

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 689 181**

51 Int. Cl.:

**C10G 1/02** (2006.01)

**C02F 1/28** (2006.01)

**C02F 3/34** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **30.03.2011 PCT/IB2011/000693**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.10.2011 WO11128741**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.03.2011 E 11723616 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 2558551**

54 Título: **Procedimiento de producción de biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales**

30 Prioridad:

**15.04.2010 IT MI20100646**

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

**08.11.2018**

73 Titular/es:

**ENI S.P.A. (100.0%)  
Piazzale E. Mattei 1  
00144 Rome, IT**

72 Inventor/es:

**BOSETTI, ALDO y  
FRANZOSI, GIULIANA**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 689 181 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de producción de biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción de biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales (RSM).

- 5 Más específicamente, la presente invención se refiere a un procedimiento para producir biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales (RSM), que comprende someter dichos residuos sólidos municipales a licuefacción, someter la fase acuosa obtenida de dicha licuefacción a un tratamiento con al menos un material adsorbente, someter la fase acuosa obtenida de dicho tratamiento con al menos un material adsorbente a fermentación, y someter la biomasa obtenida de dicha fermentación a licuefacción.
- 10 El biopetróleo (o bio-oil) así obtenido se puede usar ventajosamente en la producción de biocombustibles que se pueden usar como tales, o mezclados con otros combustibles, para vehículos de motor. Alternativamente, dicho biopetróleo (o bio-oil) se puede usar como tal (biocombustible) o mezclado con combustibles fósiles (aceite combustible, carbón, etc.) para la generación de energía eléctrica o calor.
- 15 El uso de biomásas, en particular biomásas de origen vegetal, para fines energéticos, por ejemplo como materia prima para la producción de biocombustibles, o de componentes que se pueden añadir a los combustibles, es conocido en la técnica. Por lo tanto, la biomasa puede representar una fuente de energía renovable como una alternativa a las materias primas tradicionales de origen fósil usadas normalmente en la producción de combustibles.
- Sin embargo, el uso de dichas biomásas puede eliminar recursos alimenticios valiosos para uso animal y/o humano.
- 20 Por lo tanto, se han hecho esfuerzos en la técnica para usar desechos y/o residuos municipales, industriales y/o agrícolas con fines energéticos.
- La patente US nº 4.618.736, por ejemplo, describe un procedimiento para la producción de hidrocarburos a partir de un material de celulosa, que comprende las etapas de: formar una suspensión de material de celulosa en un compuesto policíclico líquido donador de hidrógeno, conteniendo dicha suspensión una cantidad de agua igual a al menos 5% en peso, pero no más de aproximadamente 10% en peso, con respecto al peso del material de celulosa;
- 25 someter la suspensión a una temperatura mayor de 200°C y a una presión creciente de hasta al menos 70,3 kg/cm<sup>2</sup> (1.000 psi), en presencia de hidrógeno, con el fin de obtener la hidrogenación del material de celulosa y producir una mezcla de hidrocarburos gaseosos, líquidos y sólidos que tienen un contenido de oxígeno menor de 10% en peso y un valor calorífico mayor que 34.890 kJ/kg (15.000 Btu/lb); separar la mezcla de hidrocarburos en tres fases: gaseosa, líquida y sólida; y recuperar dicho compuesto policíclico líquido donador de hidrógeno de la fase líquida y reciclarlo al tratamiento del material de celulosa. Dicho material de celulosa puede proceder de residuos domésticos o municipales o de vegetales. Dicho compuesto policíclico líquido donador de hidrógeno preferiblemente es tetralina.
- 30 La patente americana US 4.670.613 describe un procedimiento para producir líquidos que contienen hidrocarburos que consiste esencialmente en introducir una biomasa en una zona de reacción, en presencia de agua, a una presión mayor que la presión de vapor parcial del agua y a una temperatura de al menos 300°C y dejar dicha biomasa en la zona de reacción durante más de 30 segundos; separar los sólidos del fluido que sale de la zona de reacción y mantener el fluido que queda en esta zona en una sola fase; y posteriormente separar los líquidos del fluido que queda. Dicha biomasa se puede seleccionar de una gran variedad de biomásas de diferentes orígenes, tales como, por ejemplo, biomásas de origen vegetal, biomásas que derivan de residuos agrícolas o de residuos municipales.
- 35 Goudriaan et al. en "Chemical Engineering Science" (1990), vol. 45, nº 8, páginas 2729-2734 describen el procedimiento conocido como HTU o "Conversión hidrotérmica". Dicho procedimiento permite convertir la biomasa procedente de cultivos energéticos en combustible líquido (p. ej., biopetróleo), que comprende tratar la biomasa en presencia de agua, a una temperatura superior a 300°C, durante un tiempo comprendido entre 5 minutos y 15 minutos, a una presión de 180 bar.
- 40 La patente americana US 7.262.331 describe un procedimiento para la producción continua de hidrocarburos que tiene una mejor densidad de energía a partir de biomasa, que comprende: una primera etapa, en la que una alimentación acuosa que contiene biomasa, no precalentada o precalentada a una temperatura en el intervalo de 50°C a 95°C, se somete a un tratamiento que comprende llevar dicha alimentación, en una sola etapa, desde una presión de 5 bar o menos, a una presión en el intervalo de 100 bar a 250 bar; una segunda etapa después de la primera etapa, en la que la temperatura de la alimentación bajo presión, se aumenta de 95°C o menos a 180°C o más, y la alimentación presurizada se mantiene a una temperatura no superior a 280°C durante un periodo de hasta 60 minutos, formando así una mezcla de reacción; una etapa de reacción en la que la mezcla de reacción se calienta durante un periodo de hasta 60 minutos a una temperatura mayor que 280°C. Dicha biomasa se puede seleccionar de mezclas de biomasa/agua que vienen de fermentación aerobia o anaerobia de residuos industriales o municipales que tienen una relación de agua/biomasa en el intervalo de 4 a 5. También se puede usar la biomasa que deriva de residuos agrícolas o bioresiduos domésticos o municipales que tienen una relación de agua/biomasa en el intervalo de 1 a 4.
- 45
- 50
- 55

