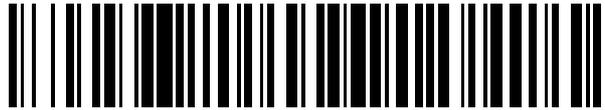


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 441**

51 Int. Cl.:

C13B 30/02 (2011.01)

B01D 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **19.03.2012 E 12711986 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.05.2015 EP 2689039**

54 Título: **Procedimiento de cristalización de un compuesto soluble en agua**

30 Prioridad:

22.03.2011 NL 2006447

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

19.08.2015

73 Titular/es:

**WAGENINGEN UNIVERSITEIT (100.0%)
Droevendaalsesteeg 4
6708 PB Wageningen, NL**

72 Inventor/es:

**SANDERS, JOHAN PIETER MARINUS;
BRUINS, MARIEKE ELISABETH y
VAN BON, JEROEN JOHANNES CORNELIS
FRANCISCUS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 543 441 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 cristalización de un compuesto soluble en agua

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de cristalización de un compuesto soluble en agua a partir de una solución y a un procedimiento de fabricación de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa o jugo de palma de azúcar, comprendiendo el procedimiento dicho procedimiento de cristalización.

Antecedentes de la invención

10 Los procedimientos de cristalización de compuestos solubles en agua a partir de una solución acuosa consumen energía y capital. Un ejemplo de procedimiento en el que dicha cristalización juega un papel importante es el procedimiento de producción de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa, tal como por ejemplo remolacha azucarera incluyendo remolacha tropical y caña de azúcar y a partir de jugo de palma de azúcar.

15 En el procedimiento convencional de fabricación de sacarosa cristalina a partir de remolacha azucarera, se somete a extracción la sacarosa a partir de tiras de remolacha trituradas con agua en un extractor que se denomina comúnmente difusor. El líquido que contiene sacarosa que abandona el difusor se conoce como jugo de materia prima y se somete a un procedimiento de carbonatación con el fin de retirar las impurezas que pudieran frustrar el procedimiento de cristalización. Ejemplos de dichas impurezas son aniones multivalentes (por ejemplo, sulfato, fosfato, citrato y oxalato), proteínas, amino ácidos, saponinas, pectinas y monosacáridos tales como glucosa o fructosa. El denominado jugo fino que se obtiene tras la carbonatación se evapora para obtener un jugo espeso con un contenido de sacarosa de aproximadamente un 60 %. Se alimenta el jugo espeso a un cristizador en el que se siembra con cristales de sacarosa finos y posteriormente se concentra a vacío para formar sacarosa cristalizada. Se retirar el líquido a partir de los cristales de sacarosa formados por medio de centrifugación.

Se optimiza el procedimiento convencional para dar lugar a sacarosa cristalina a partir de la biomasa.

25 Las desventajas del procedimiento convencional son que el procedimiento es altamente consumidor de energía y capital y que supone un coste elevado de transporte de la remolacha voluminosa hasta el punto de producción de sacarosa. Además, el procedimiento convencional va destinado a la optimización del rendimiento de sacarosa cristalina, un producto que actualmente se enfrenta a precios de comercialización reducidos.

El documento GB 1 268 563 A divulga un procedimiento para la producción continua, a partir de una suspensión acuosa de sacarosa, de sacarosa cristalina que tiene un intervalo de tamaño de partícula predeterminado.

30 El documento EP 0 156 596 A2 divulga un procedimiento para la cristalización de sacarosa o glucosa a partir de un jarabe de azúcar super saturado.

El documento WO 2009/049391 A1 divulga un procedimiento para la cristalización de azúcar por medio de enfriamiento controlado.

Sumario de la invención

35 Ahora se ha encontrado que los compuestos solubles en agua se pueden cristalizar en un procedimiento que consume menos energía por medio del uso de una etapa de cristalización, en el que, en un recipiente de cristalización, se proporciona una solución de compuesto soluble en agua en una mezcla de agua y un disolvente que es miscible con agua. Se escoge un disolvente de forma que la solubilidad del compuesto soluble en agua sea menor en el disolvente que en agua. Posteriormente, se aumenta la concentración de disolvente en la mezcla con el fin de permitir la cristalización del compuesto soluble en agua y precipitar la mezcla líquida. Se aumenta la concentración de disolvente haciendo pasar la fase de vapor de la mezcla de agua-disolvente sobre un sorbente que selectivamente adsorbe agua para obtener una fase de vapor desprovista de agua y enriquecida en un disolvente ya sea por medio de reciclaje de al menos una parte de la fase de vapor desprovista de agua al recipiente de cristalización, o ya sea por medio de extracción de dicha fase de vapor a partir del procedimiento y adición de un disolvente a partir de una fuente externa al recipiente de cristalización.

