

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 636 847**

51 Int. Cl.:

C13K 1/02 (2006.01)

C13K 13/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.03.2014 PCT/DE2014/100080**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.09.2014 WO14139515**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.03.2014 E 14717092 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.05.2017 EP 2981626**

54 Título: **Procedimiento para la descomposición de biomasa lignocelulósica**

30 Prioridad:

12.03.2013 DE 102013102452

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

09.10.2017

73 Titular/es:

**STUDIENGESELLSCHAFT KOHLE MBH (100.0%)
Kaiser-Wilhelm-Platz 1
45470 Mülheim an der Ruhr, DE**

72 Inventor/es:

**KÄLDSTRÖM, MATS;
RINALDI, ROBERTO;
MEINE, NIKLAS y
SCHÜTH, FERDI**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 636 847 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 para la descomposición de biomasa lignocelulósica

- 5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la descomposición de biomasa lignocelulósica, en el que se degradan materiales de partida que contienen lignocelulosa en productos de degradación y a partir de los productos de degradación, las fracciones solubles en agua, se llevan a disolución y las fracciones insolubles en agua, que se componen esencialmente de lignina, se separan en forma precipitada.
- 10 En el estado de la técnica, es desde hace tiempo objeto de extensos estudios el uso de biomasa como material de base para combustibles y para materias primas químicas. A este respecto, celulosa y lignina como componente principal de biomasa que contiene lignocelulosa se consideran como posible materia prima. Para obtener productos adecuados y procesables, la lignocelulosa tiene que romperse en moléculas más pequeñas.
- 15 Un uso de la lignocelulosa tiene lugar desde tiempo inmemoriales al menos en forma de madera como material de construcción y combustible. La fracción de celulosa se usa para la producción de papel. La lignina se considera, por regla general una sustancia de desecho e impureza, que debería encontrarse en la menor cantidad posible en la lignocelulosa usada. En el estado de la técnica se intenta en parte usar lignocelulosa de cereales, paja, junco, madera, papel y residuos que contienen celulosa como materia prima reciclable para diferentes materias primas químicas. En particular, los compuestos de tipo fenol en la lignina sirven como posible materia prima para el aprovechamiento de la materia.
- 20 En el estado de la técnica se conoce una pluralidad de documentos que tratan el uso de biomasa. En la mayoría de los casos, a este respecto se trata de procedimientos para la hidrólisis catalizada por ácido de biomasa que contiene celulosa. Así, el documento US 2003/199049 divulga la impregnación de biomasa con un ácido diluido, secado e hidrólisis con la alimentación de vapor de agua.
- 25 El documento EP 0 081 678 A1 divulga así mismo la impregnación de biomasa con ácido sulfúrico diluido, drenaje e hidrólisis con la alimentación de vapor de agua.
- 30 El documento DE 33 12 450 A1 divulga la impregnación de un material que contiene celulosa con ácido diluido, secado del material e hidrólisis. El material puede desfibrarse entre la hidrólisis previa y la hidrólisis principal.
- 35 También el documento US 2010/126501 divulga la hidrólisis catalizada por ácido de biomasa. Por consiguiente, las fibras de celulosa se procesan en heteropoliácidos casi fundidos. La relación entre material fibroso con respecto a heteropoliácido asciende, de forma superequimolar, a 1:1-1:4, y la reacción se lleva a cabo a temperaturas de hasta 120 °C. El sustrato atraviesa una hidrólisis tras suspensión con fibras de celulosa en los heteropoliácidos pseudofundidos.
- 40 El documento WO 03/046227 divulga un procedimiento para el tratamiento de una masa de madera con un ácido diluido en solución, empleándose las fuerzas mecánicas para el tratamiento previo de la madera, para destruir la estructura de madera y prensando a continuación el sustrato en el molino de discos dentados, para reducirse el contenido en agua en el material y facilitar la absorción del ácido diluido en el interior de la estructura de madera rota. La hidrólisis se lleva a cabo a este respecto después del contacto de las fibras con vapor a temperaturas de
- 45 160 °C.
- El documento GB 376 323 A se refiere a un procedimiento en el que allí la absorción de un disolvente orgánico en una relación en peso del 20-200 % en peso del sustrato, transferencia del sustrato así impregnado a un tambor giratorio y alimentación de vapores de cloruro de hidrógeno, para disgregar el sustrato. Los productos obtenidos de acuerdo con este procedimiento son insolubles en disolventes orgánicos y en agua.
- 50 Así mismo, el documento US 4.292.089 divulga la suspensión de paja de trigo en una solución de ácido clorhídrico al 40 % en peso en un rotavapor, introduciéndose gas cloruro de hidrógeno en la suspensión, de modo que la concentración de cloruro de hidrógeno permanece en la zona de la saturación. De acuerdo con este tratamiento se solubiliza la paja de trigo en la solución de cloruro de hidrógeno concentrada y a este respecto no se emplea ninguna fuerza mecánica para la despolimerización del sustrato lignocelulósico.
- 55 El uso de lignocelulosa como materia prima para biocombustibles se lleva a cabo también con la producción de bioetanol.
- 60 De este modo, el documento EP2468875 se refiere a un procedimiento biotécnico integrado que produce biocombustible y/o material de partida para biocombustible y usa un microorganismo que contiene enzimas. A este respecto se cultivan microorganismos y se emplea un sobrenadante o una fracción enriquecida con proteína que comprenden enzima(s) catalíticamente activa(s).
- 65

Así mismo, el documento EP 2479821 describe un procedimiento para el tratamiento de material de lignocelulosa que comprende las etapas: triturar el sustrato de lignocelulosa, mezclar las partículas obtenidas con agua y dispersar la mezcla por medio de molino coloidal para dar una suspensión, homogeneizar a alta presión la suspensión, para obtener partículas con un diámetro de partícula de 10-40 μm así como tamponar la suspensión con acetato de sodio y solución tampón de ácido acético, y entonces añadir las enzimas celulasa- y xilanas-glucosidasa y realizar la enzimólisis durante 36-72 horas.

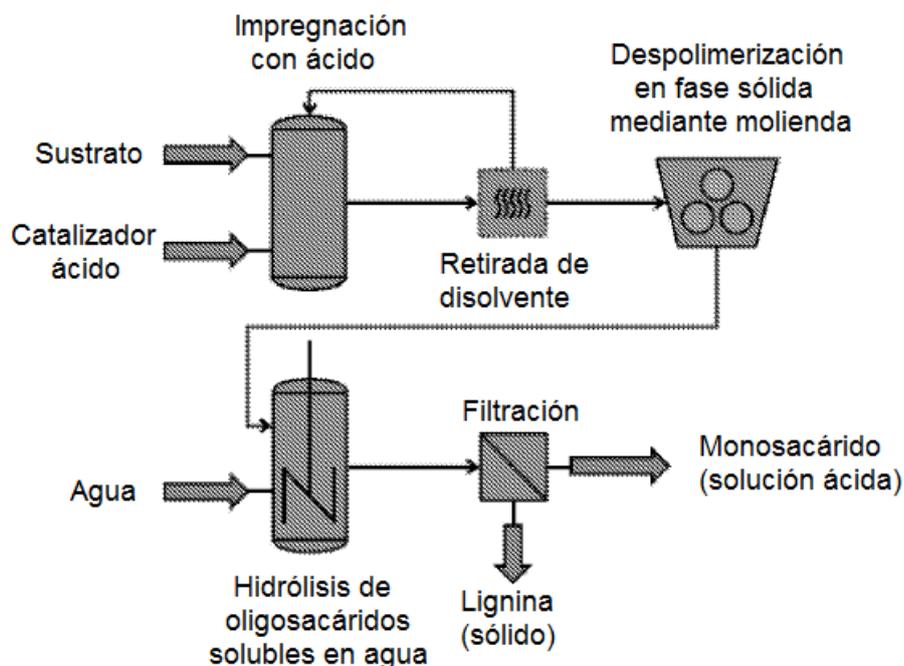
Los procedimientos conocidos en el estado de la técnica para el procesamiento de biomasa, inclusive la obtención de lignina a partir de biomasa lignocelulósica, son sin embargo mejorables en cuanto a la simplicidad de los procedimientos y sus rendimientos. En la mayoría de los casos, estos procedimientos son costosos en cuanto a los aparatos y por las condiciones de procedimiento.