Sin embargo, los procedimientos anteriores pueden tener varios inconvenientes.

Las altas temperaturas y las altas presiones, por ejemplo, que se requieren normalmente para obtener rendimientos adecuados en el procedimiento conocido como HTU o "Conversión hidrotérmica" requieren el uso de equipamiento específico hecho de aleaciones de metales especiales capaces de trabajar a dichas temperaturas altas, y en particular, a dichas presiones altas, y un alto consumo de energía, con un consiguiente aumento en los costes de producción.

Además, trabajando según los procedimientos descritos antes, una parte del material orgánico incluido en la biomasa permanece disuelto en la fase acuosa que viene del tratamiento térmico de dicha biomasa con el consiguiente menor rendimiento de hidrocarburos.

Los autores de la invención han examinado el problema de encontrar un procedimiento para la producción de biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales que permita una mejora en el rendimiento del biopetróleo. En particular, los autores de la invención han examinado el problema de encontrar un procedimiento capaz de usar material orgánico que, como se ha indicado antes, permanece disuelto en la fase acuosa que viene del tratamiento térmico de dicha biomasa.

Los autores de la invención ahora han encontrado que la producción de biopetróleos a partir de residuos sólidos municipales (es decir, la conversión de biomasa en productos líquidos utilizables, por ejemplo, biocombustibles y/o biocarburos), en particular a partir de la fracción orgánica de los residuos sólidos municipales, se puede llevar a cabo ventajosamente mediante un procedimiento que comprende someter dichos residuos sólidos municipales a licuefacción, someter la fase acuosa obtenida de dicha licuefacción a un tratamiento con al menos un material adsorbente, someter la fase acuosa obtenida de dicho tratamiento con al menos un material adsorbente a fermentación, y someter la biomasa obtenida de dicha fermentación a dicha licuefacción.

En particular, los autores de la invención han encontrado que la posibilidad de usar la fase acuosa que contiene una parte del material orgánico que procede de los residuos sólidos municipales sometidos a licuefacción, permite un aumento del rendimiento de biopetróleo.

Además, los autores de la invención han encontrado que dicho procedimiento permite obtener un buen rendimiento de biopetróleo incluso cuando se trabaja en condiciones de temperatura y presión mucho más suaves con respecto a las adoptadas en los procedimientos descritos en la técnica conocida, en particular, en condiciones de presión más suaves con una consiguiente disminución en los costes de producción.

El biopetróleo (o bio-oil) así obtenido se puede usar ventajosamente en la producción de biocombustibles que se pueden usar como tales o mezclados con otros combustibles, para vehículos de motor. Alternativamente, dicho biopetróleo (o bio-oil) se puede usar como tal (biocombustible) o mezclado con combustibles fósiles (aceite de combustible, carbón, etc.) para la generación de energía eléctrica o calor.

Por lo tanto, un objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento para producir biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales, que comprende las siguientes etapas:

a) someter dichos residuos sólidos municipales a licuefacción obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consiste en biopetróleo, una fase sólida y una primera fase acuosa;

b) someter la primera fase acuosa obtenida en la etapa de licuefacción (a) a un tratamiento con al menos un material adsorbente obteniendo una segunda fase acuosa;

c) someter la segunda fase acuosa obtenida en la etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente, a fermentación obteniendo una biomasa;

d) someter la biomasa obtenida en la etapa de fermentación (c) a dicha etapa de licuefacción (a)

en donde dicha etapa de licuefacción (a) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 150°C a 350°C, a una presión en el intervalo de 5 bar a 170 bar, durante un tiempo en el intervalo de 5 minutos a 240 minutos.

Debe indicarse que a partir de la licuefacción de la biomasa obtenida en la etapa de fermentación (c), se obtiene una fase oleosa adicional que consiste en biopetróleo, y por consiguiente un aumento del rendimiento de biopetróleo.

Debe indicarse también que, incluso cuando se trabaja en condiciones de temperatura y presión operativas mucho más suaves con respecto a las adoptadas en los procedimientos descritos en la técnica conocida, en particular en condiciones de presión más suaves, la fase oleosa adicional que consiste en biopetróleo obtenida de la licuefacción de la biomasa obtenida en la etapa de fermentación (c), en cualquier caso permite obtener buenos rendimientos de biopetróleo.