45 Por consiguiente, la presente invención se refiere a un procedimiento de cristalización de un compuesto soluble en agua a partir de una solución que comprende las siguientes etapas:

- 50 a) proporcionar, en un recipiente de cristalización, una solución de un compuesto soluble en agua en una mezcla de agua y un disolvente en la que el compuesto soluble en agua tiene una solubilidad menor que en agua;
- b) hacer pasar una fase de vapor de la mezcla a través de una zona de sorción que contiene un sorbente de vapor de agua para adsorber agua de forma selectiva a partir de la fase de vapor para obtener una fase de vapor desprovista de agua y enriquecida en el disolvente y el sorbente de vapor de agua saturado en agua;
- c) enriquecer la mezcla en el recipiente de cristalización en el disolvente por medio de reciclaje de al menos una parte de la fase de vapor desprovista de agua y enriquecida en el disolvente al recipiente de cristalización o extraer la fase de vapor desprovista de agua a partir del procedimiento y adición de disolvente a partir de una

fuente externa al recipiente de cristalización;

d) dejar que los cristales sólidos de compuesto soluble en agua precipiten a partir de la solución en el recipiente de cristalización a una temperatura de cristalización; y

5 e) descargar los cristales sólidos precipitados del compuesto soluble en agua a partir del recipiente de cristalización y descargar una solución de compuestos soluble en agua no cristalizado en la mezcla de agua-disolvente a partir del recipiente de cristalización.

10 El procedimiento de cristalización de acuerdo con la invención es particularmente apropiado para su uso en un procedimiento para la fabricación de sacarosa a partir de jugo de palma de azúcar o a partir de biomasa que contiene sacarosa, en el que el disolvente soluble en agua es un alcohol que tiene de uno a cuatro átomos de carbono.

15 Por consiguiente, la invención además se refiere a la fabricación de sacarosa cristalina a partir de jugo de palma de azúcar que comprende el procedimiento de cristalización que se ha definido anteriormente, en el que la solución de sacarosa de la mezcla de agua y alcohol en el recipiente de cristalización se proporciona (etapa a) por medio de dilución del jugo de palma de azúcar con alcohol o con agua y alcohol y proporcionando el jugo diluido al recipiente de cristalización.

En otro aspecto adicional, la invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa que comprende el procedimiento de cristalización que se ha definido anteriormente, en el que se proporciona la solución de sacarosa de la mezcla de agua y alcohol en el recipiente de cristalización (etapa a) por medio de:

20 a1) extracción de la biomasa que contiene sacarosa triturada con un líquido acuoso seleccionado entre agua o una mezcla de agua y alcohol para obtener una solución de sacarosa en el líquido acuoso y biomasa extraída sólida que comprende la sacarosa restante;

a2) separación de la solución de sacarosa de la biomasa extraída sólida; y

25 a3) suministro de la solución al recipiente de cristalización o, en el caso de que el líquido acuoso sea agua, suministro tanto de la solución como de una corriente de alcohol al recipiente de cristalización.

30 Una ventaja del procedimiento para la fabricación de sacarosa cristalina de acuerdo con la invención es que el alcohol es un denominado anti-disolvente para la sacarosa y, de este modo, favorece la cristalización de la sacarosa. Otras ventajas son que el disolvente actúa como agente anti-espumante y como desinfectante en el recipiente de cristalización. Otra ventaja de la presencia del alcohol durante la etapa de cristalización de sacarosa y de la presencia de un disolvente en la etapa de cristalización de cualquier compuesto soluble en agua incluyendo sacarosa, es que la viscosidad de la mezcla en el recipiente de cristalización sigue siendo suficientemente baja, también a una concentración relativamente elevada de compuesto soluble en agua. Además, se puede extraer parcialmente las impurezas, tales como compuestos que tienen como resultado un coloreado no deseado, en el disolvente.

35 Si se usa etanol o 1-butanol como disolvente en el procedimiento de cristalización de acuerdo con la invención, el procedimiento resulta particularmente apropiado para su uso en un procedimiento para la fabricación por un lado de sacarosa y por otro, de etanol o 1-butanol a partir de biomasa que contiene sacarosa o jugo de palma de azúcar. En dicho procedimiento, se produce etanol o 1-butanol por medio de fermentación de la sacarosa no cristalizada restante y/o de los compuestos orgánicos de la biomasa. De manera ventajosa, parte del alcohol producido por medio de dicha fermentación se puede usar como disolvente.