La presente invención se basa por lo tanto en el objetivo de proporcionar un procedimiento con el que, de manera sencilla y eficiente, pueden obtenerse lignina y productos de degradación con alto rendimiento, a partir de materiales que contienen lignocelulosa.

Teniendo en cuenta el conocimiento de que debería ser necesario un tratamiento previo para la conversión eficiente de la lignocelulosa, los inventores han descubierto que con una cantidad catalítica de un ácido fuerte (por ejemplo, HCl, H₂SO₄ y otros) mediante un empapado llevado a cabo en fase líquida o gaseosa de los materiales de partida que contienen lignocelulosa, denominado de acuerdo con la invención también impregnación, es una etapa muy importante, para obtener productos de descomposición bajo la acción de fuerzas mecánicas sobre los materiales de partida cargados con ácido y preferentemente secados, que pueden separarse de manera sencilla en productos solubles en agua e insolubles en agua.

Por consiguiente, es objeto de la presente invención un procedimiento para la descomposición de biomasa lignocelulósica, en el que en una primera etapa se empapan o impregnan materiales de partida que contienen lignocelulosa con un ácido en fase líquida o gaseosa, los materiales de partida impregnados/cargados con ácido y preferentemente secados, en una segunda etapa, se ponen en contacto bajo la acción de energía mecánica, convirtiéndose los materiales que contienen lignocelulosa en un residuo de descomposición soluble en agua, en una tercera etapa el residuo de descomposición se disuelve en agua o un disolvente miscible con agua y se hidroliza. A este respecto, el residuo de descomposición se separa en fracciones solubles en agua y fracciones insolubles en agua.

El procedimiento de acuerdo con la invención se ilustra adicionalmente en el siguiente Esquema 1.



Esquema 1. Representación esquemática del procedimiento para el fraccionamiento de la biomasa vegetal en monosacáridos solubles en agua y ligninas

El procedimiento de acuerdo con la invención para la descomposición de biomasa lignocelulósica comprende en una primera etapa el tratamiento de los materiales de partida que contienen lignocelulosa con un ácido, que puede encontrarse en fase líquida o gaseosa y con el que se empapan o impregnan los materiales de partida. Los

5 materiales de partida así impregnados/cargados con y preferentemente secados, en una segunda etapa, se ponen en contacto bajo la acción de energía mecánica, llevándose a cabo el tratamiento mecánico al menos hasta que los productos de degradación o escisión del material lignocelulósico son solubles en agua en más del 60 % en peso, preferentemente más del 70 % en peso, especialmente más del 80 % en peso, muy especialmente más del 90 % en peso, con respecto al material lignocelulósico empleado. En función del material de partida y la cantidad, este tratamiento mecánico puede llevarse a cabo hasta varias horas. El residuo de descomposición formado se recoge en una tercera etapa en agua, en un disolvente miscible con agua o mezclas de los mismos, y la dispersión o solución obtenida caliente hasta una temperatura de más de 40 °C, especialmente más de 60 °C, muy especialmente más de 80 °C y de manera ventajosa más de 100 °C, en un reactor que puede hacerse funcionar de manera continua, o un autoclave hasta 200 °C, especialmente entre 100 °C y 140 °C a lo largo de un periodo de tiempo de hasta 24 horas.

15 En el caso más sencillo, el residuo de descomposición se recoge con agua o en un disolvente miscible con agua, tal como metanol, etanol, acetona, que puede encontrarse en mezcla y también como mezcla con hasta el 40 % en peso con agua, y se llevan a disolución las fracciones solubles en agua. Las fracciones que se componen esencialmente de lignina, se precipitan a partir de la solución de descomposición como insoluble en agua, preferentemente mediante calentamiento de la solución de descomposición, y en forma precipitada.

20 Las fracciones solubles en agua se componen esencialmente de hidratos de carbono tales como celobiosa, glucosa y xilosa.

25 A este respecto, el material lignocelulósico no está limitado a materiales ya purificados, incluso productos naturales no tratados tales como madera tal como madera de picea, pueden convertirse con rendimientos de al menos el 75 % o el 87 % después de 2 horas de molienda, madera de haya o bagazo de caña de azúcar, incluso con rendimientos por encima del 99 % en productos solubles en agua después de 2 horas de molienda.

30 En la realización del procedimiento de acuerdo con la invención se emplea un ácido, seleccionado de ácidos inorgánicos, ácidos orgánicos o mezclas de los mismos. A este respecto, el ácido en el procedimiento de acuerdo con la invención se emplea en cantidades catalíticas. Preferentemente, el ácido se emplea en una cantidad de 0,0001 a 1 mmol, especialmente de 0,001 a 1 mmol, muy especialmente de 0,01 a 1 mmol, en cada caso por g de material lignocelulósico.

35 El empapado de los sustratos que contienen lignocelulosa con un ácido fuerte puede llevarse a cabo con una solución ácida diluida (desde 0,0001 hasta 6 mol/l) del ácido en un disolvente con un bajo punto de ebullición (por ejemplo, dimetil éter, dietil éter, metiletil éter, terc-butilmetil éter, acetona, pentano, hexano, heptano, dióxido de carbono supercrítico, acetato de etilo, acetato de metilo, metanol, diclorometano, etc.) o mezclas de los mismos, pudiendo retirarse de forma sencilla el disolvente en una etapa de procedimiento siguiente, por ejemplo mediante aplicación de una subpresión o suministro de calor.

40 Para poder evitar una etapa de procedimiento para retirar el disolvente, el sustrato puede tratarse como alternativa con un ácido gaseoso. En este caso, el material lignocelulósico puede exponerse a HCl gaseoso, SO₃ u otros ácidos gaseosos. En caso deseado, puede tener lugar también una combinación de empapado con la impregnación de formas gaseosas, también con distintos ácidos.

45 Se obtienen resultados de conversión especialmente buenos cuando el ácido inorgánico presenta un valor de pKs < 3, preferentemente, el valor de pKs del ácido se encuentra entre -14 y 2. Ejemplos adecuados de ácidos inorgánicos son ácidos minerales tales como ácido sulfúrico, dióxido de azufre, trióxido de azufre, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido fosfowolfrámico y ácido nítrico, siendo menos preferido el ácido nítrico.

50 Se obtienen también resultados de conversión especialmente buenos cuando el ácido orgánico presenta un valor de pKs < 3, preferentemente el valor de pKs del ácido se encuentra entre -14 y 2. Ejemplos adecuados de ácidos orgánicos son ácidos bencenosulfónicos y sus derivados, ácido haloalcanocarboxílico, tal como ácido trifluoroacético, o ácido metanosulfónico, ácido trifluoroacético y ácido oxálico y derivados de los mismos.

