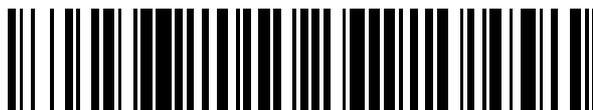


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 558 308**

51 Int. Cl.:

B02C 19/00 (2006.01)

C12P 7/06 (2006.01)

C12P 7/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.06.2007 E 07798424 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.12.2015 EP 2032261**

54 Título: **Métodos de obtención de un combustible**

30 Prioridad:

15.06.2006 US 453951

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

03.02.2016

73 Titular/es:

**XYLECO, INC. (100.0%)
360 Audubon Road
Wakefield, MA 01880-6248, US**

72 Inventor/es:

MEDOFF, MARSHALL

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 558 308 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

Métodos de obtención de un combustible

Campo técnico

Esta invención se refiere a materiales fibrosos y a composiciones.

5 Antecedentes

Los materiales fibrosos, p.ej., materiales celulósicos y lignocelulósicos, se producen, procesan y usan en grandes cantidades en varias aplicaciones. A menudo tales materiales fibrosos se usan una vez, y después se descartan como desecho.

10 Se han descrito diversos materiales fibrosos, sus usos y aplicaciones en las patentes de EE.UU. Nos. 6.448.307, 6.258.876, 6.207.729, 5.973.035 y 5.952.105.

La patente de EE.UU. 4.237.226 describe un procedimiento para tratar sustancias celulósicas antes de hidrólisis que conduce a acortar el tiempo de hidrólisis y a aumentar el rendimiento de azúcar.

15 La patente de EE.UU. 4.237.226 describe un método para preparar un combustible, comprendiendo el método: cizallar una fuente de fibra para proporcionar un primer material fibroso; hacer pasar el primer material fibroso a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos para proporcionar un segundo material fibroso; y combinar el segundo material fibroso con una enzima, utilizando la enzima el segundo material fibroso para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo, es decir, etanol.

20 La patente de EE.UU. 7.901.511 describe un método para producir xilosa a partir de materia prima lignocelulósica usando las etapas especificadas.

25 La patente de EE.UU. 7.901.511 describe también un método para preparar un combustible, comprendiendo el método: cizallar una fuente de fibra para proporcionar un primer material fibroso; hacer pasar el primer material fibroso a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos para proporcionar un segundo material fibroso; y combinar el segundo material fibroso con una bacteria y/o enzima, utilizando la bacteria y/o enzima el segundo material fibroso para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo, es decir, etanol.

30 La patente de EE.UU. 5.705.369 describe una prehidrólisis de lignocelulosa haciendo pasar una disolución ácida o alcalina a través de partículas lignocelulósicas sólidas con retirada de los componentes solubles según se forman. La patente de EE.UU. 5.705.369 describe también un método para preparar un combustible, comprendiendo el método: cizallar una fuente de fibra para proporcionar un primer material fibroso; hacer pasar el primer material fibroso a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos para proporcionar un segundo material fibroso; y combinar el segundo material fibroso con una bacteria y/o enzima, utilizando la bacteria y/o enzima el segundo material fibroso para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo, es decir, etanol.

35 Compendio

El tema de la invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

Cualquiera de los materiales fibrosos descritos en la presente memoria, incluyendo cualquiera de los materiales fibrosos preparados por cualquiera de los métodos descritos en la presente memoria, puede ser combinado con bacterias y/o una o más enzimas para producir un combustible (p.ej. etanol, un hidrocarburo o hidrógeno).

40 Los métodos para preparar materiales fibrosos comprenden cizallar una fuente de fibra para proporcionar un primer material fibroso, y hacer pasar el primer material fibroso a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material fibroso. La fuente de fibra puede ser, p.ej., cortada en trozos o tiras de material similar al confeti antes del cizallamiento.

45 En algunas realizaciones, el tamaño de abertura medio de la primera criba es menos que 0,79 mm (1/32 de pulgada, 0,03125 pulgadas), p.ej., menos que 0,40 mm (1/64 de pulgada, 0,015625 pulgadas), menos que 0,20 mm (1/128 de pulgada, 0,0078125 pulgadas), o incluso menos que 0,10 mm (1/256 de pulgada, 0,00390625 pulgadas).

50 En implementaciones específicas, el cizallamiento se realiza con una cortadora de cuchillas rotatorias. Si se desea, el cizallamiento puede ser realizado mientras la fuente de fibra está seca (p.ej. teniendo menos que 0,25 por ciento en peso de agua absorbida), hidratada, o incluso mientras la fuente de fibra está parcialmente o totalmente sumergida en un líquido, tal como agua o isopropanol.

El segundo material fibroso puede ser, p.ej., recogido en un contenedor que tiene una presión por debajo de la presión atmosférica nominal, p.ej., al menos 10 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal, al menos 50 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal, o al menos 75 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal.

- 5 El segundo material fibroso puede ser, p.ej., cizallado una vez o numerosas veces, p.ej., dos veces, tres veces, o incluso más, p.ej., diez veces. El cizallamiento puede “abrir” y/o “tensar” los materiales fibrosos, haciendo a los materiales más dispersables, p.ej., en una disolución o en una resina.

El segundo material fibroso puede ser, p.ej., cizallado, y el material fibroso resultante ser hecho pasar a través de la primera criba.

- 10 El segundo material fibroso puede ser cizallado, y el material fibroso resultante ser hecho pasar a través de una segunda criba que tiene un tamaño de abertura medio menor que la primera criba, proporcionando un tercer material fibroso.

- 15 Una relación de una relación longitud a diámetro media del segundo material fibroso a una relación longitud a diámetro media del tercer material fibroso puede ser, p.ej., menos que 1,5, menos que 1,4, menos que 1,25, o incluso menos que 1,1.

El segundo material fibroso puede ser, p.ej., hecho pasar a través de una segunda criba que tiene un tamaño de abertura medio menor que la primera criba.

El cizallamiento y paso pueden ser realizados, p.ej., al mismo tiempo.

- 20 El segundo material fibroso puede tener una relación longitud a diámetro media mayor que, p.ej., 10/1, mayor que 25/1, o incluso mayor que 50/1.

Por ejemplo, una longitud media del segundo material fibroso puede estar entre 0,5 mm y 2,5 mm, p.ej., entre 0,75 mm y 1,0 mm. Por ejemplo, una anchura media del segundo material fibroso puede estar entre 5 μm y 50 μm , p.ej., entre 10 μm y 30 μm .

- 25 Una desviación estándar de una longitud del segundo material fibroso puede ser menos que 60 por ciento de una longitud media del segundo material fibroso, p.ej., menos que 50 por ciento de una longitud media del segundo material fibroso.

En algunas realizaciones, un área superficial BET del segundo material fibroso es mayor que 0,5 m^2/g , p.ej. mayor que 1,0 m^2/g , mayor que 1,5 m^2/g , mayor que 1,75 m^2/g , mayor que 2,5 m^2/g , mayor que 10,0 m^2/g , mayor que 25,0 m^2/g , mayor que 50,0 m^2/g , o incluso mayor que 100,0 m^2/g .

- 30 En algunas realizaciones, una porosidad del segundo material fibroso es mayor que 25 por ciento, p.ej., mayor que 50 por ciento, mayor que 75 por ciento, mayor que 85 por ciento, mayor que 90 por ciento, mayor que 92 por ciento, mayor que 95 por ciento, o incluso mayor que 99 por ciento.

En realizaciones específicas, la criba está formada por monofilamentos entretreídos.

La fuente de fibra puede incluir, p.ej., un material celulósico, un material lignocelulósico.

- 35 En algunas realizaciones, la fuente de fibra incluye una mezcla de fibras, p.ej., fibras derivadas de una fuente de papel y fibras derivadas de una fuente textil, p.ej., algodón.

En otro aspecto, la invención presenta materiales fibrosos que tienen una relación longitud a diámetro media mayor que 5, y que tienen una desviación estándar de una longitud de fibra menor que sesenta por ciento de una longitud de fibra media.

- 40 Por ejemplo, la relación longitud a diámetro media puede ser mayor que 10/1, p.ej., mayor que 15/1, mayor que 25/1, mayor que 35/1, mayor que 45/1, o incluso mayor que 50/1.

Por ejemplo, la longitud media puede estar entre 0,5 mm y 2,5 mm.

- 45 La invención presenta métodos para preparar un combustible. Los métodos incluyen cizallar una fuente de fibra para proporcionar un primer material fibroso; hacer pasar el primer material fibroso a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material fibroso; y combinar el segundo material fibroso con una bacteria y/o enzima, utilizando la bacteria y/o enzima el segundo material fibroso para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo.

