucosa, xilosa, glucooligómeros, xilooligómeros.

Componentes solubles conocidos significa componentes del lista siguiente: ácido acético, hidroximetilfurfural (HMF), furfural, sales y cenizas.

Componentes solubles desconocidos significa todos los componentes solubles diferentes de azúcares y componentes solubles conocidos.

10 Los componentes WIS se clasifican como azúcares insolubles, componentes insolubles conocidos y componentes insolubles desconocidos.

Azúcares insolubles significa glucanos y xilanos.

Componentes insolubles conocidos significa grupos acetilo insolubles.

15 Componentes insolubles desconocidos significa todos los componentes insolubles diferentes de azúcares insolubles y componentes insolubles conocidos.

Las mediciones analíticas se realizaron según los patrones NREL siguientes Procedimiento analítico NREL

Determinación de carbohidratos estructurales y lignina en biomasa

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 25/4/2008

Informe técnico NREL/TP-510-42618 revisado en abril de 2008

20 Determinación de productos extractivos en biomasa

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 17/7/2005

Informe técnico NREL/TP-510-42619 enero de 2008

Preparación de muestras para el análisis de composición

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 28/9/2005

25 Informe técnico NREL/TP-510-42620 enero de 2008

Determinación de sólidos totales en biomasa y sólidos totales disueltos en muestras de proceso de líquidos

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 31/3/2008

Informe técnico NREL/TP-510-42621 revisado en marzo de 2008

Determinación de cenizas en biomasa

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 17/7/2005

Informe técnico NREL/TP-510-42622 enero de 2008

5 Determinación de azúcares, subproductos y productos de degradación en muestras de proceso de fracción líquida

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 08/12/2006

Informe técnico NREL/TP-510-42623 enero de 2008

Determinación de sólidos insolubles en material de biomasa pretratado

Procedimiento analítico de laboratorio (LAP) Fecha de presentación: 21/03/2008

10 NREL/TP-510-42627 marzo 2008

Experimento 1 (control)

15 Una cantidad de 23 kg de paja de trigo en base seca se introdujo en un reactor en continuo y se sometió a tratamiento de remojo a una temperatura de 155 °C durante 65 minutos. La mezcla sometida a remojo se separó en un líquido sometido a remojo y una fracción que contenía la materia prima sometida a remojo sólida por medio de una prensa. La fracción que contenía la materia prima sometida a remojo sólida se sometió a explosión de vapor a una temperatura de 190 °C durante un periodo de 4 minutos.

Los productos sometidos a explosión de vapor se separaron en un líquido sometido a explosión de vapor y un sólido sometido a explosión de vapor.

Experimento 2

20 Una cantidad de 22 kg de paja de trigo en base seca se introdujo en un reactor en continuo con agua con una relación 1:3 y se sometió a tratamiento de prerremojo a una temperatura de 130 °C durante 30 minutos.

Después del prerremojo, se separó un líquido sometido a prerremojo de la materia prima sometida a prerremojo por medio de una prensa.

25 La materia prima sometida a prerremojo se sometió a tratamientos de remojo y de explosión de vapor tal como se ha descrito en el experimento 1.

Experimento 3

Una cantidad de 22 kg de paja de trigo en base seca se introdujo en un reactor en lotes con agua en una relación 1:16 y se sometió a tratamiento de prerremojo a una temperatura de 65 °C durante 3 horas. La mezcla se agitó en continuo durante el prerremojo.

30 Después del prerremojo, se separó un líquido sometido a prerremojo de la materia prima sometida a prerremojo por medio de una prensa.

La materia prima sometida a prerremojo se sometió a tratamientos de remojo y de explosión de vapor tal como se ha descrito en el experimento 1.

Resultados

35 La tabla 2 es las composiciones de materia prima (biomasa lignocelulósica, por ejemplo paja de trigo) del experimento 1, materia prima, líquido sometido a prerremojo y materia prima sometida a prerremojo de los experimentos 2 y 3.