55 Pueden emplearse también mezclas de los ácidos anteriores. Se prefieren ácidos con un valor de pKs inferior a -2.

60 Para llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con la invención ha resultado ser significativo que el ácido no se ponen directamente en contacto con la lignocelulosa, sino que el material lignocelulósico se impregna en una primera etapa de procedimiento con una solución del ácido en un disolvente adecuado y/o con un ácido gaseoso. Si el empapado debe tener lugar en una solución, son adecuados aquellos disolventes o mezclas de los mismos, que no influyen negativamente en la reacción, tales como agua y disolventes orgánicos tales como dietil éter, diclorometano, etanol, metanol, THF, acetona, benceno, hidrocarburos más ligeros (por ejemplo, hidrocarburos que contienen de cuatro a siete átomos de carbono) y cualquier otro disolvente polar o no polar, en el que es soluble el ácido empleado, o que permite un buen mezclado de lignocelulosa y ácido en una dispersión, y que tiene un punto de ebullición de 100 °C e inferior. En esta posible etapa de procedimiento, la solución o dispersión del ácido se mezcla con el material que contiene celulosa y se deja reposar opcionalmente durante un tiempo de hasta algunas horas, especialmente hasta 2 horas.

Antes del tratamiento mecánico del material lignocelulósico, el disolvente debe retirarse preferentemente de nuevo, por ejemplo mediante filtración y/o evaporación. En particular, cuando como disolvente se emplea un disolvente de bajo punto de ebullición con un punto de ebullición a presión normal de 30 a 80 °C, este puede retirarse de nuevo de manera sencilla, o bien mediante ligero calentamiento y/o mediante aplicación de una subpresión. El ácido, que tiene habitualmente un mayor punto de ebullición, permanece sobre el material lignocelulósico. A continuación, puede tener lugar el tratamiento mecánico del material lignocelulósico en presencia del ácido. Se estableció que el grado de conversión del material lignocelulósico puede aumentarse esencialmente mediante la impregnación del material lignocelulósico con ácido inorgánico y/u orgánico en presencia de un disolvente.

Tras la retirada del disolvente el material lignocelulósico cargado con ácido y preferentemente secado presentará una humedad residual inferior al 20 % en peso, especialmente inferior al 16 % en peso, con respecto al peso total del material lignocelulósico impregnado. Preferentemente, en el procedimiento adicional se usa un material lignocelulósico que presenta una humedad residual del 2 al 10 % en peso, con respecto al peso total del material lignocelulósico impregnado, lo que, en caso necesario, puede conseguirse mediante secado.

El tratamiento mecánico los sustratos lignocelulósicos cargados con ácido y secados puede tener lugar por ejemplo mediante molienda, extrusión o amasado o exposición a ondas mecánicas de alta energía tales como ultrasonido, por ejemplo con un molino de ultrasonido. Como molinos que no están limitados en su modo de funcionamiento de acuerdo con la invención, pueden emplearse también aquellos que, con el uso de elementos de molienda, trituran el producto de molienda, tales como, por ejemplo, molinos oscilantes, molinos agitadores, molinos de bolas agitadores, molinos de bolas, etc., molinos de martillos, o aquellos en los que el material que va a triturarse se tritura aprovechando la energía cinética de las partículas, tal como por ejemplo molinos de impacto, trituradora de impacto. Se prefieren especialmente molinos que permiten un uso a escala industrial, tales como molinos de martillos, molinos tubulares, pero también molinos de bolas. Como extrusora pueden emplearse todas las extrusoras conocidas por el estado de la técnica. Si el procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo en un molino de bolas, por ejemplo en un molino de bolas planetario, entonces han resultado adecuadas velocidades de giro de 400 a 1.200, preferentemente de 800 a 1.000 rpm. La velocidad de giro puede ser también más baja en el caso de instalaciones a escala industrial, pero el experto establecerá, en función del material empleado y del molino usado, la velocidad de giro, de modo que puede conseguirse un resultado optimizado. El tiempo de reacción, es decir, el tiempo en el que tiene lugar el tratamiento mecánico, asciende habitualmente a de 0,01 a 24 horas, siendo suficientes periodos de tiempo de 1,5 a 12, especialmente de 2 a 6 horas, para generar una mezcla de productos con un peso molecular inferior a 2000 Da, con el objetivo de obtener un rendimiento completo o al menos alto de productos solubles en agua.

El tratamiento mecánico se lleva a cabo de acuerdo con la invención al menos hasta que los productos de degradación o escisión del material lignocelulósico sean solubles en agua en más del 60 % en peso, preferentemente más del 70 % en peso, especialmente más del 80 % en peso, muy especialmente más del 90 % en peso, con respecto al material lignocelulósico empleado. Esto se consigue en función del dispositivo empleado para el tratamiento mecánico, el catalizador ácido y la cantidad del material lignocelulósico empleado, por regla general, con una duración de tratamiento de 2 a 6 horas, pudiendo determinarse esta duración de procedimiento por el experto en conocimiento de la instalación usada y los materiales lignocelulósicos empleados.

Tal como se estableció anteriormente, con el procedimiento de acuerdo con la invención pueden conseguirse conversiones casi cuantitativas de los materiales de lignocelulosa para dar productos solubles en agua. Se obtienen oligómeros de celulosa solubles en agua, celobiosa y otros productos, pudiendo evitarse en gran medida la formación de productos secundarios (por ejemplo, 5-hidroximetilfurfural, furfural, ácido levulínico, etc.).

Los productos obtenidos, en el contexto de la invención denominados en este caso también como productos de escisión de lignocelulosa, que, en particular después de la molienda en un molino de bolas, se encuentran en forma de polvo, se disuelven en agua.

El calentamiento de la solución acuosa de los productos de degradación o de escisión obtenidos del material que contiene celulosa se lleva a cabo a una temperatura de más de 80 °C, especialmente entre 100° y 200 °C, en particular de 120° a 160 °C, especialmente entre 130° y 150 °C, a lo largo de un periodo de tiempo de 0,005 a 24 horas, especialmente de 0,25 a 12 horas, en particular de 2 a 6 horas y entonces se separan los residuos sólidos generados, esencialmente lignina, mediante filtración.

Las ligninas obtenidas de acuerdo con la invención se caracterizan, en comparación con las ligninas obtenidas en el estado de la técnica, por ejemplo mediante el procedimiento de Kraft o de sulfito, este último con aproximadamente hasta el 9 % en peso de azufre, por un bajo contenido en azufre inferior al 0,05 % en peso. En principio, las distintas ligninas técnicas se diferencian en varias propiedades, que pueden influir a este respecto en su utilización. La diferencia esencial se encuentran en el tamaño molecular: la lignina Kraft tiene una masa molar de 2000 a 3000 g/mol, mientras que los lignosulfonatos alcanzan masas molares de 20.000 a 50.000 g/mol. La lignina Organosolv se encuentra en 1000 a 2000 g/mol. Los lignosulfonatos contienen además un porcentaje de azufre del 4% al 8% y pocos grupos hidroxilo fenólicos (-OH) con respecto a del 1 % al 1,5% de porcentaje de azufre y muchos

grupos hidroxilo fenólicos en el caso de la lignina Kraft y muchos iones hidróxido fenólicos (OH⁻) sin porcentaje de azufre en el caso de la lignina Organosolv.

Con respecto a la lignina del procedimiento de Organosolv, la lignina obtenida de acuerdo con la invención presenta una mayor masa molar. Debido a sus propiedades, en particular el bajo contenido en azufre, la lignina obtenida de acuerdo con la invención puede usarse para aplicaciones de mayor calidad, por ejemplo, para la producción de plásticos. Al mismo tiempo, en cambio, a diferencia de en el caso del procedimiento de Organosolv, en el que se obtienen sacáridos poliméricos insolubles en agua, se obtienen sacáridos solubles en agua tales como glucosa, xilosa etc.