40 Se pueden obtener otras ventajas en el procedimiento de fabricación de la sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa de acuerdo con la invención si se fermenta de forma anaerobia el residuo de la biomasa, es decir, a partir de palma de azúcar o de biomasa objeto de extracción, tal como hojas y partículas pequeñas y/o corrientes residuales a partir de una etapa de fermentación de etanol o 1-butanol, para producir biogás. El biogás, a su vez, se puede usar para introducirlo como combustible con el fin de generar energía y calor. El calor producido de este modo se puede usar de manera apropiada para regenerar el sorbente de vapor de agua saturada. Se obtienen ventajas de integración adicionales por medio del uso de vapor obtenido en la regeneración del sorbente de vapor de agua para separar o destilar el alcohol a partir del caldo de fermentación y/o para calentar el recipiente de cristalización hasta la temperatura de cristalización.

45 De este modo, la invención proporciona un procedimiento altamente integrado cuyo consumo de energía y capital es mucho menor que el del procedimiento convencional para la fabricación de sacarosa a partir de biomasa que contiene sacarosa. Debido a la menor intensidad de consumo de energía y capital, el procedimiento resulta particularmente apropiado para llevarse a cabo a pequeña escala y, de este modo, se puede llevar a cabo en un punto próximo a los campos en los cuales se recolectan los cultivos de azúcar, dando como resultado unos costes de transporte más bajos.

50 El rendimiento de la sacarosa cristalina obtenida en el procedimiento de acuerdo con la invención es menor que el rendimiento de la sacarosa cristalina del procedimiento convencional para la fabricación de sacarosa a partir de remolacha azucarera. Esta desventaja, no obstante, se supera con creces por medio de las ventajas anteriormente

mencionadas del procedimiento, sin duda a la vista de la tendencia a precios mínimos garantizados para el azúcar cristalino por parte de la Unión Europea. Además, existen descargas atractivas de otros productos que se pueden producir por medio del procedimiento de acuerdo con la invención, tal como etanol o 1-butanol, corrientes que comprenden sacarosa no cristalizada u otros compuestos orgánicos y biogás.

5 **Sumario del dibujo**

En la Figura se muestra esquemáticamente un procedimiento para producir sacarosa y etanol a partir de remolacha azucarera de acuerdo con la invención.

Descripción detallada de la invención

10 En el procedimiento de cristalización de acuerdo con la invención, se proporciona una solución de compuesto soluble en agua en una mezcla de agua y un disolvente en la que el compuesto soluble en agua tiene una solubilidad menor que en agua, a un recipiente de cristalización.

15 El compuesto soluble en agua puede ser cualquier compuesto soluble en agua que pueda formar cristales. Los ejemplos de compuestos solubles en agua apropiados son sacáridos que tienen hasta cinco unidades de monosa. Los sacáridos que tienen una o dos unidades de monosa, por ejemplo glucosa, lactosa o sacarosa, son compuestos solubles en agua preferidos. La sacarosa es un compuesto soluble en agua particularmente preferido.

20 El disolvente puede ser cualquier disolvente que pueda formar una mezcla con agua, es decir, un disolvente que sea miscible con agua en las condiciones que prevalecen en el recipiente de cristalización, y en el que el compuesto soluble en agua a cristalizar tiene una solubilidad menor que en agua. Los disolventes apropiados incluyen alcoholes miscibles en agua con uno a cuatro átomos de carbono, tales como metanol, etanol, 1-propanol, 2-propanol, 1-butanol, 2-butanol, isobutanol o terc-butanol, mezclas de dos o más de dichos alcoholes; acetonitrilo y piridina. Se aprecia que el disolvente apropiado que se usa depende entre otros del compuesto objeto de cristalización. Preferentemente, el disolvente es un alcohol con uno a cuatro átomos de carbono o una mezcla de dos o más de dichos alcoholes, más preferentemente el disolvente es etanol o 1-butanol. El disolvente puede comprender un compuesto individual o puede ser una mezcla de compuestos. En el caso de que el disolvente sea una mezcla de
25 compuestos, el compuesto soluble en agua objeto de cristalización tiene una solubilidad en el disolvente como un todo, es decir, en la mezcla de compuestos, menor que en agua.