ES 2 518 218 T3

	Experimento 1 (control)	Experimento 2				Experimento 3		
	Materia prima	Materia prima	Materia prima sometida a prerremojó	Líquido sometido a prerremojó	Componentes volátiles	Materia prima	Materia prima sometida a prerremojó	Líquido sometido a prerremojó
WS (kg)	1,75	1,45	1,17	0,32	0,68	1,63	0,28	2,46
Azúcares solubles (kg)	0,07	0,12	0,05	0,08	0,00	0,12	0,00	0,11
Componentes solubles conocidos (kg)	0,16	0,08	0,07	0,04	0,00	0,87	0,28	1,30
Componentes solubles desconocidos (kg)	1,52	1,24	1,06	0,21	0,68	0,64	0,00	1,05
WIS (kg)	21,25	20,55	19,83	0,00	0,00	20,33	19,27	0,00
Azúcares insolubles (kg)	12,32	13,1	13,2	0,00	0,00	13,5	13,5	0,00
Componentes insolubles conocidos (kg)	0,36	0,4	0,3	0,00	0,00	0,5	0,5	0,00
Componentes insolubles desconocidos (kg)	8,63	7,06	6,26	0,00	0,00	6,34	5,35	0,00
Contenido líquido sometido a prerremojó								
Porcentaje en peso de componentes retirados de la materia prima				4,5 %				11,2 %
Peso de azúcares retirados con respecto al peso de la materia prima seca				0,3 %				0,5 %
Peso de compuestos solubles retirados con respecto al peso de la materia prima seca				0,2 %				5,9 %
Peso de compuestos solubles desconocidos retirados con respecto al peso de la materia prima seca				0,9 %				4,8 %
Peso de compuestos volátiles retirados con respecto al peso de la materia prima seca				3,1 %				0,0 %
Peso de azúcares retirados con respecto al peso de azúcares en la materia prima				0,6 %				0,8 %

La tabla 2 contiene también el porcentaje de contenido en líquido sometido a prerremojó con respecto al peso de materia prima de azúcares, otros componentes, componentes desconocidos y componentes volátiles. La tabla 2 contiene también el porcentaje de contenido de azúcares en líquido sometido a prerremojó con respecto a la cantidad de azúcares en la materia prima.

5

El prerremojó del experimento 2 y el experimento 3 elimina el 4,5 % y el 11,2 % en peso de peso total de materias primas. En el experimento 2, realizado a una temperatura superior a la del experimento 3, también estaban

presentes componentes volátiles de 0,68 kg de producto desconocido. El experimento 2 elimina el 0,3 % del peso de azúcares contenidos en la materia prima, que corresponde al 0,6 % del peso de azúcares contenidos en la materia prima. El experimento 3 elimina el 0,5 % del peso de azúcares contenidos en la materia prima, que corresponde al 0,8 % del peso de azúcares contenidos en la materia prima.

- 5 La tabla 3 contiene la composición de líquido sometido a remojo después de la etapa de remojo de los experimentos 1 a 3, incluido el porcentaje de contenido en base seca de componentes solubles conocidos, componentes solubles desconocidos, componentes insolubles, ácido acético, azúcares monoméricos y azúcares oligoméricos. El ácido acético se insertó en la tabla en forma separada de los componentes solubles conocidos.

Tabla 3: Composición de líquido de remojo

	Experimento 1 (control)	Experimento 2	Experimento 3
Componentes solubles conocidos	11,85 %	11,40 %	5,07 %
Componentes solubles desconocidos	31,86 %	25,11 %	21,79 %
Componentes insolubles	3,02 %	5,90 %	2,30 %
Ácido acético	4,84 %	5,20 %	3,54 %
Azúcares monoméricos	5,91 %	4,01 %	3,13 %
Azúcares oligoméricos	42,51 %	48,38 %	64,17 %

10

La figura 2 contiene un gráfico de barras de la composición líquida sometida a remojo de los experimentos 1 a 3.

La tabla 4 contiene la composición de sólidos sometidos a explosión de vapor de los experimentos 1 a 3, incluido el porcentaje de contenido en base seca de componentes solubles conocidos, componentes solubles desconocidos, azúcares monoméricos y azúcares oligoméricos y azúcares insolubles.

- 15 Tabla 4: Composición de sólidos sometidos a explosión de vapor

	Experimento 1 (control)	Experimento 2	Experimento 3
Componentes solubles conocidos	4,60 %	3,53 %	4,43 %
Componentes solubles desconocidos	37,10 %	30,33 %	27,95 %
Azúcares monoméricos	0,47 %	0,50 %	0,81 %
Azúcares oligoméricos	5,19 %	7,44 %	10,40 %
Azúcares insolubles	52,63 %	58,19 %	56,41 %

La figura 3 contiene un gráfico de barras de la composición sólida sometida a explosión de vapor de los experimentos 1 a 3.

#### Experimento 4

- 20 El experimento 4 se realizó para evaluar la filtrabilidad de líquidos sometidos a remojo producidos en los experimentos 1 a 3.

Los líquidos sometidos a remojo se sometieron a una etapa de separación previa preliminar para eliminar sólidos, por medio de centrifugación y macrofiltración (filtro de bolsa con un tamaño de filtro de 1 micrómetro). La centrifugación se realizó por medio de una centrifugadora Alfa Laval CLARA 80 a 8000 rpm.