Así mismo, teniendo en cuenta el hecho de que los productos generados mediante el procedimiento mecanocatalítico son totalmente solubles en agua, esta ventaja permite que el procesamiento de la mezcla de productos pueda llevarse a cabo en un reactor continuo por medio de un catalizador de cuerpo sólido, lo que es muy ventajoso desde el punto de vista de la técnica de procesos. El procedimiento de acuerdo con la invención puede llevarse a cabo naturalmente, así mismo, por lotes.

La presente invención se explica en detalle en los siguientes Ejemplos, sin limitar la invención a estos Ejemplos.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (1,35 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 40 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,041 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 47,6 % de carbono, 6,2 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 46,3 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,3 %, el de glucosa al 3,9 %, y el de xilosa al 7,1 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez, el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 2

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 60 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,035 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 52,5 % de carbono, 5,7 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,5 % de azufre y 40,8 % de oxígeno

(diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,0 %, el de glucosa al 3,8 %, y el de xilosa al 7,2 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

5 Ejemplo 3

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 70 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

20 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

25 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,093 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 55,0 % de carbono, 5,4 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,5 % de azufre y 38,5 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,1 %, el de glucosa al 4,3 %, y el de xilosa al 9,2 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

30 Ejemplo 4

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 80 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

45 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

50 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,163 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 56,3 % de carbono, 5,8 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 37,5 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,1 %, el de glucosa al 4,8 %, y el de xilosa al 10,8 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

55 Ejemplo 5

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 90 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

5 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

10 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,220 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 57,4 % de carbono, 5,8 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,5 % de azufre y 35,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,6 %, el de glucosa al 5,9 %, y el de xilosa al 15,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

15 Ejemplo 6

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

25 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 100 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

30 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

35 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,221 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 58,2 % de carbono, 5,9 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 35,1 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 7,9 %, el de glucosa al 8,7 %, y el de xilosa al 25,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

40 Ejemplo 7

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

50 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 110 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

55 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

60 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,217 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 58,7 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 34,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 10,7 %, el de glucosa al 15,4 %, y el de xilosa al 51,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 8

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 120 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,203 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 59,2 % de carbono, 5,8 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 33,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 17,4 %, el de glucosa al 34,4 %, y el de xilosa al 87,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 9

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron las virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 130 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,197 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,6 % de carbono, 5,8 % de hidrógeno, 0,2 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 33,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 12,8 %, el de glucosa al 69,2 %, y el de xilosa al 91,8 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 10

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm .

Se dispersaron estas virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g, con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 135 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

5 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,183 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,4 % de carbono, 5,6 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,1 % de azufre y 32,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 8,6 %, el de glucosa al 83,2 %, y el de xilosa al 93,7 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

10 Ejemplo 11

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

15 Se dispersaron estas virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

20 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 140 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

25 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

30 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,190 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,6 % de carbono, 5,5 % de hidrógeno, 0,2 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 33,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 3,5 %, el de glucosa al 88,3 %, y el de xilosa al 92,5 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

35 Ejemplo 12

40 Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

45 Se dispersaron estas virutas de madera de haya (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

50 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 145 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

55 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

60 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,187 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,3 % de carbono, 5,7 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 32,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 3,2 %, el de glucosa al 91,2 %, y el de xilosa al 92,2 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 13

65 Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

5 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

10 El polvo obtenido (0,9 g, con ácido) se disolvió en agua (4,5 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 60 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

15 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

20 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,190 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 46,0 % de carbono, 6,2 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 47,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,1 %, el de glucosa al 4,0 %, y el de xilosa al 13,3 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 14

25 Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

30 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

35 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (6,75 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 60 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

40 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

45 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,153 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 46,6 % de carbono, 6,2 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 46,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 4,5 %, el de glucosa al 3,7 %, y el de xilosa al 12,7 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 15

50 Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

55 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

60 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 60 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

5 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,173 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 48,0 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,3 % de azufre y 44,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,3 %, el de glucosa al 3,7 %, y el de xilosa al 12,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

10 Ejemplo 16

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

15 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

20 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 70 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

25 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

30 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,198 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 50,9 % de carbono, 5,8 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 42,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,3 %, el de glucosa al 4,1 %, y el de xilosa al 12,7 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

35 Ejemplo 17

40 Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

45 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

50 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 80 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

55 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

60 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,216 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 51,3 % de carbono, 5,6 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 42,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,4 %, el de glucosa al 5,1 %, y el de xilosa al 15,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

65 Ejemplo 18

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 90 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,250 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 52,0 % de carbono, 5,9 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 41,3 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,5 %, el de glucosa al 5,0 %, y el de xilosa al 20,4 %.

Ejemplo 19

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 100 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,242 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 52,4 % de carbono, 5,9 % de hidrógeno, 0,5 % de nitrógeno, 0,1 % de azufre y 41,1 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 7,4 %, el de glucosa al 7,7 %, y el de xilosa al 32,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 20

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 110 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,229 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 52,9 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,3 % de azufre y 40,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 10,1 %, el de glucosa al 15,3 %, y el de xilosa al 75,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 21

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 120 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. Se examinó la composición química del sólido por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,188 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 53,3 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 39,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 18,6 %, el de glucosa al 35,4 %, y el de xilosa al 100 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 22

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g, con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 130 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,149 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 56,3 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,1 % de azufre y 37,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 15,8 %, el de glucosa al 65,6 %, y el de xilosa al 95,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 23

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado

(1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

5 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 140 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

10 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

15 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,142 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 59,4 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 33,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 8,8 %, el de glucosa al 92,0 %, y el de xilosa al 94,8 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original. Ejemplo 24

20 Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm.

25 El bagazo de caña de azúcar clasificado (10 g) se dispersó en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

30 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 145 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

35 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

40 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,163 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 56,6 % de carbono, 5,6 % de hidrógeno, 0,3 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 37,5 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 1,7 %, el de glucosa al 87,4 %, y el de xilosa al 89,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 25

45 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

55 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (4,5 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 60 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

60 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

65 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,031 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 46,8 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,5 % de azufre y 46,3 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,0 %, el de glucosa al 4,3 %, y el de xilosa al 9,7 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 26

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 80 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,005 g. En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 3,1 %, el de glucosa al 2,9 %, y el de xilosa al 8,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 27

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 90 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,279 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 59,1 % de carbono, 6,1 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,8 % de azufre y 33,9 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,3 %, el de glucosa al 4,6 %, y el de xilosa al 10,7 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 28

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 100 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

5 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,276 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,0 % de carbono, 6,2 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,6 % de azufre y 33,2 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 4,9 %, el de glucosa al 4,7 %, y el de xilosa al 15,5 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

10

Ejemplo 29

15 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

20

25 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 110 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

25

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

30 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,262 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,6 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,3 % de azufre y 33,0 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 11,7 %, el de glucosa al 14,7 %, y el de xilosa al 45,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

35

Ejemplo 30

40 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

45

50 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 120 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

50

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

55 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,262 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,9 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 32,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 18,5 %, el de glucosa al 32,7 %, y el de xilosa al 79,1 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

60

Ejemplo 31

65 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se

5 molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 130 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

10 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

15 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,238 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,7 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,0 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 31,7 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 14,2 %, el de glucosa al 67,8 %, y el de xilosa al 88,4 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

20 Ejemplo 32

25 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

30 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 140 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

35 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

40 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,241 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,9 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 31,5 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,6 %, el de glucosa al 87,5 %, y el de xilosa al 98,8 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

45 Ejemplo 33

50 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y se añadió gota a gota ácido sulfúrico (0,52 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.). La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojopardo.