- 50 El alcohol puede ser, p.ej., metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, glicerina, o mezclas de estos alcoholes; el ácido orgánico puede ser, p.ej., ácido malónico, ácido succínico, ácido

glutámico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido glicólico, ácido láctico, ácido γ -hidroxibutírico, o mezclas de estos ácidos; y el hidrocarburo puede ser, p.ej., metano, etano, propano, isobuteno, pentano, n-hexano, o mezclas de estos hidrocarburos.

5 Antes de la combinación con la bacteria y/o enzima, cualquiera de los materiales fibrosos descritos en la presente memoria puede ser hidrolizado para romper los carbohidratos de peso molecular más alto en carbohidratos de peso molecular más bajo.

10 El término "material fibroso", como se emplea en la presente memoria, es un material que incluye numerosas fibras sueltas, discretas y separables. Por ejemplo, se puede preparar un material fibroso a partir de una fuente de fibra de papel polirrevestido o de un papel Kraft blanqueado por cizallamiento con, p.ej., una cortadora de cuchillas rotatorias.

El término "criba", como se emplea en la presente memoria, significa un miembro capaz de tamizar material según el tamaño, p.ej., una placa perforada, cilindro o similar, o una malla de alambre o tela.

15 Realizaciones y/o aspectos pueden tener una cualquiera de, o combinaciones de, las siguientes ventajas. Los materiales fibrosos son abiertos o tensados, haciendo a los materiales más dispersables, p.ej., en una disolución o en una resina, y haciéndolos más susceptibles al ataque químico, enzimático o biológico. Los materiales fibrosos pueden tener, p.ej., una distribución de longitudes y/o relaciones longitud a diámetro relativamente estrecha, de tal modo que sus propiedades son definidas consistentemente.

Otros rasgos y ventajas de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción detallada, y de las reivindicaciones.

20 Descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un diagrama de bloques que ilustra la conversión de una fuente de fibra en un primer y segundo material fibroso.

La Fig. 2 es una vista en sección transversal de una cortadora de cuchillas rotatorias.

Las Figs. 3-8 son vistas desde arriba de diversas cribas preparadas a partir de monofilamentos.

25 La Fig. 9 es un diagrama de bloques que ilustra la conversión de una fuente de fibra en un primer, segundo y tercer material fibroso.

Las Figs. 10A y 10B son fotografías de fuentes de fibra; siendo la Fig. 10A una fotografía de un recipiente de papel polirrevestido, y siendo la Fig. 10B una fotografía de rollos de papel Kraft no blanqueado.

30 Las Figs. 11 y 12 son micrografías electrónicas de barrido de un material fibroso producido a partir de papel polirrevestido a un aumento de 25 X y un aumento de 1.000 X, respectivamente. El material fibroso fue producido en una cortadora de cuchillas rotatorias utilizando una criba con aberturas de 3,175 mm (1/8 de pulgada).

Las Figs. 13 y 14 son micrografías electrónicas de barrido de un material fibroso producido a partir de cartón Kraft blanqueado a un aumento de 25 X y un aumento de 1.000 X, respectivamente. El material fibroso fue producido en una cortadora de cuchillas rotatorias utilizando una criba con aberturas de 3,175 mm (1/8 de pulgada).

35 Las Figs. 15 y 16 son micrografías electrónicas de barrido de un material fibroso producido a partir de cartón Kraft blanqueado a un aumento de 25 X y un aumento de 1.000 X, respectivamente. El material fibroso fue cizallado dos veces en una cortadora de cuchillas rotatorias utilizando una criba con aberturas de 1,59 mm (1/16 de pulgada) durante cada cizallamiento.

40 Las Figs. 17 y 18 son micrografías electrónicas de barrido de un material fibroso producido a partir de cartón Kraft blanqueado a un aumento de 25 X y un aumento de 1.000 X, respectivamente. El material fibroso fue cizallado tres veces en una cortadora de cuchillas rotatorias. Durante el primer cizallamiento, se usó una criba de (1/8 de pulgada); durante el segundo cizallamiento, se usó una criba de 1,59 mm (1/16 de pulgada), y durante el tercer cizallamiento se usó una criba de 0,79 mm (1/32 de pulgada).

45 La Fig. 19 es un diagrama de bloques que ilustra la densificación aparente reversible de una composición de material fibroso.

Descripción detallada

50 Haciendo referencia a la Fig. 1, una fuente 10 de fibra es cizallada, p.ej., en una cortadora de cuchillas rotatorias, para proporcionar un primer material 12 fibroso. El primer material 12 fibroso se hace pasar a través de una primera criba 16 que tiene un tamaño de abertura medio de 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material 14 fibroso. Si se desea, la fuente 10 de fibra puede ser cortada antes del cizallamiento, p.ej., con una trituradora. Por ejemplo, cuando se usa un papel como fuente 10 de fibra, el papel

5 puede ser cortado primero en tiras que son, p.ej., de 6,35 mm a 12,7 mm (1/4 a 1/2 de pulgada) de ancho, usando una trituradora, p.ej., una trituradora de tornillo contrarrotatorio, tal como las fabricadas por Munson (Utica, N.Y.). Como alternativa a la trituración, el papel puede ser reducido en tamaño cortando hasta un tamaño deseado usando una cortadora de guillotina. Por ejemplo, la cortadora de guillotina se puede usar para cortar el papel en láminas que son, p.ej., de 25,4 centímetros (10 pulgadas) de ancho por 30,48 centímetros (12 pulgadas) de largo.

En algunas realizaciones, el cizallamiento de la fuente 10 de fibra y el paso del primer material 12 fibroso resultante a través de la primera criba 16 se realizan al mismo tiempo. El cizallamiento y el paso también se pueden realizar en un procedimiento de tipo discontinuo.

10 Por ejemplo, se puede usar una cortadora de cuchillas rotatorias para triturar al mismo tiempo la fuente 10 de fibra y cribar el primer material 12 fibroso. Haciendo referencia a la Fig. 2, una cortadora 20 de cuchillas rotatorias incluye una tolva 22 que puede ser cargada con una fuente 10' de fibra triturada preparada triturando la fuente 10 de fibra. La fuente 10' de fibra triturada es cizallada entre cuchillas 24 estacionarias y cuchillas 26 rotatorias para proporcionar un primer material 12 fibroso. El primer material 12 fibroso pasa a través de la criba 16 que tiene las dimensiones descritas anteriormente, y el segundo material 14 fibroso resultante es capturado en el contenedor 30.

15 Para ayudar a la recogida del segundo material 14 fibroso, el contenedor 30 puede tener una presión por debajo de la presión atmosférica nominal, p.ej., al menos 10 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal, p.ej., al menos 25 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal, p.ej., al menos 50 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal, o al menos 75 por ciento por debajo de la presión atmosférica nominal. En algunas realizaciones, se utiliza una fuente 50 de vacío (Fig. 2) para mantener el contenedor por debajo de la presión atmosférica nominal.

20

El cizallamiento puede ser ventajoso para "abrir" y "tensor" los materiales fibrosos, hacer a los materiales más dispersables, p.ej., en una disolución o en una resina, y hacerlos más susceptibles al ataque químico, enzimático o biológico. Sin desear estar atado por ninguna teoría particular, se cree, al menos en algunas realizaciones, que el cizallamiento puede funcionalizar las superficies de la fibra con grupos funcionales, tales como grupos hidroxilo o ácido carboxílico, que pueden, p.ej., ayudar a dispersar las fibras en una resina fundida o potenciar el ataque químico o biológico.

25

La fuente de fibra puede ser cizallada en un estado seco, un estado hidratado (p.ej., teniendo hasta diez por ciento en peso de agua absorbida), o en un estado húmedo, p.ej., teniendo entre aproximadamente 10 por ciento y aproximadamente 75 por ciento en peso de agua. La fuente de fibra puede ser cizallada incluso mientras está parcialmente o totalmente sumergida en un líquido, tal como agua, etanol, isopropanol.

30

La fuente de fibra también puede ser cizallada bajo un gas (tal como una corriente o atmósfera de un gas distinto al aire), p.ej., oxígeno o nitrógeno, o vapor.

Si se desea, los materiales fibrosos pueden ser separados, p.ej., de manera continua o en lotes, en fracciones según su longitud, anchura, densidad, tipo de material, o alguna combinación de estos atributos. Además, p.ej., cuando se preparan composiciones que incluyen bacterias y/o una enzima, es deseable a menudo usar un material sustancialmente único como materia prima.

35

Por ejemplo, los materiales ferrosos pueden ser separados de cualquiera de los materiales fibrosos haciendo pasar un material fibroso que incluye un material ferroso por un imán, p.ej., un electroimán, y haciendo pasar después el material fibroso resultante a través de una serie de cribas, teniendo cada criba aberturas de diferentes tamaños.