- 25 Los líquidos separados se sometieron a nanofiltración por medio de un equipo Alfa Laval de 2,5" (6,35 cm) (código de membrana NF99 2517/48), según el procedimiento siguiente.

- 30 La estabilidad de flujo de permeado se analizó mediante purga con agua desmineralizada a temperatura ambiente (25 °C) y 4 bar. Se midió la velocidad de flujo del permeado. Se introdujo una cantidad de 192 litros de líquido sometido a remojo en el tanque de alimentación. Antes del ensayo, el sistema se purgó durante 5 minutos, sin presión, para retirar el agua.

El sistema se ajustó a las condiciones de operación (presión: 25-30 bares, temperatura: 30 – 35 °C).

El vapor del retenido se recicló al tanque de alimentación y el vapor de permeado se descargó.

El ensayo se realizó hasta que el volumen de líquido en el tanque de alimentación se redujo hasta el 62,5 % del volumen de líquido sometido a remojo inicial, que corresponde a 72 litros de permeado y 120 litros de retenido.

Se recogieron el permeado y el retenido nanofiltrados.

- 5 La figura 4 contiene el gráfico de flujo instantáneo del permeado de líquidos sometidos a remojo sometidos a separación previa a lo largo del sistema de nanofiltración como función del tiempo. Los líquidos sometidos a remojo procedentes de las materias primas sometidas a prerremojos de los experimentos 2 y 3 tienen un flujo instantáneo superior al líquido sometido a remojo del experimento 1 y el tiempo necesario para la filtración de un volumen específico se reduce.
- 10 La figura 5 contiene el gráfico de flujo instantáneo del permeado de líquidos sometidos a remojo y a separación previa a lo largo del sistema de nanofiltración en función del volumen de permeado generado. Los líquidos sometidos a remojo procedentes de las materias primas sometidas a prerremojos de los experimentos 2 y 3 tienen un flujo instantáneo superior al líquido sometido a remojo del experimento 1 y el tiempo necesario para la filtración de un volumen específico se reduce.
- 15 Los experimentos indican que introduciendo un prerremojos es posible filtrar una determinada cantidad de líquido en un periodo más corto obteniendo un flujo más elevado. Como consecuencia, la complejidad y el coste del sistema de filtración necesario en una aplicación industrial se reducen considerablemente.

#### Experimento 4

- 20 Una cantidad de 2 kg de Arundo Donax en base seca se introdujo en un reactor (Rotavapor) al vacío el lote con agua con una relación 1:6 y se sometió a un tratamiento de prerremojos a la temperatura de 50 °C durante 30 minutos a una presión de 1 bar. La mezcla se agitó en continuo durante el prerremojos.

La misma cantidad de Arundo Donax se sometió a tratamiento de prerremojos en las mismas condiciones, pero exponiéndola a un vacío 0,25 bares.

- 25 Después del prerremojos, se separó un líquido sometido a prerremojos de la materia prima sometida a prerremojos por medio de una prensa.

Los líquidos sometidos a prerremojos contenían cantidades insignificantes de azúcares en ambos casos.