55 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 145 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

60 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

65 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,235 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 62,1 % de carbono, 6,2 % de hidrógeno, 0,0 % de nitrógeno, 0,3 % de azufre y 31,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 4,2 %, el de glucosa al 88,4 %, y el de

xilosa al 97,2 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 34

5 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

15 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 70 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

20 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

25 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,006 g. En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,3 %, el de glucosa al 4,3 %, y el de xilosa al 9,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 35

30 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

40 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). Las soluciones se calentaron durante 1 hora a 80 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

45 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,003 g. En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,1 %, el de glucosa al 5,1 %, y el de xilosa al 10,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

50 Ejemplo 36

55 Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

60 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 90 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

65 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,311 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 59,7 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,2 % de azufre y 34,0 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 4,2 %, el de glucosa al 4,5 %, y el de xilosa al 14,2 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 37

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 100 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,274 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 60,9 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,4 % de azufre y 32,5 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 6,8 %, el de glucosa al 8,3 %, y el de xilosa al 28,1 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 38

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 110 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,246 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,3 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,1 % de azufre y 32,1 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 14,9 %, el de glucosa al 20,1 %, y el de xilosa al 52,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

Ejemplo 39

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm . Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 120 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

5 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

10 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,219 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,4 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,1 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 32,2 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 21,1 %, el de glucosa al 51,6 %, y el de xilosa al 88,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

15 Ejemplo 40

Se procesaron virutas de madera de pino con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se dispersaron virutas de madera de pino (10 g) en dietil éter (150 ml) y ácido sulfúrico (0,78 ml, 95 - 97 %, producto comercial de la empresa J. T. Baker, EE.UU.) se añadió gota a gota. La suspensión se agitó durante 1 hora, antes de retirarse el disolvente a presión reducida. Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió una muestra del polvo obtenido en agua y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era totalmente soluble en agua y resultó una solución clara y de color rojo-pardo.

25 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se disolvió en agua (9 ml). La solución se calentó durante 1 hora a 130 °C. El sólido generado a este respecto (lignina) se separó por filtración o centrifugación.

30 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó por medio de HPLC.

35 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,230 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 62,4 % de carbono, 6,3 % de hidrógeno, 0,0 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 31,3 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 7,8 %, el de glucosa al 86,3 %, y el de xilosa al 99,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

40 Las ligninas fraccionadas se analizaron por medio de IR y análisis elemental (Figura 5 y 8). Los resultados muestran que una temperatura de hidrólisis creciente, aumenta el porcentaje de carbono del precipitado.

45 Ejemplo 41

Se procesaron virutas de madera de haya con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 µm. Se condujo gas cloruro de hidrógeno (99,8 %, Air Liquide) durante 15 min a presión normal a través de las virutas de madera de haya (5 g). A continuación se desgasificó el producto a vacío (0,001 Torr). Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 2 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era en parte soluble en agua (73 %) y dio como resultado una solución clara, de color rojo-pardo.

50 El polvo obtenido (0,9 g con ácido) se dispersó en agua (9 ml). La dispersión se calentó durante 1 hora a 140 °C. El sólido se separó por filtración o centrifugación.

55 El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. Estos análisis dieron como resultado que el sólido se compone de lignina. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

60 El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,207 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 62,7 % de carbono, 6,0 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 30,8 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 7,2 %, el de glucosa al 75,6 %, y el de xilosa al 87,9 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

65

Ejemplo 42

Se procesó bagazo de caña de azúcar con una batidora de cocina hasta dar un polvo. El polvo se tamizó y las partículas se reutilizaron por debajo de 250 μm .

Se condujo gas cloruro de hidrógeno (99,8 %, Air Liquide) durante 15 min a presión normal a través del bagazo de caña de azúcar clasificado (5 g). A continuación se desgasificó el producto a vacío (0,001 Torr). Además se molió el polvo cargado con ácido y secado (1 g) en un vaso de acero con bolas de acero (5 bolas de acero; peso individual 3,95 g) en un aparato Pulverisette P7 de la empresa Fritsch durante 3 horas. La frecuencia de giro del disco principal ascendió a 800 rpm. Se disolvió en agua una muestra del polvo obtenido y se examinó por medio de análisis de HPLC. El polvo así obtenido era en parte (80 %) soluble en agua y dio como resultado una solución clara, de color rojo-pardo.

El polvo obtenido (0,9 g, con ácido) se dispersó en agua (9 ml). La dispersión se calentó durante 1 hora a 140 °C. El sólido se separó por filtración o centrifugación.

El sólido se lavó 6 veces con 25 ml de agua en cada caso. Después se secó el sólido durante 24 horas a vacío a 60 °C. Se pesó el sólido seco. La composición química del sólido se examinó por medio de análisis elemental y espectroscopía de infrarrojo. Estos análisis dieron como resultado que el sólido se compone de lignina. El filtrado de las preparaciones combinadas se analizó con HPLC.

El rendimiento del residuo sólido ascendió a 0,150 g. El análisis elemental de los residuos sólidos dio como resultado 61,6 % de carbono, 5,6 % de hidrógeno, 0,4 % de nitrógeno, 0,0 % de azufre y 32,4 % de oxígeno (diferencia). En la solución acuosa el rendimiento de celobiosa ascendió al 5,0 %, el de glucosa al 86,6 %, y el de xilosa al 97,6 %. Los rendimientos de glucosa y celobiosa son respecto a la fracción de hexosa en la biomasa original. A su vez el rendimiento de xilosa es respecto a la fracción de pentosa en la biomasa original.

La presente invención se explica adicionalmente mediante las figuras adjuntas. En este caso muestran:

La Figura 1 los rendimientos de celobiosa, glucosa y xilosa después de la hidrólisis a distintas temperaturas de madera de haya impregnada con ácido, tratada mecánicamente.

La Figura 2 los rendimientos de celobiosa, glucosa y xilosa después de la hidrólisis a distintas temperaturas de bagazo de caña de azúcar impregnado con ácido tratado mecánicamente.

La Figura 3 los rendimientos de celobiosa, glucosa y xilosa después de la hidrólisis a distintas temperaturas de madera de pino impregnada con ácido, tratada mecánicamente.

La Figura 4 el análisis de IR de los precipitados de la hidrólisis de una hora de madera de haya impregnada con ácido, tratada mecánicamente.

La Figura 5 el porcentaje de carbono de los precipitados después de hidrólisis de una hora a diferentes temperaturas.

La Figura 6 los precipitados después de hidrólisis de una hora a diferentes temperaturas.

La Figura 7 el análisis de IR de los precipitados de la hidrólisis de una hora de lignocelulosas molidas, impregnadas con ácido, así como lignina Organosolv de madera de haya y α -celulosa no tratada.

La Figura 8 el análisis de IR de los precipitados de la hidrólisis de una hora de bagazo de caña de azúcar impregnado con ácido, tratado mecánicamente.