40 Los materiales fibrosos también pueden ser separados, p.ej., usando un gas a alta velocidad, p.ej., aire. En tal estrategia, los materiales fibrosos son separados extrayendo diferentes fracciones, que pueden ser caracterizadas fotónicamente, si se desea. Tal aparato de separación se discute en Lindsey et al, patente de EE.UU. N° 6.883.667.

Los materiales fibrosos se pueden usar inmediatamente después de su preparación, o se pueden secar, p.ej., a aproximadamente 105°C durante 4-18 horas, para que el contenido de humedad sea, p.ej., menos que aproximadamente 0,5% antes del uso.

45

Si se desea, se puede retirar la lignina de cualquiera de los materiales fibrosos que incluyen lignina, tales como materiales lignocelulósicos. El material fibroso es esterilizado para matar cualesquiera microorganismos que puedan estar sobre el material fibroso. El material fibroso es esterilizado exponiendo el material fibroso a una radiación ionizante, tal como radiación gamma.

50 Haciendo referencia a las Figs. 3-8, en algunas realizaciones, el tamaño de abertura medio de la primera criba 16 es menos que 0,79 mm (1/32 de pulgada, 0,03125 pulgadas), p.ej., menos que 0,51 mm (1/50 de pulgada, 0,02000 pulgadas), menos que 0,40 mm (1/64 de pulgada, 0,015625 pulgadas), menos que 0,23 mm (0,009 pulgadas), menos que 0,20 mm (1/128 de pulgada, 0,0078125 pulgadas), menos que 0,18 mm (0,007 pulgadas), menos que 0,13 mm (0,005 pulgadas), o incluso menos que 0,10 mm (1/256 de pulgada, 0,00390625 pulgadas). La criba 16 se prepara entretejiendo monofilamentos 52 que tienen un diámetro apropiado para dar el tamaño de abertura deseado.

55 Por ejemplo, los monofilamentos pueden estar hechos de un metal, p.ej., acero inoxidable. Según se hacen más pequeños los tamaños de abertura, las exigencias estructurales de los monofilamentos pueden aumentar. Por

ejemplo, para tamaños de abertura menores que 0,40 mm, puede ser ventajoso preparar las cribas a partir de monofilamentos hechos de un material distinto al acero inoxidable, p.ej., titanio, aleaciones de titanio, metales amorfos, níquel, wolframio, rodio, renio, cerámica o vidrio. En algunas realizaciones, la criba se prepara a partir de una placa, p.ej., una placa metálica, que tiene aberturas, p.ej., cortadas en la placa usando un láser.

- 5 En algunas realizaciones, el segundo material 14 fibroso es cizallado y hecho pasar a través de la primera criba 16, o una criba de tamaño diferente. En algunas realizaciones, el segundo material 14 fibroso es hecho pasar a través de una segunda criba que tiene un tamaño de abertura medio igual a o menor que el de la primera criba 16.

Haciendo referencia a la Fig. 9, se puede preparar un tercer material 62 fibroso a partir del segundo material 14 fibroso cizallando el segundo material 14 fibroso y haciendo pasar el material resultante a través de una segunda criba 60 que tiene un tamaño de abertura medio menor que la primera criba 16.

Las fuentes de fibra incluyen fuentes de fibra celulósicas, que incluyen papel y productos de papel como los mostrados en las Figs. 10A (papel polirrevestido) y 10B (papel Kraft), y fuentes de fibra lignocelulósicas, que incluyen madera y materiales relacionados con la madera, p.ej., tabla de aglomerado. Otras fuentes de fibra adecuadas incluyen fuentes de fibra naturales, p.ej., hierbas, cáscaras de arroz, bagazo, algodón, yute, heno, lino, bambú, sisal, abacá, paja, mazorcas de maíz, cáscaras de arroz, pelo de coco; fuentes de fibra de alto contenido en α -celulosa, p.ej., algodón; fuentes de fibra sintéticas, p.ej., hilo extruido (hilo orientado o hilo no orientado) o fuentes de fibra de carbono; fuentes de fibra inorgánicas; y fuentes de fibra metálicas. Las fuentes de fibra naturales o sintéticas se pueden obtener a partir de materiales textiles de desecho vírgenes, p.ej., retales, o pueden ser desechos post-consumidor, p.ej., trapos. Cuando se usan productos de papel como fuentes de fibra, pueden ser materiales vírgenes, p.ej., materiales de desecho vírgenes, o pueden ser desechos post-consumidor. Aparte de materias primas vírgenes, también se pueden usar como fuentes de fibra desechos post-consumidor, industriales (p.ej., vísceras), y de procesamiento (p.ej., efluente del procesamiento de papel). También, la fuente de fibra puede obtenerse o derivarse de desechos humanos (p.ej., aguas residuales), animales o vegetales. Se han descrito fuentes de fibra adicionales en las patentes de EE.UU. Nos. 6.448.307, 6.258.876, 6.207.729, 5.973.035 y 5.952.105.

Se pueden usar mezclas de cualquiera de las fuentes de fibra anteriores.

De manera general, las fibras de los materiales fibrosos pueden tener una relación longitud a diámetro media relativamente grande (p.ej., mayor que 20 a 1), incluso si han sido cizalladas más de una vez. Además, las fibras de los materiales fibrosos descritos en la presente memoria pueden tener una distribución de longitudes y/o relaciones longitud a diámetro relativamente estrecha.

Como se emplean en la presente memoria, las anchuras (es decir, diámetros) de fibra medias son las determinadas ópticamente seleccionando al azar aproximadamente 5.000 fibras. Las longitudes de fibra medias son longitudes ponderadas en longitud corregida. Las áreas superficiales BET (Brunauer, Emmet y Teller) son áreas superficiales de multipunto, y las porosidades son las determinadas por porosimetría de mercurio.

35 La relación longitud a diámetro media del segundo material 14 fibroso puede ser, p.ej., mayor que 8/1, p.ej., mayor que 10/1, mayor que 15/1, mayor que 20/1, mayor que 25/1, o mayor que 50/1. Una longitud media del segundo material 14 fibroso puede estar, p.ej., entre aproximadamente 0,5 mm y 2,5 mm, p.ej., entre aproximadamente 0,75 mm y 1,0 mm, y una anchura (es decir, diámetro) media del segundo material 14 fibroso puede estar, p.ej., entre aproximadamente 5 μ m y 50 μ m, p.ej., entre aproximadamente 10 μ m y 30 μ m.

40 En algunas realizaciones, una desviación estándar de la longitud del segundo material 14 fibroso es menos que 60 por ciento de una longitud media del segundo material 14 fibroso, p.ej., menos que 50 por ciento de la longitud media, menos que 40 por ciento de la longitud media, menos que 25 por ciento de la longitud media, menos que 10 por ciento de la longitud media, menos que 5 por ciento de la longitud media, o incluso menos que 1 por ciento de la longitud media.

45 En algunas realizaciones, un área superficial BET del segundo material 14 fibroso es mayor que 0,1 m²/g, p.ej., mayor que 0,25 m²/g, mayor que 0,5 m²/g, mayor que 1,0 m²/g, mayor que 1,5 m²/g, mayor que 1,75 m²/g, mayor que 5,0 m²/g, mayor que 10 m²/g, mayor que 25 m²/g, mayor que 35 m²/g, mayor que 50 m²/g, mayor que 60 m²/g, mayor que 75 m²/g, mayor que 100 m²/g, mayor que 150 m²/g, mayor que 200 m²/g, o incluso mayor que 250 m²/g. Una porosidad del segundo material 14 fibroso puede ser, p.ej., mayor que 20 por ciento, mayor que 25 por ciento, mayor que 35 por ciento, mayor que 50 por ciento, mayor que 60 por ciento, mayor que 70 por ciento, mayor que 80 por ciento, mayor que 85 por ciento, mayor que 90 por ciento, mayor que 92 por ciento, mayor que 94 por ciento, mayor que 95 por ciento, mayor que 97,5 por ciento, mayor que 99 por ciento, o incluso mayor que 99,5 por ciento.

55 En algunas realizaciones, una relación de la relación longitud a diámetro media del primer material 12 fibroso a la relación longitud a diámetro media del segundo material 14 fibroso es, p.ej., menos que 1,5, p.ej., menos que 1,4, menos que 1,25, menos que 1,1, menos que 1,075, menos que 1,05, menos que 1,025, o incluso sustancialmente igual a 1.