- 30 El porcentaje en peso de componentes totales y productos extractivos eliminados de la materia prima aumenta significativamente en el caso de prerremojos al vacío, tal como se informa en la figura 6. El experimento demuestra que exponiendo la materia prima al vacío durante el tratamiento de prerremojos se aumenta la eliminación de componentes no deseados, sin afectar a la eliminación de azúcares.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para el tratamiento de biomasa lignocelulósica que comprende las etapas de
  - A) Introducir una corriente de líquido que comprende agua y una corriente de alimentación que comprende sólidos de biomasa lignocelulósica que comprenden celulosa, azúcares, en un recipiente de prerremojado,
  - 5 B) Someter a prerremojado la corriente de alimentación con la corriente de líquido a una temperatura en el intervalo superior a 100 °C hasta 150 °C,
  - C) Separar al menos una porción de corriente de líquido de los sólidos para crear una primera corriente producto de sólidos y una corriente producto de líquido sometido a prerremojado, y
  - D) Someter a remojo la primera corriente de sólidos según
    - 10 1) Someter a remojo la corriente producto de sólido en vapor o agua líquida o una mezcla de los mismos en el intervalo de temperatura de 100 °C hasta 210 °C durante 1 minuto hasta 24 horas para crear una segunda biomasa sometida a remojo que contiene un contenido seco y un líquido sometido a remojo;
    - 15 2) Separar al menos una porción del líquido sometido a remojo de la segunda biomasa sometida a remojo para crear una corriente de líquido sometido a remojo y una corriente de sólido sometido a remojo, en el que la segunda corriente de sólido comprende la segunda biomasa sometida a remojo.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que el peso de azúcares en la corriente de líquido sometido a prerremojado con respecto al peso de los azúcares totales de la biomasa lignocelulósica en la corriente de alimentación es inferior a un valor seleccionado del grupo que consiste en el 5 % en peso, el 2,5 % en peso y el 1 % en peso.
- 20 3. El procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, en el que el prerremojado se realiza durante un periodo inferior a 48 horas.
4. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la relación en peso de la corriente de líquido y la corriente de alimentación es inferior a la relación seleccionada del grupo que consiste en 4:1, 6:1, 10:1, 15:1 y 20:1.
- 25 5. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la corriente de líquido sometido a remojo se filtra mediante nanofiltración.
6. El procedimiento según la reivindicación 5, en el que al menos una porción del líquido sometido a remojo tiene un flujo instantáneo superior a 7 l/h-m<sup>2</sup>, en el que el flujo instantáneo es el flujo cuando se han pasado 72 l de una alícuota de 190 l de la al menos una porción del líquido sometido a remojo a través de una membrana de nanofiltración espiral conforme a las especificaciones de que la membrana es una película fina de material compuesto de tipo poliamida sobre poliéster, tiene un rechazo de sulfato de magnesio superior o igual al 98 % cuando se mide sobre 2000 ppm de sulfato de magnesio en agua a 9 bares y 25 °C y que tiene un diámetro exterior de 64,0 a 65,0 mm, una longitud de 432 mm y un diámetro interno de 21 mm, teniendo la membrana un flujo transversal de 1,3-1,8 m<sup>3</sup>/h con una caída de presión máxima de 0,6 bares a 1 cP y un área de membrana de diseño de 0,7 m<sup>2</sup>.
- 30 35 7. El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 6, en el que la separación de al menos una porción del ácido acético se realiza mediante nanofiltración.