Para los fines de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, las definiciones de los intervalos numéricos incluyen siempre los extremos, salvo que se especifique otra cosa.

Según una realización preferida de la presente invención, dichos residuos sólidos municipales se pueden seleccionar, por ejemplo, de material orgánico que procede de la recogida de residuos separados, material orgánico seleccionado de residuos sólidos municipales no separados o mezclas de los mismos; o mezclas de dicho material orgánico con restos de poda y/o residuos agrícolas.

5 De acuerdo con una realización preferida adicional de la presente invención, dichos residuos sólidos municipales se pueden usar en una mezcla con otros materiales, tales como, por ejemplo:

- lodos primarios y biológicos producidos en plantas depuradoras de aguas residuales;
- residuos y/o desechos procedentes de actividades agrícolas y/o zootécnicas;
- residuos y/o desechos procedentes de la industria agroalimentaria;

10 - residuos y/o desechos procedentes de procesado agrícola, de forestación y/o de silvicultura; o mezclas de los mismos.

Según una realización preferida de la presente invención, dichos residuos sólidos municipales, como tales o en una mezcla con otros materiales, se pueden tratar sometiendo a un procedimiento de triturado o clasificación por tamaños preliminar antes de someterlos a dicha etapa de licuefacción (a).

15 Según una realización preferida de la presente invención, dichos residuos sólidos municipales están húmedos. Dichos residuos sólidos municipales preferiblemente pueden tener un contenido de agua mayor que o igual a 50% en peso, preferiblemente en el intervalo de 55% en peso a 80% en peso, con respecto al pesto total de dichos residuos sólidos municipales.

20 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de licuefacción (a) se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de 200°C a 320°C.

Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de licuefacción (a) se puede llevar a cabo a una presión en el intervalo de 15 bar a 115 bar.

Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de licuefacción (a) se puede llevar a cabo a durante un tiempo en el intervalo que va de 15 minutos a 90 minutos.

25 Dicha etapa de licuefacción (a) se puede llevar a cabo en reactores conocidos en la técnica tales como, por ejemplo, autoclaves.

Dicha etapa de licuefacción (a) se puede llevar a cabo trabajando en diferentes formas tales como, por ejemplo, de "forma discontinua" o continua.

30 Teniendo en cuenta que la energía térmica necesaria en dicha etapa de licuefacción (a) se puede obtener parcial o totalmente de la recuperación de calor o de la combustión de vectores energéticos tradicionales, por ejemplo, metano, gas, LPG, aceite mineral, carbón, etc., no está excluido que la energía térmica pueda derivar de otras fuentes renovables, tales como, por ejemplo, solar o biomásas.

35 La fase oleosa, la fase sólida y la primera fase acuosa incluidas en la mezcla obtenida en dicha etapa (a), se pueden separar por técnicas conocidas en la materia, tales como, por ejemplo, separación gravitacional (p. ej., sedimentación, decantación), filtración, centrifugación. Dichas fases se separan preferiblemente por separación gravitacional.

40 Durante dicha etapa de licuefacción (a) también se forma una fase gaseosa, igual a aproximadamente 10% en peso - 25% en peso, con respecto al peso (peso seco) de dichos residuos sólidos municipales. Dicha fase gaseosa está compuesta principalmente de dióxido de carbono (aproximadamente 80% en moles - 95% en moles) y de una mezcla de hidrocarburos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono o de otros gases (aproximadamente 5% en moles - 20% en moles). Dicha fase acuosa, después de separación, separación que se puede llevar a cabo, por ejemplo, por despresurización del recipiente presurizado en el que se lleva a cabo dicha etapa de licuefacción (a), antes de enviar la mezcla obtenida (fase oleosa + fase sólida + primera fase acuosa) en dicha etapa de licuefacción (a) a separación, en general se envía a tratamientos adicionales con el fin de enriquecer su componente orgánico combustible.

45 La fase sólida obtenida después de separación, en general comprende cenizas y productos inertes. Dicha fase sólida se puede usar, por ejemplo, como material de partida inorgánico en la industria de la construcción, o en la industria cerámica.

50 La primera fase acuosa obtenida después de separación comprende parte del material orgánico incluido en dichos residuos sólidos municipales. Dicha primera fase acuosa en general puede tener un contenido de material orgánico

mayor que o igual a 25% en peso, preferiblemente en el intervalo de 30% a 50% en peso, con respecto al peso total de la fracción seca de dichos residuos sólidos municipales.

5 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de 20°C a 150°C, preferiblemente en el intervalo de 30°C a 100°C.

Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se puede llevar a cabo a una presión en el intervalo de 0,5 bar a 10 bar, preferiblemente en el intervalo de 1 bar a 2 bar.

10 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se puede llevar a cabo durante un tiempo en el intervalo de 10 minutos a 6 horas, preferiblemente en el intervalo de 30 minutos a 4 horas.

Para los fines de la presente descripción y de las siguientes reivindicaciones, la expresión "material adsorbente" se refiere a un material natural o sintético capaz de retener sustancias orgánicas sobre su superficie por medios físicos o químicos ("quimisorción").

15 Según una realización preferida de la presente invención, dicho material adsorbente se puede seleccionar, por ejemplo, de: zeolitas, como tales o químicamente modificadas; arcillas, como tales o químicamente modificadas; materiales mesoporosos, como tales o químicamente modificados; resinas de intercambio iónico; o mezclas de los mismos.