La Figura 9 el análisis de IR de los precipitados de la hidrólisis de una hora de madera de pino impregnada con ácido, tratada mecánicamente.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la descomposición de biomasa lignocelulósica, en el que en una primera etapa se empapan o impregnan materiales de partida que contienen lignocelulosa con un ácido en fase líquida o gaseosa, los materiales de partida cargados con ácido y preferentemente secados, en una segunda etapa, se ponen en contacto bajo la acción de energía mecánica, llevándose a cabo el tratamiento mecánico al menos hasta que los productos de degradación o escisión del material lignocelulósico sean solubles en agua en más del 60 % en peso, con respecto al material lignocelulósico empleado y, en una tercera etapa, el residuo de descomposición se recoge en agua, en un disolvente miscible con agua o mezclas de los mismos, la dispersión/solución obtenida se calienta, preferentemente hasta una temperatura de más de 40 °C, a lo largo de un periodo de tiempo de hasta 24 horas.
- 10 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que comprende la etapa adicional en la que la dispersión/solución, tras el calentamiento, se separa en fracciones solubles en agua y fracciones insolubles en agua.
- 15 3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el ácido tiene un valor de pKs de -14 a 2.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el empapado se lleva a cabo con una solución de un ácido en una fase líquida y tras un tiempo de acción se separa el disolvente.
- 25 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el empapado con un ácido se lleva a cabo en la fase gaseosa.
- 30 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el ácido se emplea en una cantidad catalítica, preferentemente una cantidad de 0,0001 a 1 mmol, especialmente de 0,001 a 1 mmol, muy especialmente de 0,01 a 1 mmol por g de material lignocelulósico.
- 35 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que el tratamiento mecánico comprende una trituración del producto de molienda mediante molienda, extrusión, amasado y/o una exposición a ondas mecánicas de alta energía.
- 40 8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, caracterizado por que el producto de molienda se tritura en un molino, preferentemente con el uso de elementos de molienda o ultrasonido.
- 45 9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el material obtenido tras el tratamiento mecánico se somete a una etapa de procedimiento para la neutralización del ácido.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el residuo de descomposición se recoge en agua o en un disolvente miscible con agua, la solución que contiene agua obtenida se calienta, y el residuo insoluble precipitado se separa.
11. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la solución que contiene agua obtenida se calienta hasta una temperatura de más de 60 °C, especialmente más de 80 °C, muy especialmente más de 100 °C y hasta 200 °C a lo largo de un periodo de tiempo de 0,005 a 24 horas.

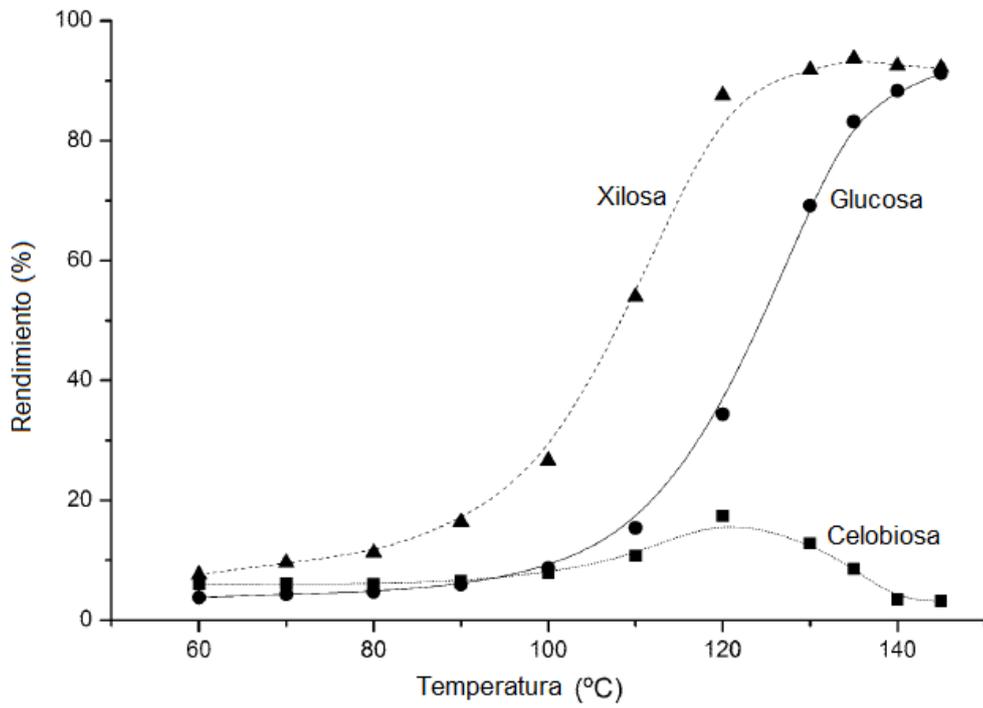


Figura 1.

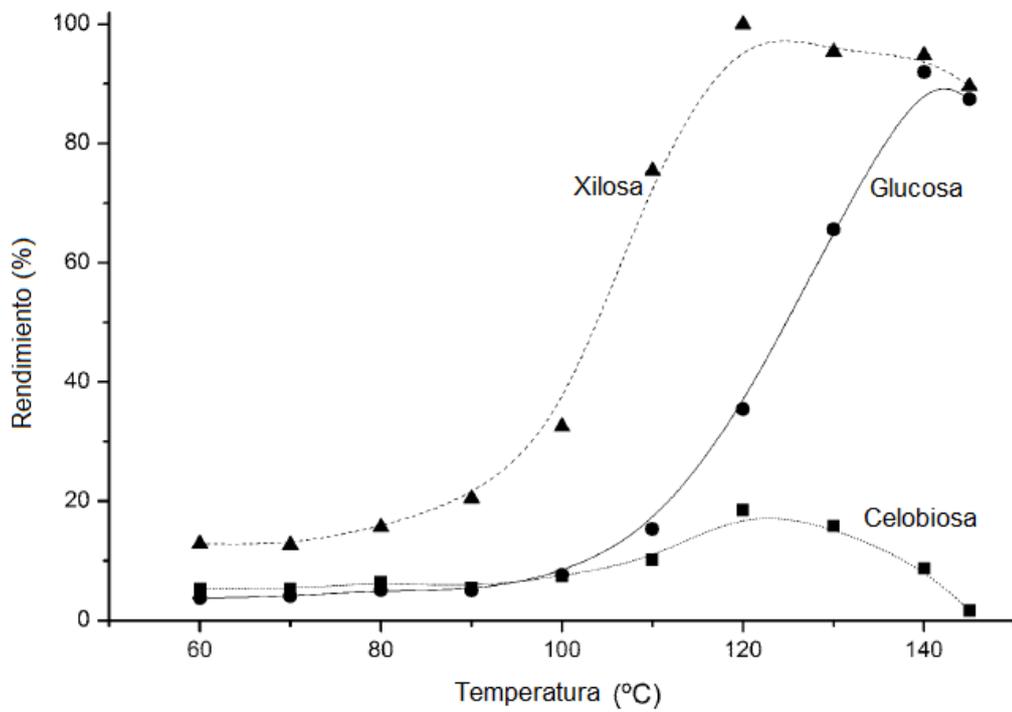


Figura 2.