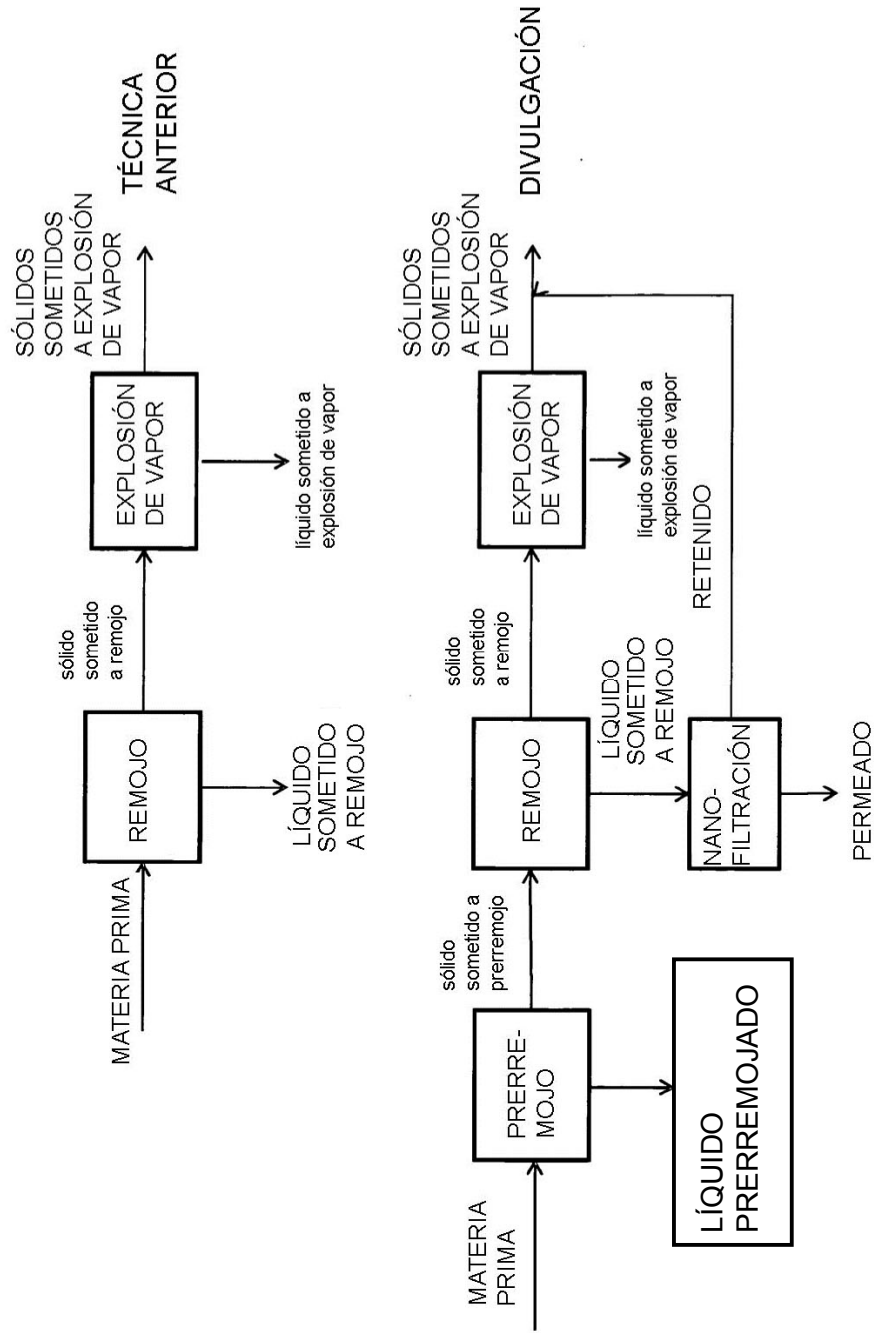


FIGURA 1



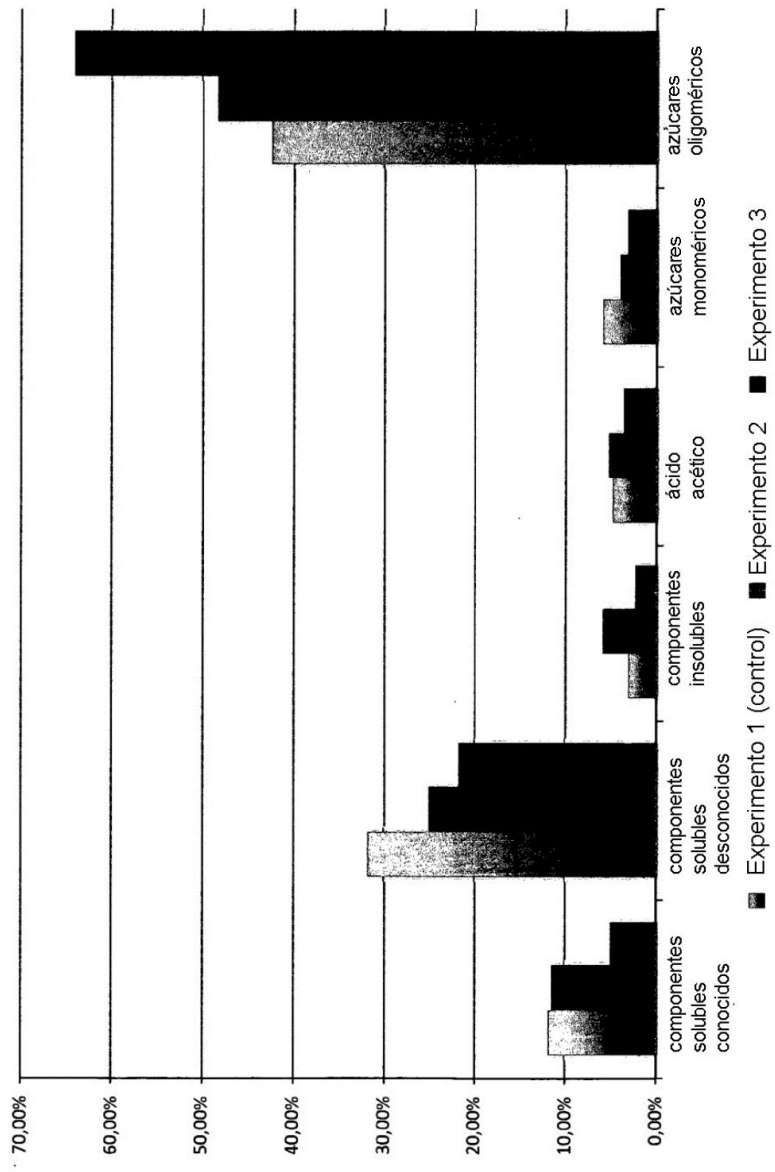