En realizaciones particulares, el segundo material 14 fibroso es cizallado de nuevo y el material fibroso resultante es

hecho pasar a través de una segunda criba que tiene un tamaño de abertura medio menor que la primera criba para proporcionar un tercer material 62 fibroso. En tales casos, una relación de la relación longitud a diámetro del segundo material 14 fibroso a la relación longitud a diámetro del tercer material 62 fibroso puede ser, p.ej., menos que 1,5, p.ej., menos que 1,4, menos que 1,25, o incluso menos que 1,1.

- 5 En algunas realizaciones, el tercer material 62 fibroso es hecho pasar a través de una tercera criba para producir un cuarto material fibroso. El cuarto material fibroso puede ser, p.ej., hecho pasar a través de una cuarta criba para producir un quinto material. Se pueden repetir procedimientos de cribado similares tantas veces como se desee para producir el material fibroso deseado que tenga las propiedades deseadas.

- 10 En algunas realizaciones, el material fibroso deseado incluye fibras que tienen una relación longitud a diámetro media mayor que 5 y que tienen una desviación estándar de la longitud de fibra que es menos que sesenta por ciento de la longitud media. Por ejemplo, la relación longitud a diámetro media puede ser mayor que 10/1, p.ej., mayor que 25/1, o mayor que 50/1, y la longitud media puede estar entre aproximadamente 0,5 mm y 2,5 mm, p.ej., entre aproximadamente 0,75 mm y 1,0 mm. Una anchura media del material fibroso puede estar entre aproximadamente 5 μm y 50 μm , p.ej., entre aproximadamente 10 μm y 30 μm . Por ejemplo, la desviación estándar puede ser menos que 50 por ciento de la longitud media, p.ej., menos que 40 por ciento, menos que 30 por ciento, menos que 25 por ciento, menos que 20 por ciento, menos que 10 por ciento, menos que 5 por ciento, o incluso menos que 1 por ciento de la longitud media. Un material fibroso deseable puede tener, p.ej., un área superficial BET mayor que 0,5 m^2/g , p.ej. mayor que 1,0 m^2/g , mayor que 1,5 m^2/g , mayor que 1,75 m^2/g , mayor que 5 m^2/g , mayor que 10,0 m^2/g , mayor que 25,0 m^2/g , mayor que 50,0 m^2/g , mayor que 75,0 m^2/g , o incluso mayor que 100,0 m^2/g . Un material deseado puede tener, p.ej., una porosidad mayor que 70 por ciento, p.ej., mayor que 80 por ciento, mayor que 87,5 por ciento, mayor que 90 por ciento, mayor que 92,5 por ciento, mayor que 95, mayor que 97,5, incluso mayor que 99 por ciento. Una realización particularmente preferida tiene un área superficial BET mayor que 1,25 m^2/g y una porosidad mayor que 85 por ciento.

Ejemplos

- 25 Las micrografías electrónicas de barrido se obtuvieron en un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo JEOL 65000. Las longitudes y anchuras (es decir, diámetros) de fibra fueron determinadas por Integrated Paper Services, Inc., Appleton, WI, usando un analizador automatizado (TAPPI T271). El área superficial BET fue determinada por Micromeritics Analytical Services, como lo fueron la porosidad y la densidad aparente.

Ejemplo 1 - Preparación de material fibroso cizallado dos veces a partir de cartón Kraft blanqueado

- 30 Se obtuvo de International Paper un palé de 680 kg (1.500 libras) de cartón blanco Kraft blanqueado virgen que tenía una densidad aparente de 0,48 g/cm^3 (30 lb/ft^3). Se cortó el material en trozos de 209,6 mm (8 1/4 pulgadas) por 279,4 mm (11 pulgadas) usando una cortadora de guillotina, y se alimentó a una cortadora de cuchillas rotatorias Munson, Modelo SC30. La criba de descarga tenía aberturas de 1,59 mm (1/16 de pulgada). El espacio entre las cuchillas rotatorias y fijas se ajustó a aproximadamente 0,51 mm (0,020 pulgadas). La cortadora de cuchillas rotatorias cortó los trozos similares a confeti, liberando un material fibroso a una velocidad de aproximadamente 0,453 kg (una libra) por hora. El material que resultó del primer cizallamiento fue alimentado de vuelta a la misma configuración descrita anteriormente y cizallado de nuevo. El material fibroso resultante tuvo un área superficial BET de 1,4408 m^2/g +/- 0,0156 m^2/g , una porosidad de 90,8998 por ciento y una densidad aparente (a 3,65 kPa (@0,53 psia)) de 0,1298 g/ml . Una longitud media de las fibras fue 0,891 mm y una anchura media de las fibras fue 0,026 mm, dando una L/D media de 34:1. Se muestran micrografías electrónicas de barrido del material fibroso en las Figs. 15 y 16 a un aumento de 25 X y un aumento de 1.000 X, respectivamente.

Otras composiciones y usos de los materiales fibrosos

- 45 Si se desea, se puede retirar la lignina de cualquiera de los materiales fibrosos que incluyen lignina, tales como materiales lignocelulósicos. También, si se desea, el material fibroso puede ser esterilizado para matar cualesquiera microorganismos que puedan estar sobre el material fibroso. Por ejemplo, el material fibroso puede ser esterilizado exponiendo el material fibroso a radiación, tal como radiación infrarroja, radiación ultravioleta, o una radiación ionizante, tal como radiación gamma. Los materiales fibrosos también pueden ser esterilizados calentando el material fibroso bajo condiciones y durante un tiempo suficiente para matar cualesquiera microorganismos, o empleando un esterilizante químico, tal como lejía (p.ej., hipoclorito de sodio), clorhexidina u óxido de etileno.
- 50 Cualquiera de los materiales fibrosos puede ser lavado, p.ej., con un líquido tal como agua, para retirar cualesquiera impurezas y/o contaminantes indeseables.

En una aplicación específica, los materiales fibrosos se pueden usar como materia prima para diversos microorganismos, tales como levaduras y bacterias, que pueden fermentar o actuar de otro modo sobre los materiales fibrosos para producir un combustible, p.ej., un alcohol, un ácido orgánico, un hidrocarburo o hidrógeno.

- 55 El alcohol producido puede ser un alcohol monohidroxi, p.ej., etanol, o un alcohol polihidroxi, p.ej., etilenglicol o glicerina. Ejemplos de alcoholes que se pueden producir incluyen metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, glicerina, o mezclas de estos alcoholes. El ácido orgánico producido puede

ser un ácido monocarboxílico o un ácido policarboxílico. Ejemplos de ácidos orgánicos incluyen ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido glicólico, ácido láctico, ácido γ -hidroxibutírico o mezclas de estos ácidos. El hidrocarburo producido puede ser, p.ej., un alcano o un alqueno. Ejemplos de hidrocarburos que se pueden producir incluyen metano, etano, propano, isobuteno, pentano, n-hexano o mezclas de estos hidrocarburos.

Una fuente de fibra que incluye una fuente de fibra celulósica y/o lignocelulósica se cizalla para proporcionar un primer material fibroso. Después el primer material fibroso se hace pasar a través de una primera criba que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material fibroso. El segundo material fibroso es combinado con una bacteria y/o enzima, en esta realización particular, la bacteria y/o enzima es capaz de utilizar el segundo material fibroso directamente sin pretratamiento para producir un combustible que incluye hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo.

Antes de la combinación con la bacteria y/o enzima, el material fibroso es esterilizado para matar cualesquiera microorganismos que puedan estar sobre el material fibroso. El material fibroso es esterilizado exponiendo el material fibroso a una radiación ionizante, tal como radiación gamma.

En una realización particular el material celulósico y/o lignocelulósico del material fibroso es descompuesto primero en azúcares de peso molecular más bajo, que son añadidos después a una disolución de levaduras y/o bacterias que fermentan los azúcares de peso molecular más bajo para producir etanol. El material celulósico y/o lignocelulósico puede ser descompuesto usando productos químicos, tales como ácidos o bases, mediante enzimas, o mediante una combinación de los dos. La hidrólisis química de materiales celulósicos es descrita por Bjerre, en *Biotechnol. Bioeng.*, 49:568 (1996) y Kim en *Biotechnol. Prog.*, 18:489 (2002).

Estrategias para producir bioetanol son discutidas por DiPardo en *Journal of Outlook for Biomass Ethanol Production and Demand (EIA Forecasts)*, 2002; Sheehan en *Biotechnology Progress*, 15:8179, 1999; Martin en *Enzyme Microbes Technology*, 31:274, 2002; Greer en *BioCycle*, 61-65, abril de 2005; Lynd en *Microbiology and Molecular Biology Reviews*, 66:3, 506-577, 2002; Ljungdahl et al. en la patente de EE.UU. N° 4.292.406; y Bellamy en la patente de EE.UU. N° 4.094.742.