20 Para los fines de la presente invención, dichas zeolitas se pueden seleccionar, por ejemplo, de: zeolitas naturales, como tales o químicamente modificadas, tales como, por ejemplo, clinoptilolita, mordenita, phillipsita, cabasita, erionita, faujasita, estilbita, o sus mezclas; zeolitas sintéticas, como tales o químicamente modificadas, tales como zeolita ZSM-5, zeolita H-ZSM5, zeolita A, zeolita X, zeolita Y, zeolita L, zeolita beta, o mezclas de las mismas; o sus mezclas.

25 Para los fines de la presente invención, dichas arcillas se pueden seleccionar, por ejemplo, de: arcillas naturales o sintéticas, como tales o químicamente modificadas, tales como, por ejemplo, sepiolita, bentonita, hectorita, montmorillonita, atapulgita, halloysita, caolinita, o mezclas de las mismas.

Para los fines de la presente invención, dichos materiales mesoporosos se pueden seleccionar, por ejemplo de: aluminio-silicatos, como tales o químicamente modificados, que tienen un diámetro de poros medio en el intervalo de 20 Å a 500 Å, tales como, por ejemplo, MCM-41, MCM-48, de Mobil, o mezclas de los mismos.

30 Para los fines de la presente invención, dichas resinas de intercambio iónico se pueden seleccionar, por ejemplo, de: resinas que contienen grupos activos (por ejemplo, grupos sulfónicos, grupos carboxilo, grupos fenol, grupos sustituidos con amino) tales como, por ejemplo, resinas de la serie Amberjet® o de la serie Amberlite® de Rohm and Haas, o mezclas de las mismas.

35 Según una realización preferida de la presente invención, dicho material adsorbente se puede añadir a dicha primera fase acuosa en una cantidad en el intervalo de 0,5% en peso a 50% en peso, preferiblemente de 5% en peso a 15% en peso, con respecto al peso total de la segunda fase acuosa.

Dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se puede llevar a cabo en reactores conocidos en la técnica, tales como, por ejemplo, reactores de lecho fijo, reactores de suspensión.

40 Dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se puede llevar a cabo trabajando de diferentes formas, tales como, por ejemplo, en forma discontinua o continua.

45 Debe señalarse que dicho tratamiento con al menos un material adsorbente no produce una reducción significativa en la fuente de carbono presente en la primera fase acuosa. Dicha segunda fase acuosa en general tiene un contenido de carbono orgánico total (COT) igual a aproximadamente 90% con respecto al contenido de carbono orgánico total (COT) de dicha primera fase acuosa. Dicho contenido de carbono orgánico total (COT) se determinó por combustión mediante un analizador de COT capaz de determinar el contenido de carbono total (CT) y el contenido de carbono inorgánico (CI) a partir de los cuales se calcula el contenido de carbono orgánico total (COT), por diferencia.

Debe señalarse que el contenido de material orgánico de dicha segunda fase acuosa permanece sustancialmente sin variar con respecto al de dicha primera fase acuosa.

50 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo en presencia de al menos una levadura oleaginosas.

Según una realización preferida de la presente invención, dicha levadura oleaginosa se puede seleccionar de: *Rhodotorula glutinis*, *Rhodotorula gracilis*, *Rhodotorula graminis*, *Lypomices starkeyi*, *Lypomices lipofer*, *Trigonopsis variabilis*, *Candida kefyri*, *Candida curvata*, *Candida lipolytica*, *Torulopsis sp.*, *Pichia stipitis*, *Criptomococcus albidus*, *Criptomococcus sp.* o mezclas de las mismas.

- 5 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo en presencia de al menos un consorcio microbiano aislado de la primera fase acuosa obtenida en dicha etapa de licuefacción (a), o de la segunda fase acuosa obtenida en dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente. Para este fin, la primera fase acuosa obtenida en dicha etapa de licuefacción (a), o la segunda fase acuosa obtenida en dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente, se mantiene con agitación, en aire, durante 10 días, a temperatura ambiente (25°C).

Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo en un intervalo de temperatura de 20°C a 40°C, preferiblemente en el intervalo de 25°C a 35°C.

Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo durante un tiempo en el intervalo de 10 h a 120 h, preferiblemente de 24 h a 100 h.

- 15 Según una realización preferida de la presente invención, dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo a un pH en el intervalo 4,5 a 7,5, preferiblemente en el intervalo de 5 a 7.

- Con el fin de mantener el pH dentro de los intervalos deseados, se puede añadir una disolución acuosa de al menos una base inorgánica, tal como por ejemplo, hidróxido sódico, hidróxido potásico, hidróxido cálcico, hidróxido magnésico, o mezclas de los mismos, al medio de cultivo para la fermentación, en una cantidad de modo que se obtenga el pH deseado.

Dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo trabajando de diferentes formas, tales como, por ejemplo, en forma discontinua (fermentación discontinua alimentada) o continua.

Antes de usarla en dicha etapa de fermentación (c), dicha levadura oleaginosa se puede cultivar en un medio de cultivo conocido en la técnica, tal como, por ejemplo, YEPG, caldo nutritivo.