FIGURA 2

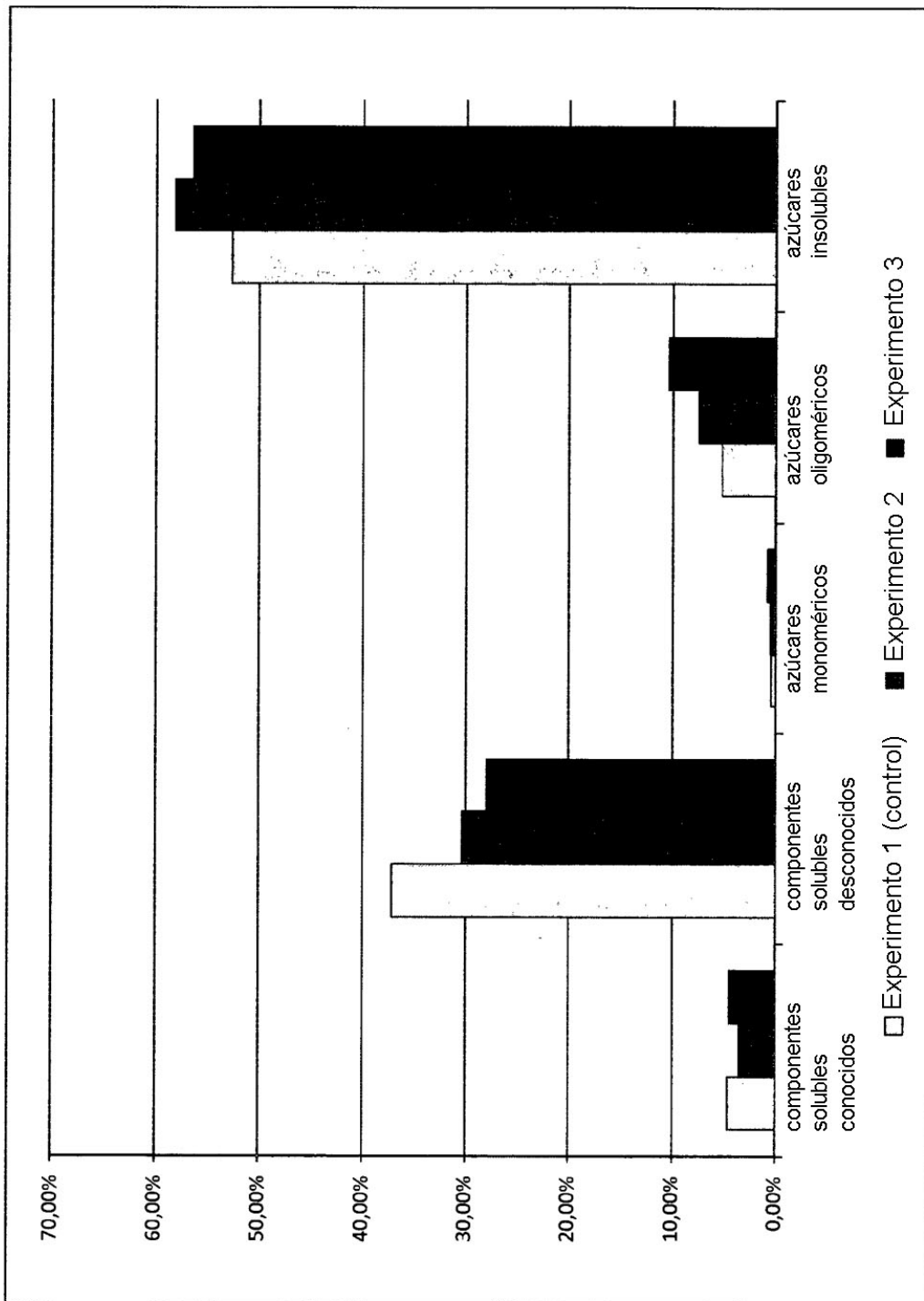


FIGURA 3