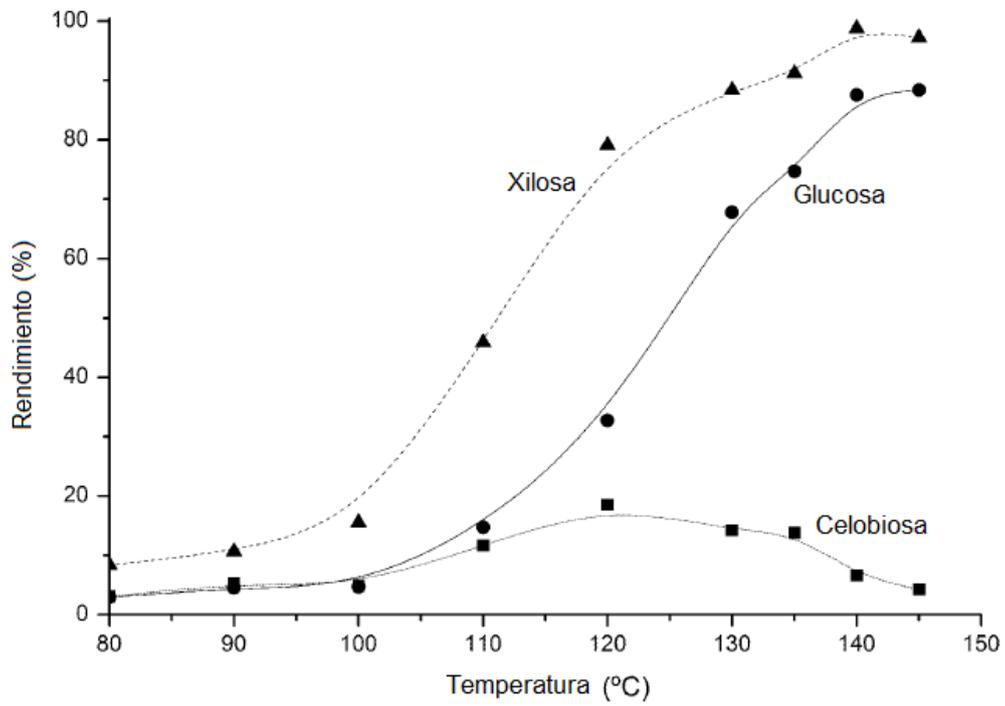


Figura 3.

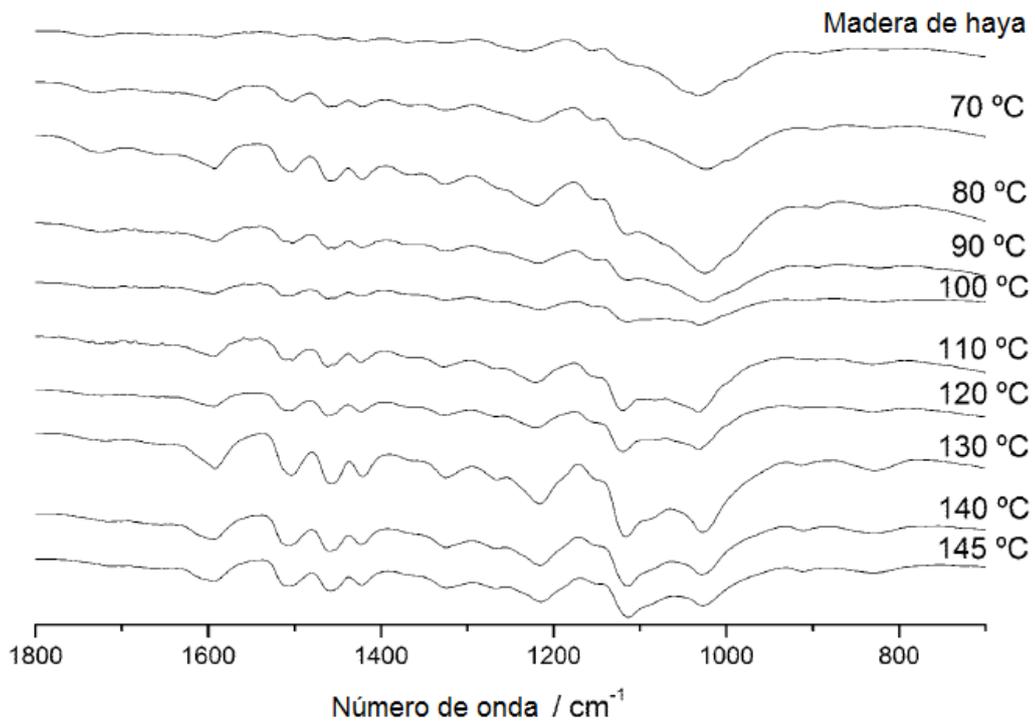


Figura 4.

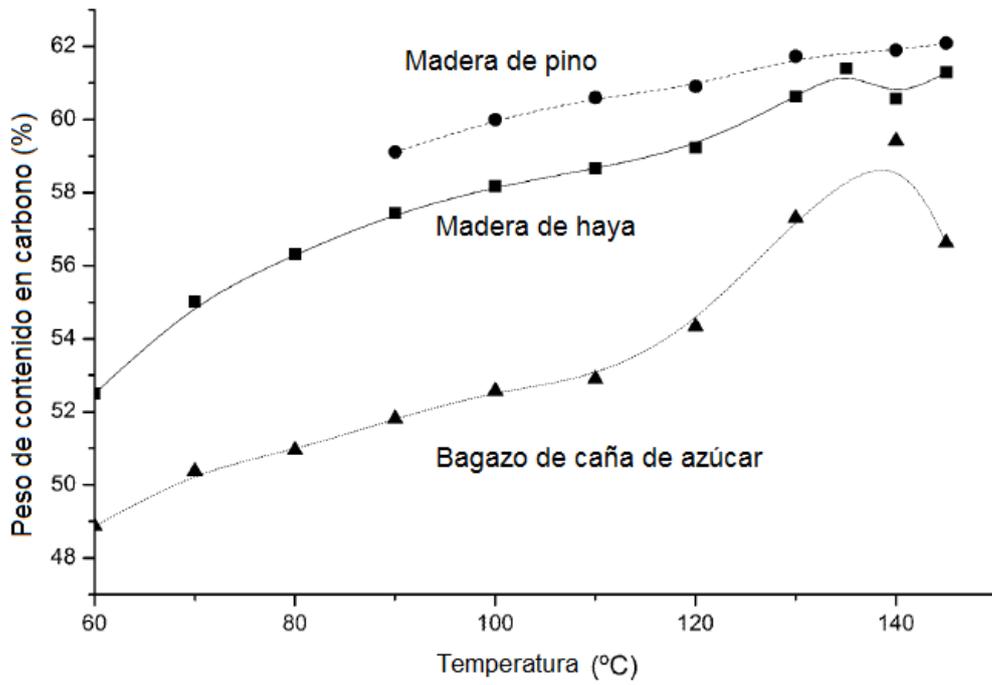


Figura 5.