30 Preferentemente, el disolvente tiene un punto de ebullición en el intervalo de ebullición que se encuentra próximo al punto de ebullición de agua con el fin de permitir la formación de una fase de vapor que comprende agua y disolvente para pasar a través de la zona de sorción de vapor de agua en la etapa b). Preferentemente, el punto de ebullición está dentro de 50 °C a partir del punto de ebullición de agua, más preferentemente dentro de 40 °C, incluso más preferentemente dentro de 25 °C.

35 En el caso de sacarosa como compuesto soluble en agua, preferentemente el disolvente es un alcohol que se puede preparar a partir de la fermentación de la propia sacarosa o a partir de biomasa de la cual se extrae la sacarosa. Ejemplos de dichos alcoholes son etanol y 1-butanol. Etanol es un disolvente particularmente preferido en caso de que el compuesto soluble en agua objeto de cristalización sea sacarosa.

40 Se mantiene la mezcla en el recipiente de cristalización a una temperatura de cristalización. La temperatura de cristalización es la temperatura a la cual se forma la fase de vapor de la mezcla por encima de la fase líquida de la mezcla. Al menos una parte de la fase de vapor se hace pasar a través de la zona de sorción que contiene un sorbente de vapor de agua para adsorber, de forma selectiva, agua a partir de la fase de vapor. De este modo, se obtiene el disolvente y el sorbente de vapor de agua se satura con agua. De este modo, el sorbente de vapor agua saturado en agua obtenido se puede regenerar por medio de técnicas conocidas en la técnica. Preferentemente, el sorbente de vapor agua saturado en agua se regenera por medio de calentamiento del mismo, normalmente a una temperatura dentro del intervalo de 130 a 400 °C.

45 En la etapa c) del procedimiento, la mezcla de agua-disolvente del recipiente de cristalización está enriquecida en un disolvente, normalmente por medio de reciclaje de al menos una parte de la fase de vapor desprovista de agua que se forma en la zona de sorción en la etapa b) hasta el recipiente de cristalización. Alternativamente, se extrae la fase de vapor obtenida en la etapa b) a partir del procedimiento y se añade el disolvente procedente de una fuente externa al recipiente de cristalización con el fin de aumentar la concentración de disolvente en la mezcla en el recipiente de cristalización. Se puede aplicar una combinación de reciclaje de fase de vapor enriquecida en
50 disolvente y adición de disolvente externo en la etapa c). Por medio del aumento de la concentración de disolvente y la reducción de la concentración de agua en el recipiente de cristalización, se permite la precipitación de los cristales sólidos del compuesto soluble en agua a la temperatura de cristalización.

55 El reciclaje se puede llevar a cabo de cualquier forma, preferentemente por medio de borboteo de la fase de vapor a través de la mezcla líquida en el recipiente de cristalización. Una ventaja de reciclar el disolvente es que el calor de condensación producido en la zona de sorción queda retenido en el procedimiento y no se requiere nada o se requiere menos calentamiento del recipiente de cristalización con el fin de mantener la temperatura de cristalización.

La temperatura de cristalización puede ser cualquier temperatura a la cual se pueda cristalizar el compuesto soluble en agua en la mezcla, y a la cual se evapora el agua suficiente. Con el fin de evitar la degradación térmica del compuesto soluble en agua, preferentemente la temperatura de cristalización está por debajo de 150 °C, más preferentemente por debajo de 120 °C, incluso más preferentemente por debajo de 105 °C. Con el fin de permitir la absorción de vapor de agua suficiente, preferentemente la temperatura de cristalización está por encima de 20 °C, más preferentemente por encima de 50 °C. Se prefiere particularmente una temperatura de cristalización dentro del intervalo de 60 a 90 °C. Se aprecia que la temperatura de cristalización será como máximo la temperatura de ebullición de la solución a la presión que prevalece en el recipiente de cristalización. La cristalización se puede llevar a cabo a cualquier presión apropiada, preferentemente a aproximadamente presión atmosférica.

Tras la precipitación, se descargan los cristales sólidos del compuesto soluble en agua a partir del recipiente de cristalización. Esto se puede hacer de forma continua o por lotes. Se descarga una solución de compuestos soluble en agua no cristalizado en la mezcla de agua-disolvente a partir del recipiente de cristalización. Esto se puede hacer de forma continua o por lotes. La solución de compuesto soluble en agua no cristalizado se puede someter a una etapa de cristalización adicional que puede ser una etapa de cristalización de acuerdo con la invención (etapa a) a d)) o una etapa de cristalización diferente.