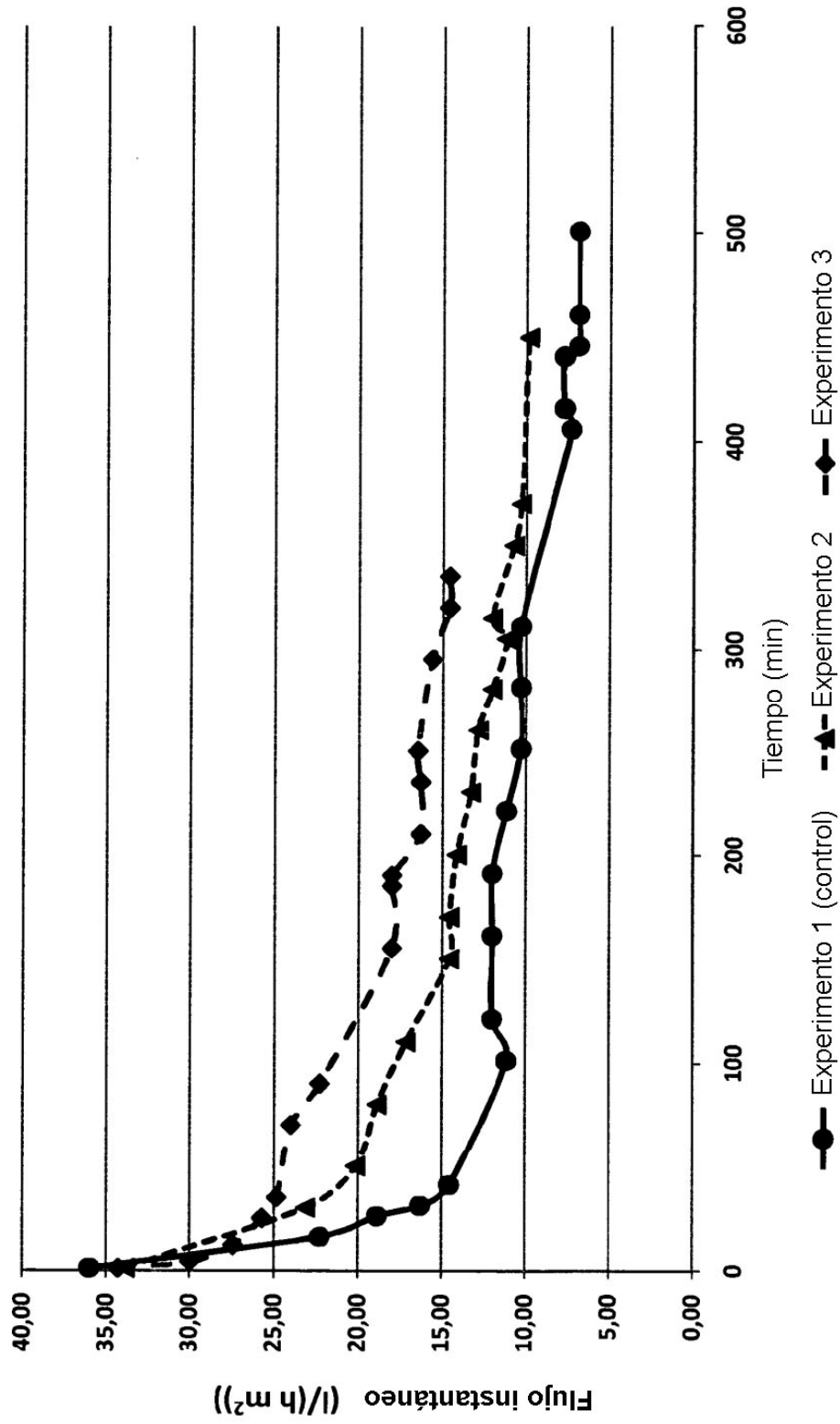


FIGURA 4

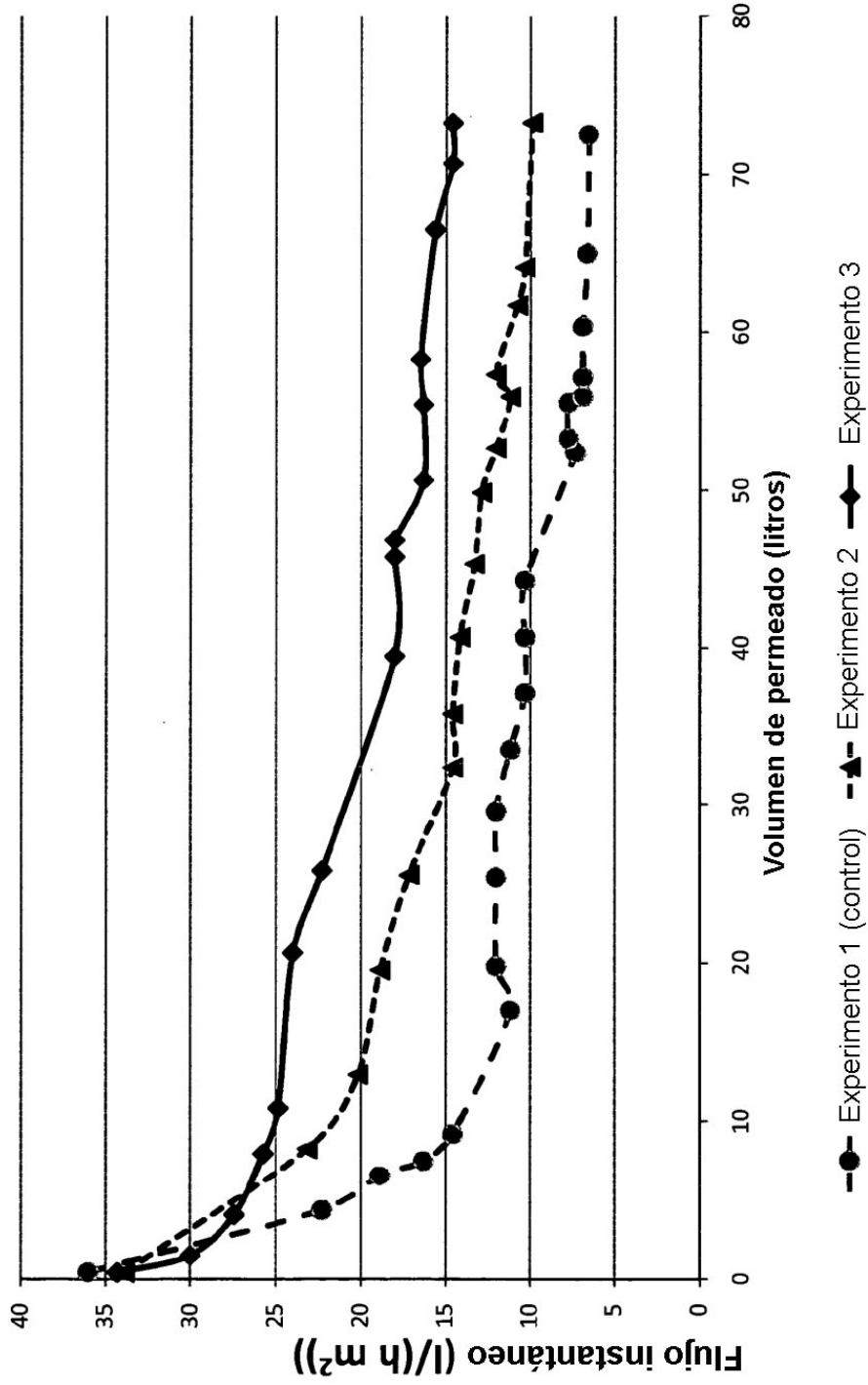