- 25 Dicha etapa de fermentación (c) se puede llevar a cabo en fermentadores conocidos en la técnica.

Con el fin de concentrar las células de levadura en la biomasa fermentada obtenida en dicha etapa de fermentación (c), dicha biomasa, antes de someterla a dicha etapa de licuefacción (a) se puede someter a un tratamiento de espesamiento.

- 30 Según una realización preferida de la presente invención, al final de dicha etapa de fermentación (c), dicha biomasa, antes de someterla a dicha etapa de licuefacción (a), se puede someter a un tratamiento de espesamiento. En esta fase, la concentración de las células de levadura se lleva a valores en el intervalo de 5% en peso a 50% en peso, preferiblemente de 15% en peso a 30% en peso, con respecto al peso total (peso seco) de la biomasa. Dicho espesamiento se puede llevar a cabo mediante técnicas conocidas en la materia tales como, por ejemplo, sedimentación, decantación, floculación, filtración y similares.

- 35 Después de espesamiento, la biomasa se somete a dicha etapa de licuefacción (a).

También se obtiene un residuo acuoso de dicho espesamiento, que se puede enfriar opcionalmente a una temperatura en el intervalo de temperatura ambiente (25°C) a 50°C, y enviar a un tratamiento posterior tal como, por ejemplo, tratamiento biológico aerobio o anaerobio.

- 40 Como ya se ha mencionado antes, se obtiene una fase oleosa adicional de la licuefacción de dicha biomasa, que consiste en biopetróleo que se recuperará junto con la fase oleosa que consiste en biopetróleo obtenida de la licuefacción de dichos residuos sólidos municipales

También se obtienen una fase sólida adicional, una fase acuosa adicional y una fase gaseosa adicional, de la licuefacción de dicha biomasa, que se recuperarán junto con la fase sólida, la fase acuosa y la fase gaseosa, respectivamente, obtenidas por la licuefacción de dichos residuos sólidos municipales.

- 45 El procedimiento objeto de la presente invención permite producir biopetróleo con un rendimiento global en el intervalo de 15% a 50%, calculándose dicho rendimiento con respecto al peso de la fracción seca de los residuos sólidos municipales (RSM) iniciales.

- 50 Debe indicarse que el procedimiento, objeto de la presente invención, gracias al uso de la segunda fase acuosa obtenida en la etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente, permite un aumento del rendimiento del biopetróleo que se obtiene, con respecto a la etapa de licuefacción (a) sola, en el intervalo de 5% a 30%, calculándose dicho aumento del rendimiento con respecto al peso de la fracción seca de los residuos sólidos municipales (RSM) iniciales.

El biopetróleo obtenido con el procedimiento anterior se puede enviar a las siguientes fases del procesamiento con el fin de transformarlo, por ejemplo, en biocombustible mediante tratamientos conocidos en la técnica tales como, por ejemplo, hidrogenación o craqueo.

5 La presente invención se ilustrará ahora mediante una realización ilustrativa con referencia a la figura 1 proporcionada más adelante.

10 Según una realización típica del procedimiento objeto de la presente invención, los residuos sólidos municipales (RSM) (corriente 1) se someten a licuefacción obteniendo una mezcla (no representada en la figura 1) que comprende tres fases: una fase oleosa que consiste en biopetróleo, una fase sólida (es decir, residuo) y una primera fase acuosa. Dicha mezcla se envía a una sección de separación de fases (no representada en la figura 1) con el fin de separar las tres fases anteriores, obteniéndose: una fase aceitosa que consiste en biopetróleo (corriente 6), una fase sólida (es decir, residuo) (corriente 7) que comprende cenizas, productos inertes, y una primera fase acuosa (corriente 2).

Dicha primera fase acuosa (corriente 2) se somete a tratamiento con al menos un material adsorbente (p. ej., zeolita, arcilla, naturales o sintéticas) obteniéndose una segunda fase acuosa (corriente 3).

15 Dicha segunda fase acuosa (corriente 3) se somete a fermentación en presencia de una levadura oleaginoso (p. ej., *Rhodotorula graminis* DBVPG 4620), o de un consorcio microbiano aislado de la primera fase acuosa obtenida en la etapa de licuefacción (a), o de un consorcio microbiano aislado de la segunda fase acuosa obtenida en la etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente, como se ha descrito antes.

20 Al final de la fermentación, se obtiene una biomasa, que se somete a un tratamiento de espesamiento (no representado en la figura 1), con el fin de concentrar las células de dicha levadura oleaginoso en dicha biomasa con el fin de obtener valores de concentración preferiblemente en el intervalo de 5% en peso a 30% en peso con respecto al peso total (peso seco) de dicha biomasa. Se obtiene también un lodo acuoso (corriente 8) de dicho tratamiento de espesamiento, que se puede enviar a un tratamiento posterior tal como, por ejemplo, tratamiento aerobio o anaerobio (no representado en la figura 1).

25 Al final del tratamiento de espesamiento, la biomasa (corriente 4) se somete a licuefacción junto con los residuos sólidos municipales. La fase oleosa adicional que consiste en biopetróleo obtenida de la licuefacción de dicha biomasa se recupera en la (corriente 6).

También se obtienen una fase sólida adicional, una fase acuosa adicional y una fase gaseosa adicional de la licuefacción de dicha biomasa, que se recuperan en la (corriente 7), (corriente 2) y (corriente 5), respectivamente.