El procedimiento de cristalización de acuerdo con la invención, es decir, todas las etapas a) a d), se pueden llevar a cabo por lotes, de forma semi-continua o continua.

Se puede usar cualquier proporción de agua con respecto a disolvente en la mezcla que se proporciona al recipiente de cristalización en la etapa a). Se aprecia que cuanto más elevada sea la concentración de disolvente en la mezcla proporcionada, menor es la disminución de la concentración de agua necesaria para permitir que tenga lugar la cristalización del compuesto soluble en agua. Preferentemente, se proporciona una mezcla en la etapa a) que tiene al menos un 10 % en volumen de disolvente basado en el volumen total de agua y disolvente, más preferentemente de al menos un 20 % en volumen de disolvente. La concentración de disolvente en la mezcla proporcionada en la etapa a) preferentemente no supera un 50 % en volumen.

El sorbente de vapor de agua puede ser cualquier sorbente de vapor de agua que sea capaz de absorber de forma selectiva vapor de agua a partir de la fase de vapor de la mezcla de agua y disolvente a la temperatura de cristalización. La referencia en la presente memoria a la adsorción selectiva de agua consiste en adsorber agua y disolvente en una proporción de agua con respecto a disolvente que sea más elevada que la proporción de agua con respecto a disolvente en la fase de vapor que se hace pasar a través de la zona de sorción. Preferentemente, no se adsorbe ninguna cantidad sustancial de disolvente, es decir, menos de un 1 % de disolvente que pasa a través de la zona de sorción.

Normalmente, el sorbente de vapor de agua es un tamiz molecular. Se puede usar de manera apropiada cualquier tamiz molecular conocido por ser un sorbente fuerte de vapor de agua a una temperatura de cristalización relativamente reducida. Los tamices moleculares apropiados incluyen zeolitas. Particularmente, se prefieren los tamices moleculares que tienen poros suficientemente grandes para adsorber agua pero que son demasiado pequeños para adsorber el disolvente. Los sorbentes preferidos son tamices moleculares con poros que tienen un diámetro mínimo dentro del intervalo de 2,8 a 4,0 angstrom, más preferentemente dentro del intervalo de 3,0 a 3,5 angstrom, del modo más preferido aproximadamente 3,0 angstrom. En el caso de las zeolitas, la capacidad para adsorber moléculas viene determinada por las dimensiones de los canales de la zeolita, en particular el diámetro más pequeño de los canales. El tamiz molecular Zeochem® Z3-03 es un tamiz molecular comercialmente disponible que se puede usar de manera apropiada en el procedimiento de acuerdo con la invención, en particular en el caso de usar etanol como disolvente.

El procedimiento de cristalización de acuerdo con la invención que usa un alcohol con uno a cuatro átomos de carbono como disolvente se puede aplicar de manera ventajosa en un procedimiento para la fabricación de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa tal como remolacha azucarera o caña de azúcar, o a partir de jugo de palma de azúcar. En dicho procedimiento, se proporciona una solución de sacarosa en una mezcla de agua y el alcohol en el recipiente de cristalización (etapa a)).

En el procedimiento de acuerdo con la invención para la fabricación de sacarosa cristalina a partir de jugo de palma de azúcar, se proporciona la solución de sacarosa en la mezcla de agua y alcohol en el recipiente de cristalización por medio de dilución del jugo de palma de azúcar o con una mezcla de agua y el alcohol y proporcionando jugo diluido al recipiente de cristalización. Normalmente, se obtiene jugo de palma de azúcar por medio de incisión en la corteza de dichos árboles de palma de azúcar.

En el procedimiento de acuerdo con la invención para la fabricación de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa, se proporciona la solución de sacarosa en la mezcla por medio de extracción, en primer lugar, de biomasa triturada que contiene sacarosa con un líquido acuoso que puede ser bien agua o bien una mezcla de agua y alcohol. De este modo, se obtienen una solución de sacarosa en el líquido acuoso y una biomasa extraída sólida que todavía comprende la sacarosa.

Tras la extracción, se separan la solución de sacarosa y la biomasa extraída sólida y se proporciona la solución al recipiente de cristalización. Si únicamente se usa agua como agente de extracción, también se proporciona una corriente de alcohol al recipiente de cristalización, ya sea por medio del suministro de la misma directamente al recipiente de cristalización o por medio de adición de la misma a la solución antes del suministro de la misma al recipiente de cristalización. En el caso de usar una mezcla de agua-alcohol, puede ocurrir que no sea necesario añadir alcohol adicional a la solución.