FIGURA 5

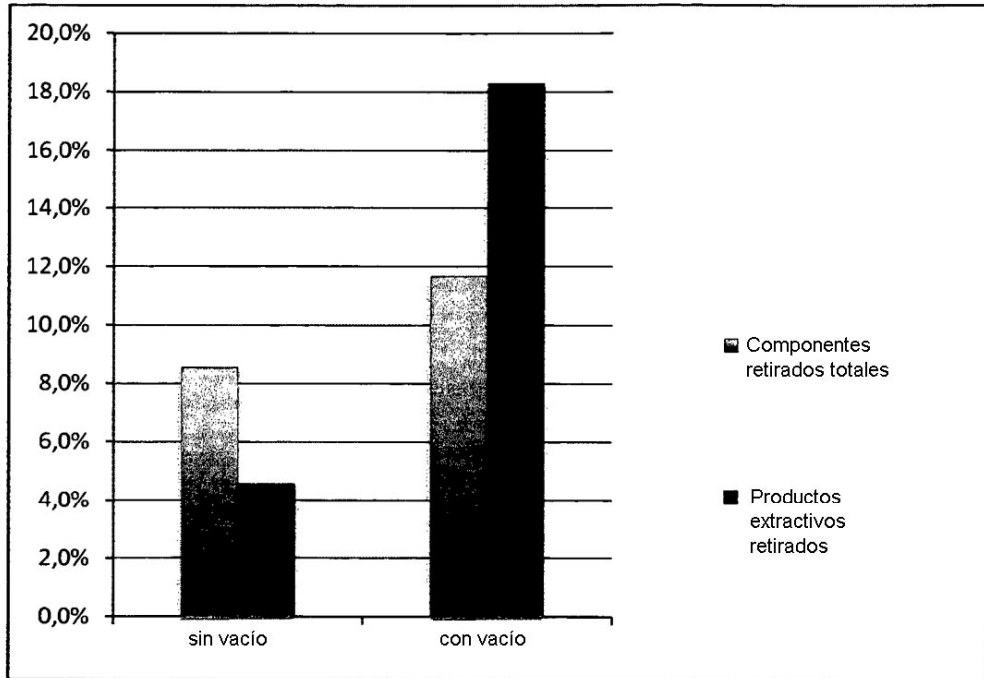


FIGURA 6