30 Como se ha descrito antes, durante la etapa de licuefacción (a), también se produce una fase gaseosa (corriente 5), que comprende CO<sub>2</sub>, hidrocarburos gaseosos que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, u otros gases, que se pueden separar, por ejemplo, por despresurización del recipiente presurizado en el que se lleva a cabo dicha licuefacción, antes de enviar la mezcla (fase oleosa + fase sólida + primera fase acuosa) obtenida después de licuefacción, a la sección de separación de fases. La fase gaseosa así obtenida (corriente 5) se puede enviar a tratamientos adicionales con el fin de enriquecer su componente orgánico combustible.

35 El biopetróleo así obtenido se puede enviar a fases de procesamiento posteriores para ser transformado, por ejemplo, en biocombustible mediante el tratamiento de hidrogenación o craqueo, por ejemplo (no representado en la figura 1).

40 Se proporcionan más adelante algunos ejemplos ilustrativos y no limitantes para una mejor comprensión de la presente invención y para su realización.

#### Ejemplo 1 (comparativo)

Se alimentan 500 g de fracción orgánica húmeda de residuos sólidos municipales (RSM), con un sistema de suministro adecuado, a un autoclave de 1 litro agitado. El peso seco de esta fracción resulta ser igual a 25% en peso (125 g).

45 Después de crear una atmósfera inerte dentro del autoclave mediante lavados con nitrógeno, el autoclave se calienta rápidamente con el fin de alcanzar la temperatura interna de 310°C: se mantiene con agitación, en estas condiciones, durante 1 hora, observando que la presión dentro del autoclave alcance la presión máxima de 110 bar.

50 Después el autoclave se enfría rápidamente a 80°C y se separa la fase gaseosa. Dicha fase gaseosa se analiza por separado por técnicas de cromatografía de gases, y resulta ser igual a 22,5 g (18% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales). El análisis mostraba que 90% de la fase gaseosa consistía en dióxido de carbono.

La mezcla de reacción así obtenida se separa, con calentamiento, en un separador gravitacional, obteniéndose tres fases:

- una fase oleosa que consiste en biopetróleo que, una vez hecha anhidra, resulta ser igual a 43,7 g (35% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una fase sólida que consiste en un residuo sólido igual a 18,8 g (15% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

5 - una fase acuosa igual a 415 g que tiene un contenido de RSU igual a 40,0 g (32% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales).

#### Ejemplo 2

10 Se alimentan 500 g de fracción orgánica húmeda de residuos sólidos municipales (RSM), con un sistema de suministro adecuado, a un autoclave de 1 litro agitado. El peso seco de esta fracción resulta ser igual a 25% en peso (125 g).

Después de crear una atmósfera inerte dentro del autoclave mediante lavados con nitrógeno, el autoclave se calienta rápidamente con el fin de alcanzar la temperatura interna de 310°C: se mantiene con agitación, en estas condiciones, durante 1 hora, observando que la presión dentro del autoclave alcance la presión máxima de 110 bar.

15 Después el autoclave se enfría rápidamente a 80°C y se separa la fase gaseosa. Dicha fase gaseosa se analiza por separado por técnicas de cromatografía de gases, y resulta ser igual a 22 g (17% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales). El análisis mostraba que 90% de la fase gaseosa consistía en dióxido de carbono.

La mezcla de reacción así obtenida se separa, con calentamiento, en un separador gravitacional, obteniéndose tres fases:

20 - una fase oleosa que consiste en biopetróleo que, una vez hecha anhidra, resulta ser igual a 42 g (33,6% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una fase sólida que consiste en un residuo sólido igual a 18,8 g (15% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una primera fase acuosa igual a 416 g que tiene un contenido de RSM igual a 41,7 g (32% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales).

25 Dicha primera fase acuosa se transfiere a un matraz de vidrio de 1 litro, regulado por termostato, agitado. Se añade una arcilla (Calidad F20 de Engelhard) en una cantidad igual a 10 g por 100 g de la fase acuosa. La mezcla obtenida se lleva a 80°C, con agitación suave y se mantiene en estas condiciones durante aproximadamente 3 horas. Al final, la mezcla se filtra con calor con el fin de recuperar una segunda fase acuosa que resulta ser igual a 395 g.

30 Dicha segunda fase acuosa se usa enteramente y sin ninguna dilución como medio de cultivo en la siguiente etapa de fermentación: se añade solo extracto de levadura en una concentración de 1 g/l como fuente de vitaminas y el pH se ajusta a un valor de 6,5 por la adición de una disolución acuosa de hidróxido potásico (KOH) 0,1 M. Posteriormente dicha segunda fase acuosa se alimenta a un fermentador que tiene un volumen útil de 1 litro y se inocula una cepa de *Rhodotorula graminis* DBVPG 4620 previamente cultivada en un medio de levadura YEPG (inóculo igual a 5 g/l - en peso seco).