Se lleva a cabo la cristalización real (etapas b) a d)) como se ha descrito anteriormente, tanto en el procedimiento que comienza con biomasa que contiene sacarosa como en el procedimiento que comienza con jugo de palma de azúcar.

Preferentemente, el procedimiento de fabricación de la sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa es un procedimiento para la fabricación por un lado de sacarosa cristalina y por otro, de etanol y 1-butanol a partir de esa biomasa. En dicho procedimiento, se fermenta al menos una parte de la sacarosa restante en la biomasa extraída sólida y/o de la sacarosa no cristalizada en la solución que se descarga del recipiente de cristalización en la etapa e), para dar lugar a etanol o 1-butanol con el fin de obtener un caldo de fermentación que comprende etanol o 1-butanol (etapa f)). Las técnicas de fermentación de sacarosa para dar etanol o 1-butanol se conocen bien en la técnica. Se puede usar cualquier técnica apropiada conocida en la materia. Normalmente, se puede llevar a cabo una fermentación de etanol por medio del uso de levaduras y fermentación de 1-butanol usando especies de Clostridium.

Después o durante la fermentación, se separa el alcohol producido a partir del caldo de fermentación para obtener un producto de alcohol (etapa g)). Se puede llevar a cabo dicha separación por medio de cualesquiera técnicas conocidas en la materia, preferentemente por medio de separación o destilación. El producto de alcohol puede ser un producto final. Preferentemente, al menos parte del alcohol producido en la etapa f) se recicla a la etapa de extracción a1) o al recipiente de cristalización (etapa h)). De este modo, no se requiere nada o se requiere una cantidad mínima de alcohol procedente de una fuente externa.

Preferentemente, el procedimiento para la fabricación de la sacarosa cristalina de acuerdo con la invención se integra de forma adicional por medio de fermentación anaeróbica de los compuestos orgánicos todavía presentes en las corrientes residuales del procedimiento para producir biogás. Por consiguiente, el caldo de fermentación a partir del cual se ha separado el alcohol en la etapa g) y/o la biomasa extraída sólida, opcionalmente junto con las hojas y/o partículas pequeñas de la biomasa que contiene sacarosa, se fermenta por vía anaerobia para obtener biogás (etapa i)). El biogás actúa como combustible en un motor para producir energía y calor (etapa j)). La energía producida de este modo se puede usar ventajosamente en el propio procedimiento o para un fin diferente. Se puede usar de manera apropiada el calor producido para la regeneración del sorbente de vapor de agua saturado.

Por consiguiente, el procedimiento preferentemente comprende además la desorción de agua procedente del sorbente de vapor de agua saturado obtenido en la etapa b) calentando el sorbente de vapor de agua saturado usando el calor producido en la etapa j) con el fin de obtener el sorbente de vapor de agua y el vapor (etapa k)).

Se puede usar el vapor para cualquier finalidad. Preferentemente, el vapor obtenido en la etapa k) se usa en el propio procedimiento, más preferentemente para separar el alcohol del caldo de fermentación en la etapa g) por medio de separación o destilación y/o para calentar el recipiente de cristalización hasta la temperatura de cristalización.

40 **Descripción detallada de los dibujos**

En la Figura se muestra un procedimiento para la fabricación de sacarosa cristalina y etanol a partir de remolacha azucarera. Se suministran tiras de remolacha azucarera 1 y 2 a la zona 3 de extracción por medio de las tuberías 4 y 5, respectivamente. En la zona 3, se somete a extracción la sacarosa a partir de las tiras, normalmente a una temperatura dentro del intervalo de 40 a 90 °C. Se descarga una solución de sacarosa a partir de la zona 3 por medio de la tubería 6. Se añade etanol a la solución de sacarosa por medio de la tubería 7, formándose de este modo una solución de sacarosa en una mezcla de agua-etanol. El etanol puede ser etanol 9 procedente de una fuente externa o etanol reciclado procedente de la unidad 10 de destilación. Se proporciona la solución de sacarosa en agua-etanol al recipiente 11 de cristalización. Se mantiene la solución en el recipiente 11 de cristalización a una temperatura de cristalización dentro del intervalo de 60 a 90 °C. De este modo, se forma una fase de vapor de la mezcla de agua-etanol y se bombea a través de la tubería 12 hasta la zona 13 de sorción. La zona 13 de sorción contiene un tamiz molecular que adsorbe agua de forma selectiva. Se descarga una fase de vapor enriquecida en etanol a partir de la zona 13 de sorción por medio de la tubería 14 y se recicla hasta el recipiente 11 de cristalización. Debido al menor contenido de agua y la mayor concentración de etanol en la solución en el recipiente 11, se permite la cristalización y precipitación de la sacarosa. Se descargan los cristales sólidos precipitados de sacarosa 15 a partir del recipiente 11 de cristalización. Se descarga una solución que comprende sacarosa no cristalizada a partir del recipiente 11 por medio de la tubería 16. Se puede descargar esta solución a partir del procedimiento por medio de la tubería 17. Por ejemplo, se puede someter la solución descargada a una segunda etapa de cristalización (no mostrada). Opcionalmente, se proporciona todo o parte de la sacarosa no cristalizada a la unidad 10 de destilación por medio de la tubería 18 para separar el etanol de la sacarosa no cristalizada.