Haciendo referencia ahora a la Fig. 19, un material fibroso que tiene una baja densidad aparente puede ser combinado con un microorganismo, p.ej., levaduras o bacterias liofilizados, y/o una enzima, y después ser densificado de manera reversible hasta una composición de material fibroso que tiene una densidad aparente más alta. Por ejemplo, una composición de material fibroso que tiene una densidad aparente de $0,05 \text{ g/cm}^3$ puede ser densificada sellando el material fibroso en una estructura relativamente impermeable a los gases, p.ej., una bolsa hecha de polietileno o una bolsa hecha de capas alternantes de polietileno y un náilon, y evacuando después el gas atrapado, p.ej., aire, de la estructura. Después de la evacuación del aire de la estructura, el material fibroso puede tener, p.ej., una densidad aparente mayor que $0,3 \text{ g/cm}^3$, p.ej., $0,5 \text{ g/cm}^3$, $0,6 \text{ g/cm}^3$, $0,7 \text{ g/cm}^3$ o más, p.ej., $0,85 \text{ g/cm}^3$. Esto puede ser ventajoso cuando es deseable transportar el material fibroso a otra ubicación, p.ej., una planta de fabricación remota, donde la composición de material fibroso puede ser añadida a una disolución, p.ej., para producir etanol. Después de perforar la estructura sustancialmente impermeable a los gases, el material fibroso densificado se revierte a casi su densidad aparente inicial, p.ej., más que 60 por ciento de su densidad aparente inicial, p.ej., 70 por ciento, 80 por ciento, 85 por ciento o más, p.ej., 95 por ciento de su densidad aparente inicial. Para reducir la electricidad estática en el material fibroso, se puede añadir un agente antiestático al material fibroso. Por ejemplo, se puede añadir al material fibroso un compuesto químico antiestático, p.ej., un compuesto catiónico, p.ej., un compuesto de amonio cuaternario.

En algunas realizaciones, la estructura, p.ej., bolsa, está formada por un material que se disuelve en un líquido, tal como agua. Por ejemplo, la estructura puede estar formada a partir de un poli(alcohol vinílico) para que se disuelva cuando esté en contacto con un sistema basado en agua. Tales realizaciones permiten añadir estructuras densificadas directamente a disoluciones, p.ej., que incluyen un microorganismo, sin liberar primero el contenido de la estructura, p.ej., por corte.

Otras realizaciones

Aunque se han descrito ciertas realizaciones, son posibles otras realizaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un combustible, comprendiendo el método:
- cizallar una fuente (10) de fibra para proporcionar un primer material (12) fibroso;
- 5 hacer pasar el primer material (12) fibroso a través de una primera criba (16) que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material (14) fibroso; y
- combinar el segundo material (14) fibroso con una bacteria y/o enzima, utilizando la bacteria y/o enzima el segundo material (14) fibroso para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo, y en donde antes de la combinación con la bacteria y/o enzima el material fibroso ha sido esterilizado exponiendo el material fibroso a una radiación ionizante.
- 10 2. El método de la reivindicación 1, en donde el alcohol se selecciona del grupo que consiste en metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, etilenglicol, propilenglicol, 1,4-butanodiol, glicerina, y mezclas de los mismos.
3. El método de la reivindicación 1, en donde el ácido orgánico se selecciona del grupo que consiste en ácido fórmico, ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido valérico, ácido caproico, ácido palmítico, ácido esteárico, ácido oxálico, ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido glicólico, ácido láctico, ácido γ -hidroxibutírico y mezclas de los mismos.
- 15 4. El método de la reivindicación 1, en donde el hidrocarburo se selecciona del grupo que consiste en metano, etano, propano, isobuteno, pentano, n-hexano y mezclas de los mismos.
5. El método de la reivindicación 1, en donde el segundo material (14) fibroso tiene un área superficial BET mayor que aproximadamente 0,25 m²/g.
- 20 6. El método de la reivindicación 1, en donde el segundo material (14) fibroso tiene un área superficial BET mayor que aproximadamente 1,25 m²/g.
7. El método de la reivindicación 1, en donde el segundo material (14) fibroso tiene una porosidad mayor que aproximadamente 85 por ciento.
- 25 8. Un método para preparar un combustible, que comprende:
- cizallar una fuente (10) de fibra para proporcionar un primer material (12) fibroso; y
- hacer pasar el primer material (12) fibroso a través de una primera criba (16) que tiene un tamaño de abertura medio de aproximadamente 1,59 mm o menos (1/16 de pulgada, 0,0625 pulgadas) para proporcionar un segundo material (14) fibroso;
- hidrolizar el segundo material (14) fibroso para proporcionar un material hidrolizado; y
- 30 combinar el material hidrolizado con una bacteria y/o enzima, utilizando la bacteria y/o enzima el material hidrolizado para producir un combustible que comprende hidrógeno, un alcohol, un ácido orgánico y/o un hidrocarburo, y en donde antes de la combinación con la bacteria y/o enzima el material fibroso ha sido esterilizado exponiendo el material fibroso a una radiación ionizante.
9. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la fuente (10) de fibra comprende un material celulósico o lignocelulósico.
- 35 10. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde la fuente (10) de fibra se selecciona del grupo que consiste en madera, hierbas, cáscaras de arroz, bagazo, algodón, yute, heno, lino, bambú, sisal, abacá, paja, mazorcas de maíz, pelo de coco y papel.
11. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde la fuente (10) de fibra se corta antes del cizallamiento.
- 40 12. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el cizallamiento se realiza con una cortadora (20) de cuchillas rotatorias.
13. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el segundo material (14) fibroso ha sido cizallado y el material fibroso resultante hecho pasar a través de la primera criba (16) o a través de una segunda criba (60) que tiene un tamaño de abertura medio menor que la primera criba (16).
- 45 14. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en donde la radiación ionizante es radiación gamma.
15. El método de la reivindicación 1, en donde la bacteria y/o enzima es capaz de utilizar el segundo material (14) fibroso sin pretratamiento para producir el combustible.