35 La fermentación se lleva a cabo a una temperatura de 30°C y con una agitación igual a 170 rpm, Después de 70 horas de fermentación, se recupera la biomasa por centrifugación (5.000 rpm durante 30 minutos) obteniéndose 56 g de biomasa húmeda que contiene 20% en peso de células (peso seco igual a 11,2 g). La determinación del contenido de lípidos se lleva a cabo mediante el método de fosfo-vainillina, usando un kit de Spinreact. Las células centrifugadas se digieren con ácido sulfúrico 0,1 M y el lisado obtenido se hace reaccionar con una disolución de fosfo-vainillina que forma un complejo coloreado con los ácidos grasos. La dosificación se lleva a cabo leyendo el espectrofotómetro a 540 nm y en relación con una recta de calibración. El contenido de lípidos resultó ser igual a 5,1% en peso (con respecto al peso seco de las células).

40 La biomasa así obtenida se alimenta al autoclave de 1 litro agitado mencionado antes, junto con 500 g de fracción orgánica de residuos sólidos municipales (RSM): la licuefacción se lleva a cabo en las mismas condiciones de trabajo descritas antes. Después de tratamiento de separación análogo, se obtienen así 4,8 g adicionales de biopetróleo, que en total conduce a la formación de 46,8 g de biopetróleo con un aumento del rendimiento de biopetróleo igual a 11,4%.

#### Ejemplo 3

50 Se alimentan 500 g de fracción orgánica húmeda de residuos sólidos municipales (RSM), con un sistema de suministro adecuado, a un autoclave de 1 litro agitado. El peso seco de esta fracción resulta ser igual a 25% en peso (125 g).

Después de crear una atmósfera inerte dentro del autoclave mediante lavados con nitrógeno, el autoclave se calienta rápidamente con el fin de alcanzar la temperatura interna de 310°C: se mantiene con agitación, en estas condiciones, durante 1 hora, observando que la presión dentro del autoclave alcance la presión máxima de 108 bar.

5 Después el autoclave se enfría rápidamente a 80°C y se separa la fase gaseosa. Dicha fase gaseosa se analiza por separado por técnicas de cromatografía de gases, y resulta ser igual a 20,5 g (16% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales). El análisis mostraba que 89% de la fase gaseosa consistía en dióxido de carbono.

La mezcla de reacción así obtenida se separa, con calentamiento, en un separador gravitacional, obteniéndose tres fases:

10 - una fase oleosa que consiste en biopetróleo que, una vez hecha anhidra, resulta ser igual a 40 g (32% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una fase sólida que consiste en un residuo sólido igual a 18,7 g (15% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una primera fase acuosa igual a 421 g que tiene un contenido de RSM igual a 46,3 g (37% en peso de la fracción seca de los RSU iniciales).

15 Dicha primera fase acuosa se transfiere a un matraz de vidrio de 1 litro, regulado por termostato, agitado. Se añade una arcilla natural (Sepiolita 30/60 de Tolsa) en una cantidad igual a 10 g por 100 g de la fase acuosa. La mezcla obtenida se lleva a 80°C, con agitación suave y se mantiene en estas condiciones durante aproximadamente 3 horas. Al final, la mezcla se filtra con calor con el fin de recuperar una segunda fase acuosa que resultó ser igual a 400 g.

20 Dicha segunda fase acuosa se usa enteramente y sin ninguna dilución como medio de cultivo en la siguiente etapa de fermentación: se añade solo extracto de levadura en una concentración de 1 g/l como fuente de vitaminas y el pH se ajusta a un valor de 6,5 por la adición de una disolución acuosa de hidróxido potásico (KOH) 0,1 M. Posteriormente dicha segunda fase acuosa se alimenta a un fermentador que tiene un volumen útil de 1 litro y se inocula una cepa de *Rhodotorula graminis* DBVPG 4620 previamente cultivada en un medio de levadura YEPG  
25 (inóculo igual a 5 g/l - en peso seco).

La fermentación se lleva a cabo a una temperatura de 30°C y con una agitación igual a 170 rpm, Después de 70 horas de fermentación, se recupera la biomasa por centrifugación (5.000 rpm durante 30 minutos) obteniéndose 69,7 g de biomasa húmeda que contiene 20% en peso de células (peso seco igual a 13,9 g). La determinación del contenido de lípidos se lleva a cabo mediante el método de fosfo-vainillina, usando un kit de Spinreact. Las células  
30 centrifugadas se digieren con ácido sulfúrico 0,1 M y el lisado obtenido se hace reaccionar con una disolución de fosfo-vainillina que forma un complejo coloreado con los ácidos grasos. La dosificación se lleva a cabo leyendo el espectrofotómetro a 540 nm y en relación con una recta de calibración. El contenido de lípidos resulta ser igual a 16,2% en peso (con respecto al peso seco de las células).

35 La biomasa así obtenida se alimenta al autoclave de 1 litro agitado mencionado antes, junto con 500 g de fracción orgánica de residuos sólidos municipales (RSM): la licuefacción se lleva a cabo en las mismas condiciones de trabajo descritas antes. Después de tratamiento de separación análogo, se obtienen así 6,9 g adicionales de biopetróleo, que en total conduce a la formación de 46,9 g de biopetróleo con un aumento del rendimiento de biopetróleo igual a 17,2%.

#### Ejemplo 4

40 Se alimentan 500 g de fracción orgánica húmeda de residuos sólidos municipales (RSM), con un sistema de suministro adecuado, a un autoclave de 1 litro agitado. El peso seco de esta fracción resulta ser igual a 25% en peso (125 g).