5 Se descargan las tiras sometidas a extracción de remolacha azucarera a partir de la zona de extracción 3 por medio del conducto 20 y se suministran al reactor 21 de fermentación, en el que se fermenta la sacarosa restante para dar lugar a etanol. Se suministra el caldo de fermentación obtenido de este modo a una unidad 10 de destilación por medio de la tubería 22, en la que se separa etanol del resto de la biomasa y agua. Se descarga etanol a partir de la unidad 10 de destilación por medio de la tubería 23 y se extrae a partir del procedimiento en forma de producto 24 de etanol y/o se añade a la solución de sacarosa que se suministra al recipiente 11 de cristalización por medio de la tubería 25 o al agua suministrada a la zona 3 de extracción por medio de la tubería 26.

10 Se descarga la biomasa y el agua a partir de los cuales se destila etanol, a partir de la unidad 10 de destilación por medio de la tubería 30 y se suministra a un reactor 31 de fermentación anaerobio. En el reactor 31 de fermentación, se produce biogás. Se suministra biogás por medio de la tubería 32 al motor 33. El biogás sirve como combustible para un motor 33 con el fin de producir energía 34 y calor 35. Se puede usar el calor para regenerar el sorbente saturado formado en la zona 31 de sorción (etapa de regeneración no mostrada).

15 A continuación, se puede suministrar la sacarosa no cristalizada a partir de la cual se destila etanol en la unidad 10 al reactor 21 de fermentación por medio de la tubería 36 o al reactor 31 de fermentación para producir etanol o biogás procedente de la sacarosa no cristalizada.

Opcionalmente, se puede producir el biogás a partir de biomasa 37 residual procedente de remolachas azucareras tales como hojas y/o partículas pequeñas y/o a partir de biomasa extraída a partir de la zona 3 de extracción por medio del suministro de corrientes al reactor 31 de fermentación por medio de las tuberías 38 y 39, respectivamente.