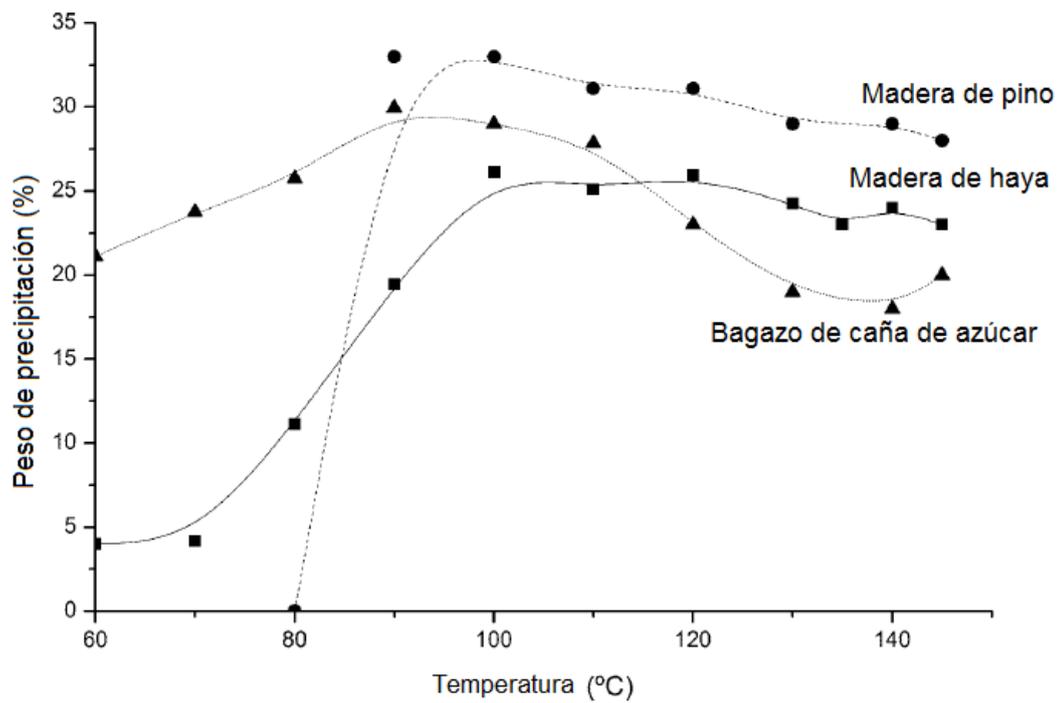


Figura 6.

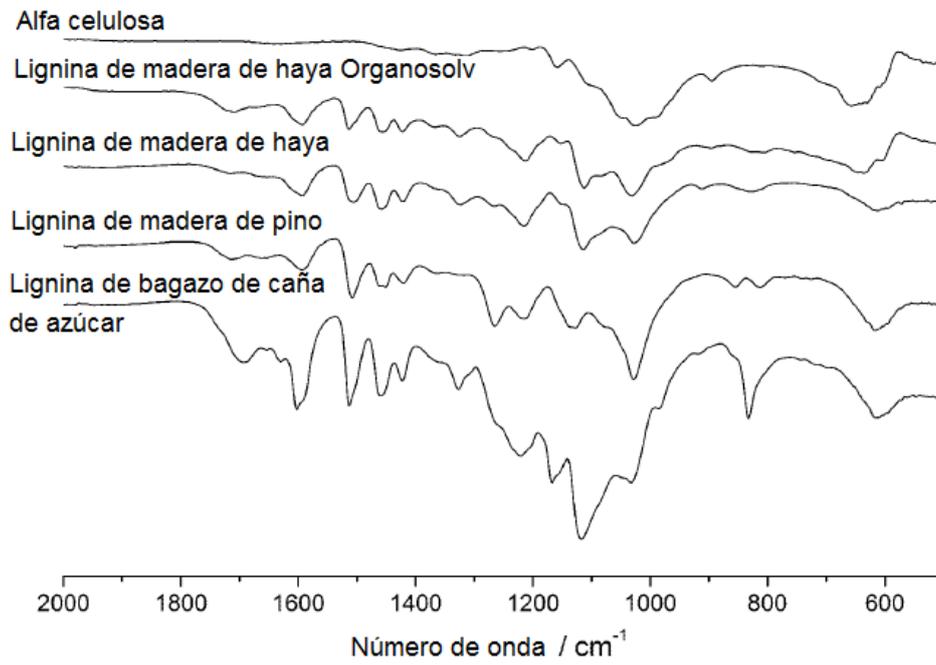


Figura 7.

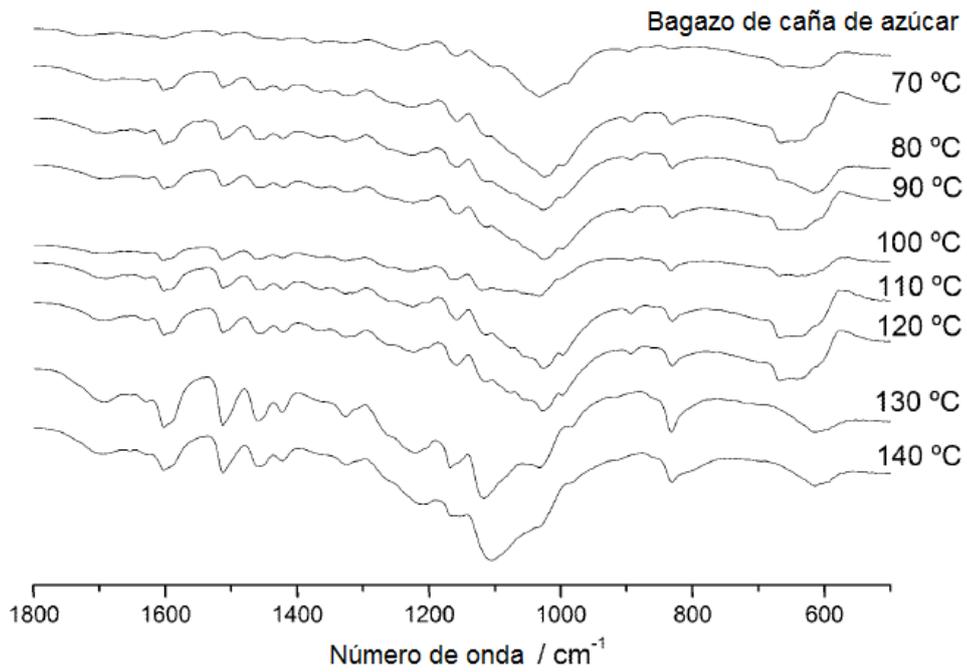


Figura 8.

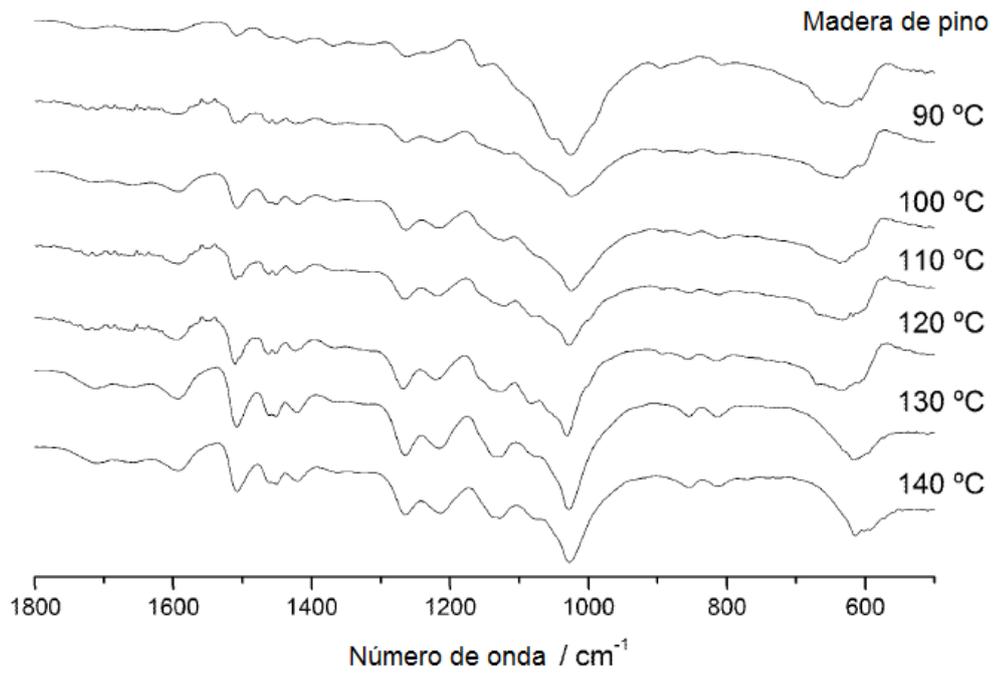


Figura 9.