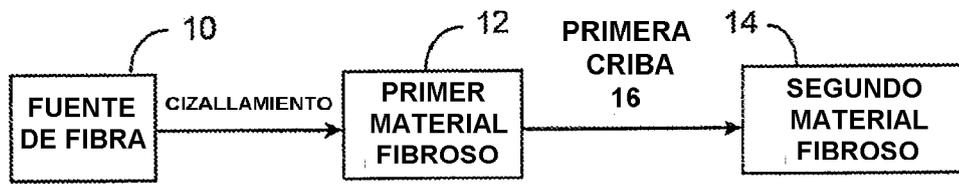


FIG. 1

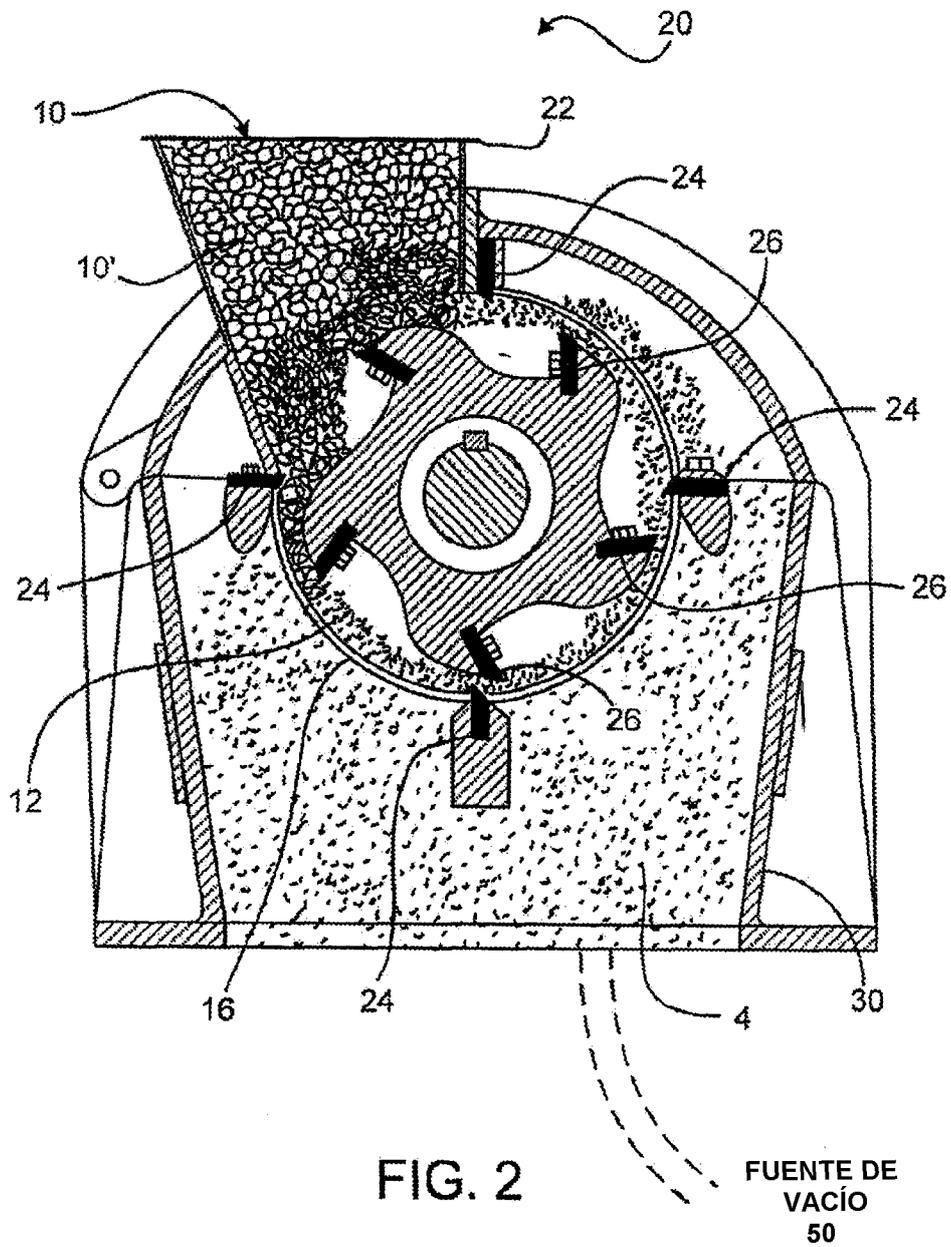


FIG. 2

FUENTE DE
VACÍO
50

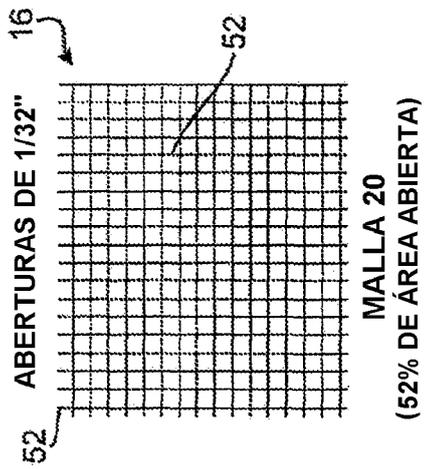


FIG. 3

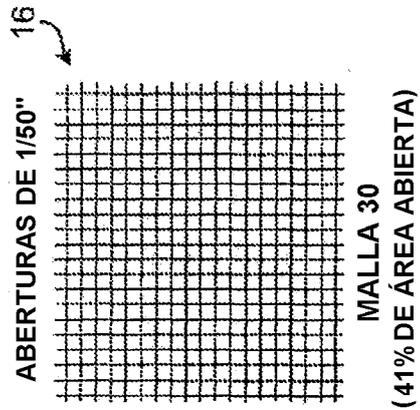


FIG. 4

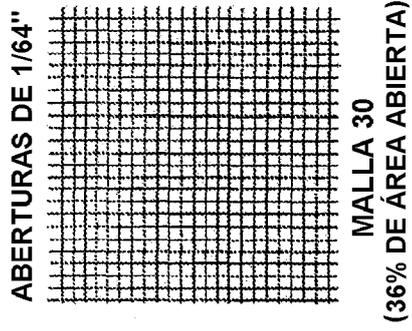


FIG. 5

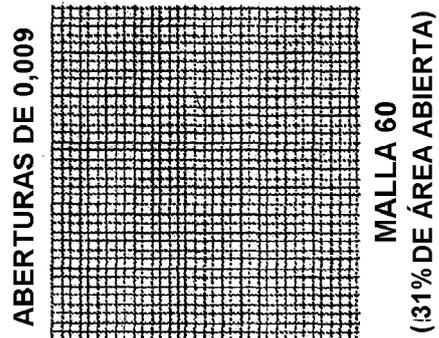


FIG. 6

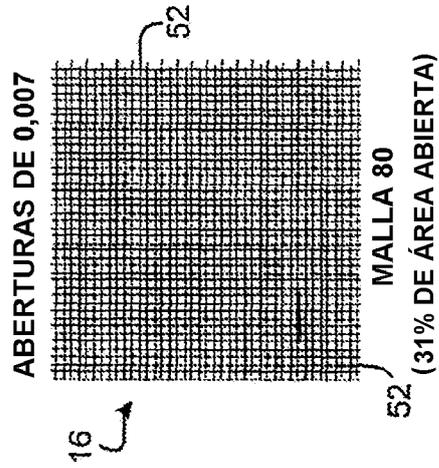


FIG. 7

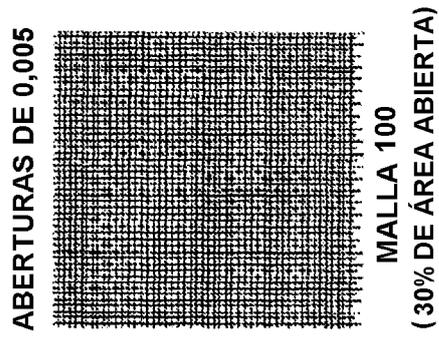


FIG. 8

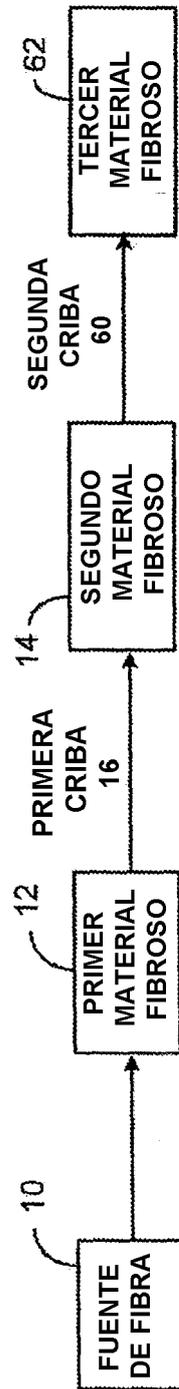


FIG. 9

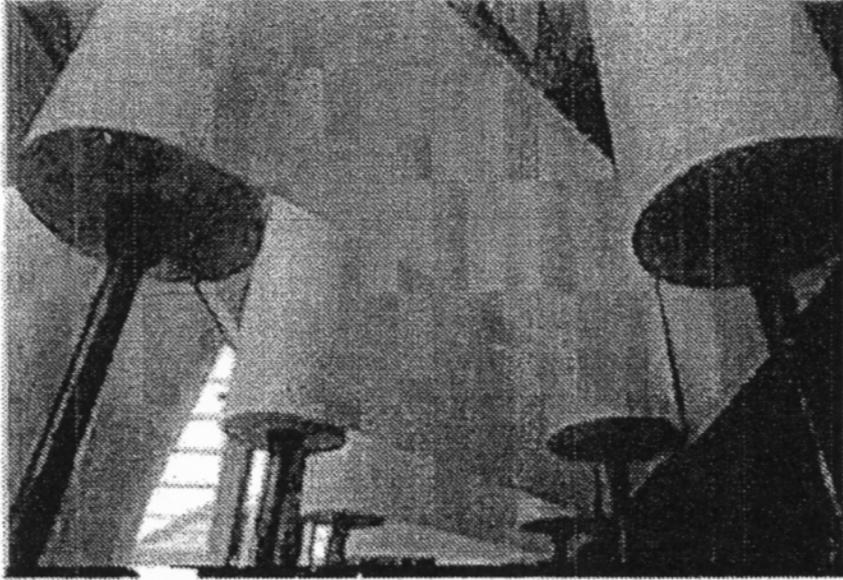
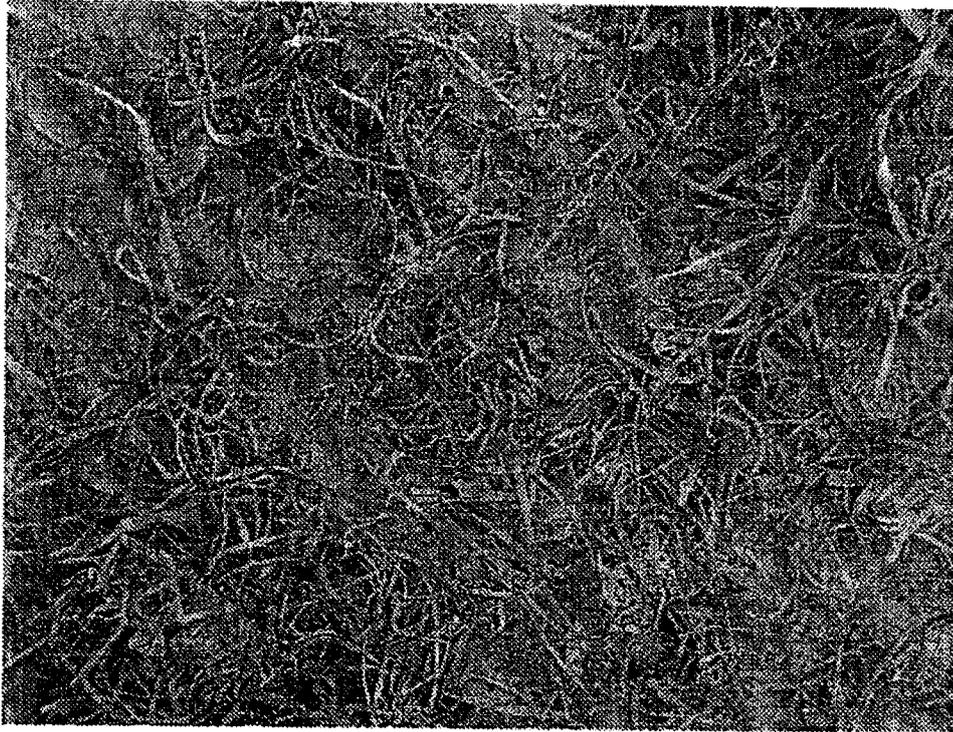