Ejemplos

20 Se ilustra la invención de forma adicional de forma no limitante por medio del siguiente ejemplo.

Ejemplo

25 Se proporcionó una solución de sacarosa en una mezcla de agua y etanol a un recipiente de cristalización. La solución contenía 1 parte de sacarosa en 4 partes de agua y 4 partes de etanol (todo en base en peso). Durante 16 horas, se mantuvo la solución a 70 °C en el recipiente y se hizo pasar la fase de vapor formada de este modo a través de una columna de sorción que contenía un tamiz molecular Zeochem Z3-03. La temperatura de la columna de sorción fue de 85 °C. Se enriqueció la fase de vapor que se había hecho pasar por la columna de sorción y que se había enriquecido en etanol en comparación con la fase de vapor que entra en la columna, se recicló de forma continua hasta el recipiente de cristalización por medio de borboteo a través de la mezcla líquida en el recipiente. 30 Trascurridas 16 horas, se observó que aumentó la concentración de sacarosa en la mezcla y los cristales de sacarosa precipitaron a partir de la mezcla.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento de cristalización de un compuesto soluble en agua a partir de una solución que comprende las siguientes etapas:
- 5 a) proporcionar, en un recipiente de cristalización, una solución de un compuesto soluble en agua en una mezcla de agua y un disolvente en la que el compuesto soluble en agua tiene una solubilidad menor que en agua;
- b) hacer pasar una fase de vapor de la mezcla a través de una zona de sorción que contiene un sorbente de vapor de agua para adsorber agua de forma selectiva a partir de la fase de vapor para obtener un fase de vapor desprovista de agua y enriquecida en el disolvente y el sorbente de vapor de agua saturado en agua;
- 10 c) enriquecer la mezcla en el recipiente de cristalización en el disolvente por medio de reciclaje de la menos una parte de la fase de vapor desprovista de agua y enriquecida en el disolvente al recipiente de cristalización o extraer la fase de vapor desprovista de agua a partir del procedimiento y adición de disolvente a partir de una fuente externa al recipiente de cristalización;
- d) dejar que los cristales sólidos de compuesto soluble en agua precipiten a partir de la solución en el recipiente de cristalización a una temperatura de cristalización; y
- 15 e) descargar los cristales sólidos precipitados del compuesto soluble en agua a partir del recipiente de cristalización y descargar una solución de compuestos soluble en agua no cristalizado en la mezcla de agua-disolvente a partir del recipiente de cristalización.
2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el compuesto soluble en agua es un sacárido con una a cinco unidades de monosa.
- 20 3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el compuesto soluble en agua es sacarosa.
4. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el disolvente es un alcohol con uno a cuatro átomos de carbono o una mezcla de dos o más de los mismos.
5. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 3 y 4, en el que el alcohol es etanol o 1-butanol.
6. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 5, en el que el alcohol es etanol.
- 25 7. Un procedimiento de fabricación de sacarosa cristalina a partir de jugo de palma de azúcar que comprende el procedimiento de cristalización de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que se proporciona la solución de sacarosa de la mezcla de agua y alcohol en el recipiente de cristalización (etapa b) diluyendo el jugo de palma de azúcar con alcohol o con agua y alcohol y suministrar el jugo diluido al recipiente de cristalización.
- 30 8. Un procedimiento de fabricación de sacarosa cristalina a partir de biomasa que contiene sacarosa que comprende el procedimiento de cristalización de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 4 a 6, en el que se proporciona la solución de sacarosa de la mezcla de agua y alcohol en el recipiente de cristalización (etapa a) por medio de:
- 35 a1) extracción de la biomasa que contiene sacarosa triturada con un líquido acuoso seleccionado entre agua o una mezcla de agua y alcohol para obtener una solución de sacarosa en el líquido acuoso y biomasa extraída sólida que comprende la sacarosa restante;
- a2) separación de la solución de sacarosa de la biomasa extraída sólida; y
- a3) suministro de la solución al recipiente de cristalización o, en el caso de que el líquido acuoso sea agua, suministro tanto de la solución como de una corriente de alcohol al recipiente de cristalización.
- 40 9. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que el alcohol es etanol o 1-butanol, que es un procedimiento de fabricación de sacarosa cristalina y el alcohol, que además comprende las siguientes etapas:
- f) fermentar al menos parte de la sacarosa restante en la biomasa extraída sólida y/o de la sacarosa no cristalizada descargada a partir del recipiente de cristalización en la etapa e) en el alcohol para obtener un caldo de fermentación que comprende el alcohol;
- 45 g) separar al menos parte del alcohol obtenido en la etapa f) de fermentación a partir del caldo para obtener un producto de alcohol.
10. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 9, que además comprende la siguiente etapa:
- h) reciclar una parte del alcohol producido en la etapa f) hasta la etapa a1) de extracción y/o hasta el recipiente de cristalización.
- 50 11. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que además comprende las siguientes etapas:
- i) fermentar por vía anaerobia el caldo de fermentación a partir del cual se ha separado el alcohol en la etapa g) y/o la biomasa extraída sólida, opcionalmente junto con las hojas y las partículas pequeñas de la biomasa que

contiene sacarosa, para obtener biogás;

j) alimentar como combustible un motor con el biogás obtenido en la etapa i) para producir energía y calor.

12. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, que además comprende la siguiente etapa:

5 k) desorción de agua a partir del sorbente de vapor de agua saturado obtenido en la etapa b) calentando el sorbente de vapor de agua saturado usando el calor producido en la etapa j) para obtener sorbente de vapor de agua regenerado y vapor.

13. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 12, que además comprende la siguiente etapa:

10 l) usar el vapor obtenido en la etapa k) para separar al menos parte del alcohol del caldo de fermentación en la etapa g) por medio de separación o destilación y/o para calentar el recipiente de cristalización hasta la temperatura de cristalización.

14. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el sorbente de vapor de agua es un tamiz molecular.

15. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, en el que el sorbente de vapor de agua es un tamiz molecular con poros con un diámetro mínimo dentro del intervalo de 3,0 a 3,5 angstrom.

15 16. Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura de cristalización está en el intervalo de 60 a 90 °C.

Fig 1