FIG. 10B



FIG. 10A



X25 1mm

FIG. 11

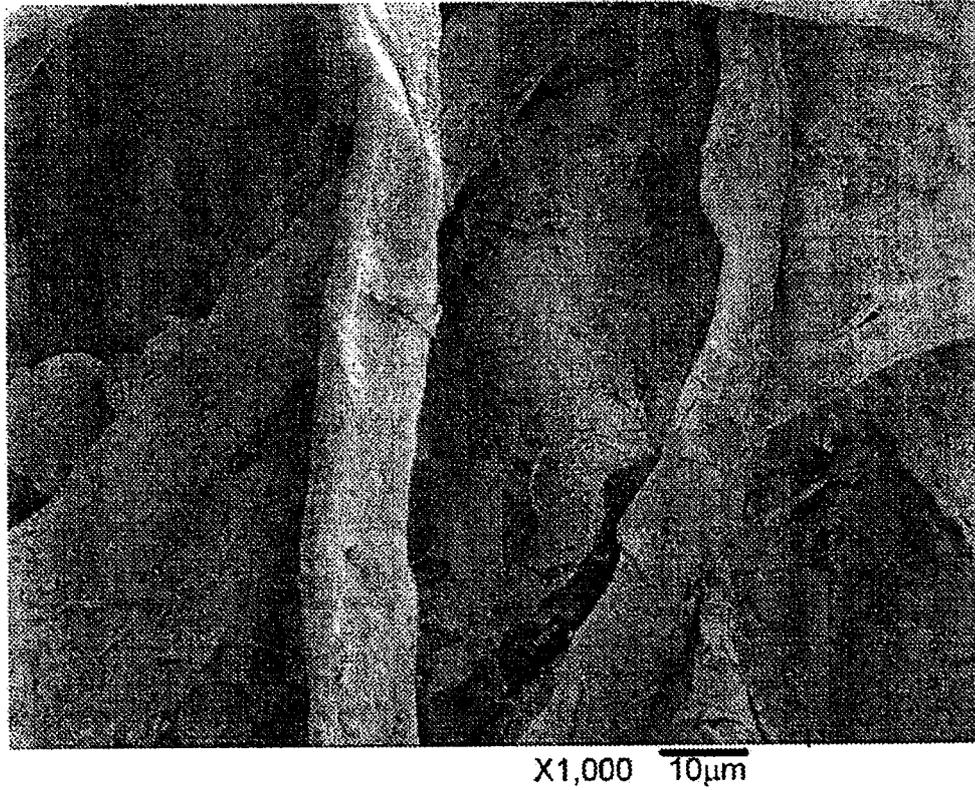


FIG. 12



X25 1mm

FIG. 13

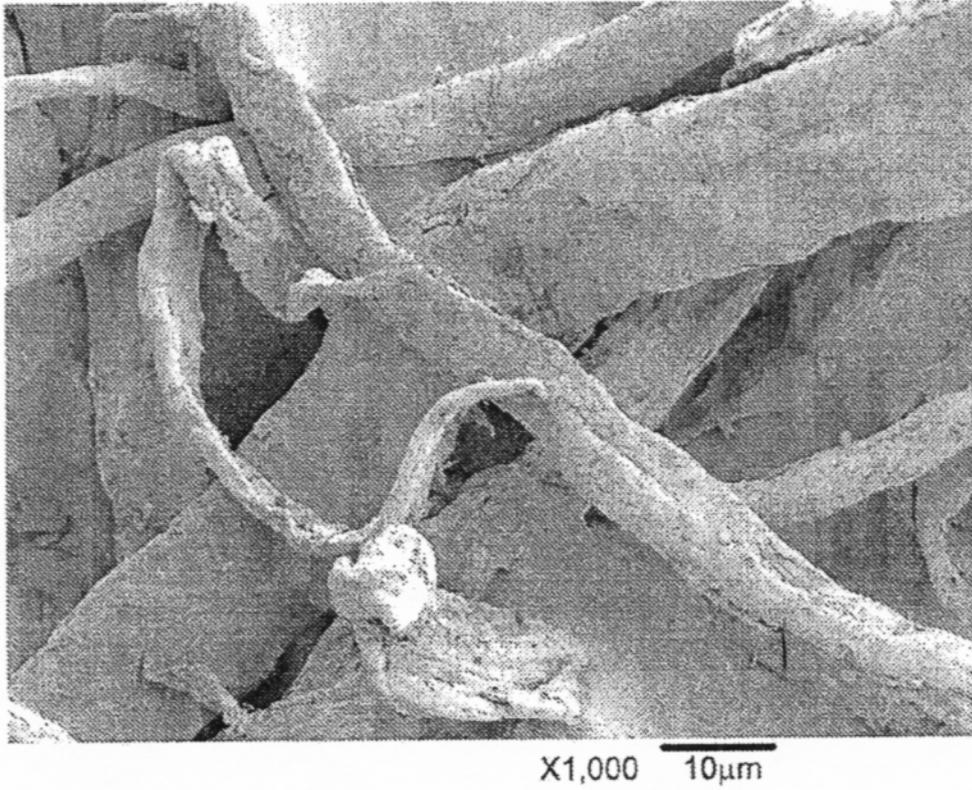
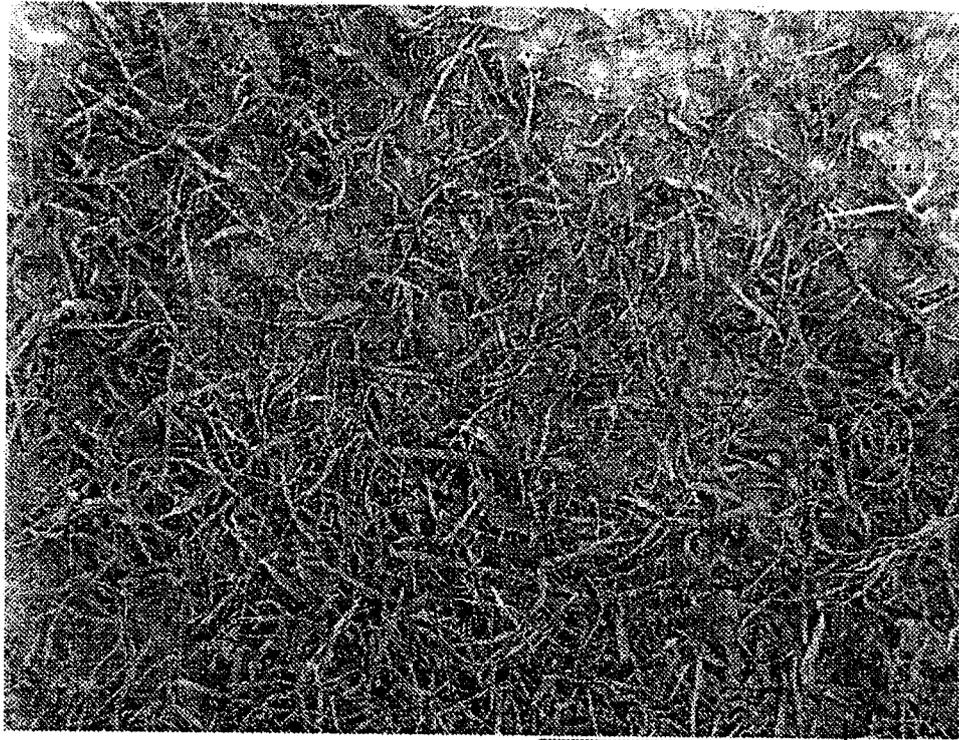


FIG. 14



X25 1mm

FIG. 15

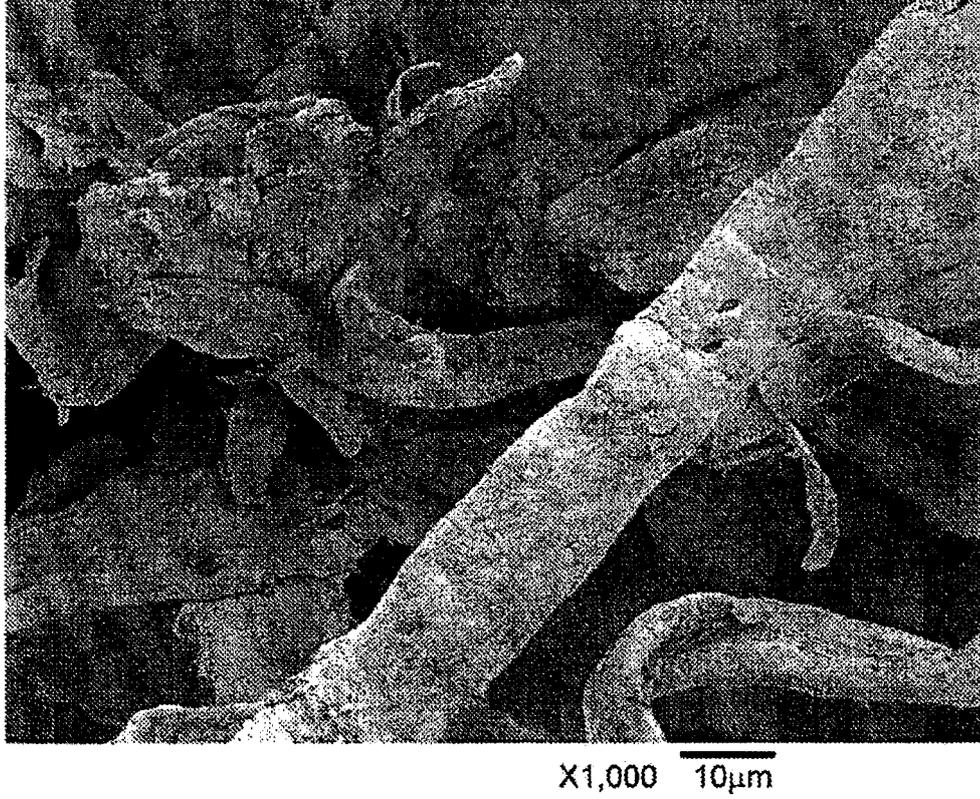
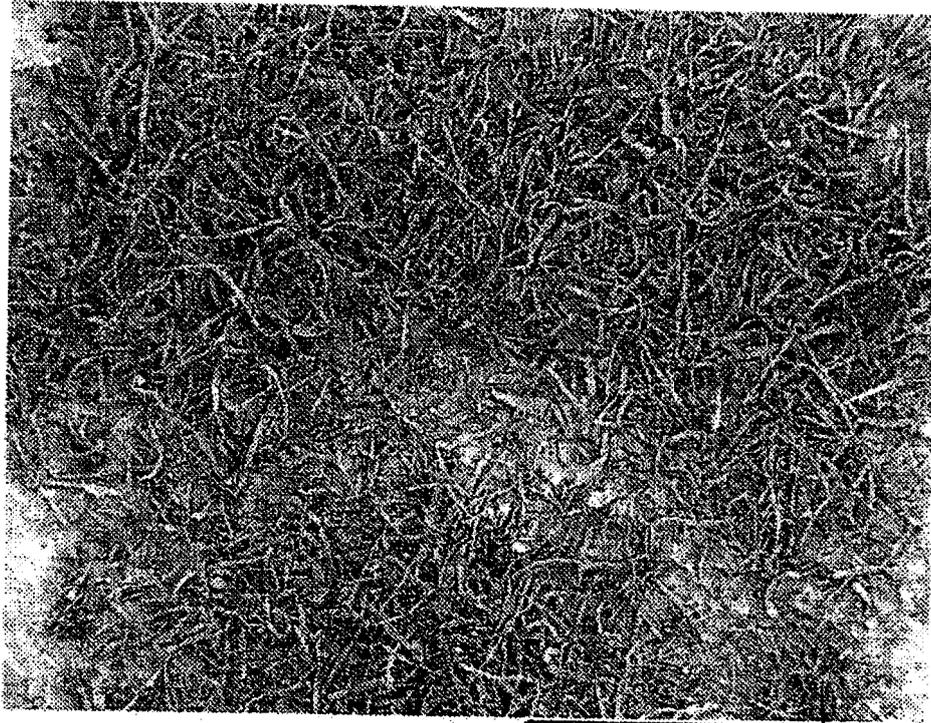
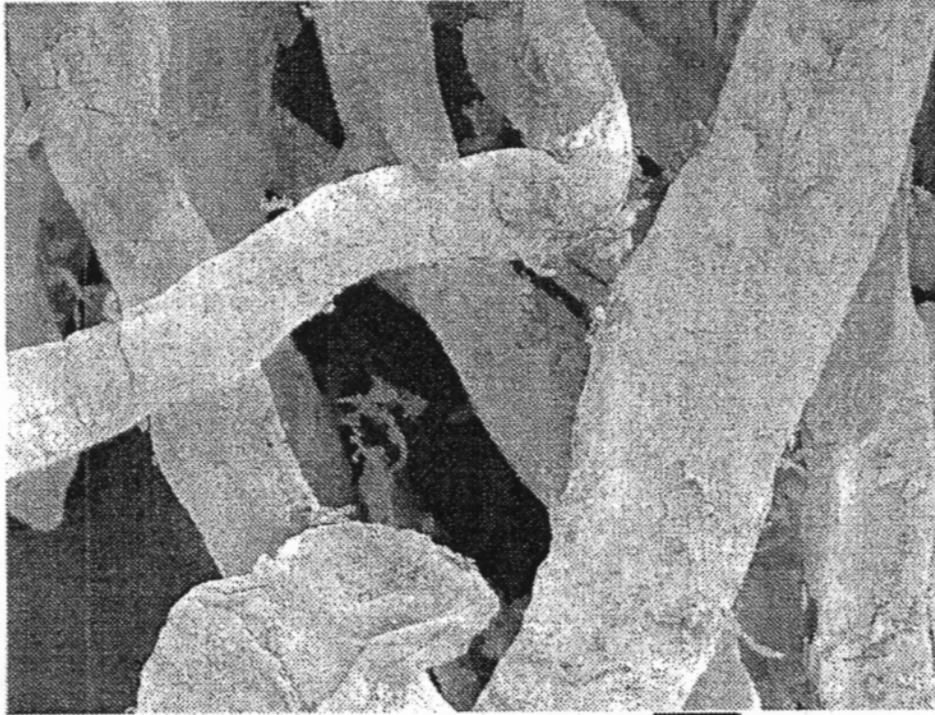


FIG. 16



X25 1mm

FIG. 17



X1,000 10µm

FIG. 18

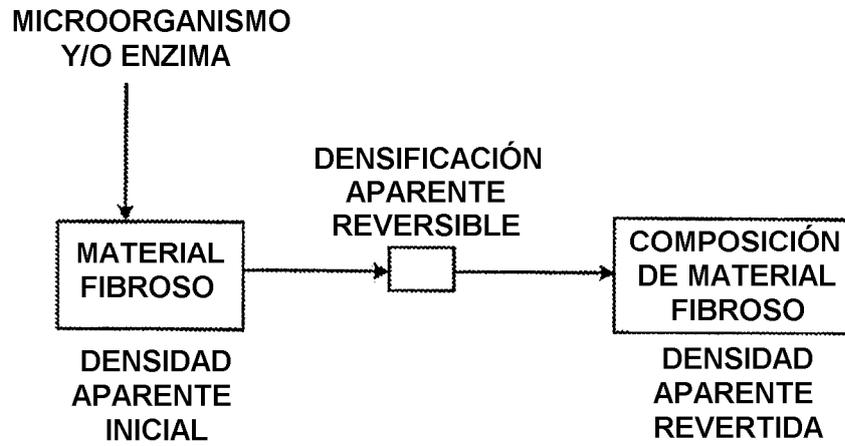


FIG. 19