45 Después de crear una atmósfera inerte dentro del autoclave mediante lavados con nitrógeno, el autoclave se calienta rápidamente con el fin de alcanzar la temperatura interna de 310°C: se mantiene con agitación, en estas condiciones, durante 1 hora, observando que la presión dentro del autoclave alcance la presión máxima de 110 bar.

Después el autoclave se enfría rápidamente a 80°C y se separa la fase gaseosa. Dicha fase gaseosa se analiza por separado por técnicas de cromatografía de gases, y resulta ser igual a 22,1 g (17% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales). El análisis mostraba que 90% de la fase gaseosa consistía en dióxido de carbono.

50 La mezcla de reacción así obtenida se separa, con calentamiento, en un separador gravitacional, obteniéndose tres fases:

- una fase oleosa que consiste en biopetróleo que, una vez hecha anhidra, resulta ser igual a 42,5 g (34% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una fase sólida que consiste en un residuo sólido igual a 17 g (13,5% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una primera fase acuosa igual a 419 g que tiene un contenido de RSM igual a 44,2 g (35,5% en peso de la fracción seca de los RSU iniciales).

5 Dicha primera fase acuosa se transfiere a un matraz de vidrio de 1 litro, regulado por termostato, agitado. Se añade una zeolita sintética (HZSM-5 de Zeolyst) en una cantidad igual a 10 g por 100 g de la fase acuosa. La mezcla obtenida se lleva a 80°C, con agitación suave y se mantiene en estas condiciones durante aproximadamente 3 horas. Al final, la mezcla se filtra con calor con el fin de recuperar una segunda fase acuosa que resultó ser igual a 402 g.

10 Dicha segunda fase acuosa se usa enteramente y sin ninguna dilución como medio de cultivo en la siguiente etapa de fermentación: se añade solo extracto de levadura en una concentración de 1 g/l como fuente de vitaminas y el pH se ajusta a un valor de 6,5 por la adición de una disolución acuosa de hidróxido potásico (KOH) 0,1 M. Posteriormente dicha segunda fase acuosa se alimenta a un fermentador que tiene un volumen útil de 1 litro y se inocula una cepa de *Rhodotorula graminis* DBVPG 4620 previamente cultivada en un medio de levadura YEPG (inóculo igual a 5 g/l - en peso seco).

15 La fermentación se lleva a cabo a una temperatura de 30°C y con agitación igual a 170 rpm, Después de 70 horas de fermentación, se recupera la biomasa por centrifugación (5.000 rpm durante 30 minutos) obteniéndose 47,5 g de biomasa húmeda que contiene 20% en peso de células (peso seco igual a 9,5 g). La determinación del contenido de lípidos se lleva a cabo mediante el método de fosfo-vainillina, usando un kit de Spinreact. Las células centrifugadas se digieren con ácido sulfúrico 0,1 M y el lisado obtenido se hace reaccionar con una disolución de fosfo-vainillina que forma un complejo coloreado con los ácidos grasos. La dosificación se lleva a cabo leyendo el espectrofotómetro a 540 nm y en relación con una recta de calibración. El contenido de lípidos resultó ser igual a 18% en peso (con respecto al peso seco de las células).

20 La biomasa así obtenida se alimenta al autoclave de 1 litro agitado mencionado antes, junto con 500 g de fracción orgánica de residuos sólidos municipales (RSM): la licuefacción se lleva a cabo en las mismas condiciones de trabajo descritas antes. Después de tratamiento de separación análogo, se obtienen así 4,8 g adicionales de biopetróleo, que en total conduce a la formación de 47,3 g de biopetróleo con un aumento del rendimiento de biopetróleo igual a 11,3%.

#### Ejemplo 5

30 Se alimentan 500 g de fracción orgánica húmeda de residuos sólidos municipales (RSM), con un sistema de suministro adecuado, a un autoclave de 1 litro agitado. El peso seco de esta fracción resulta ser igual a 25% en peso (125 g).

35 Después de crear una atmósfera inerte dentro del autoclave mediante lavados con nitrógeno, el autoclave se calienta rápidamente con el fin de alcanzar la temperatura interna de 310°C: se mantiene con agitación, en estas condiciones, durante 1 hora, observando que la presión dentro del autoclave alcance la presión máxima de 110 bar.

Después el autoclave se enfría rápidamente a 80°C y se separa la fase gaseosa. Dicha fase gaseosa se analiza por separado por técnicas de cromatografía de gases, y resulta ser igual a 21,9 g (17,5% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales). El análisis mostraba que 91% de la fase gaseosa consistía en dióxido de carbono.

40 La mezcla de reacción así obtenida se separa, con calentamiento, en un separador gravitacional, obteniéndose tres fases:

- una fase oleosa que consiste en biopetróleo que, una vez hecha anhidra, resulta ser igual a 41,5 g (33% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

- una fase sólida que consiste en un residuo sólido igual a 18 g (14,4% en peso de la fracción seca de los RSM iniciales);

45 - una primera fase acuosa igual a 418,5 g que tiene un contenido de RSM igual a 44,2 g (43,6% en peso de la fracción seca de los RSU iniciales).

50 Dicha primera fase acuosa se transfiere a un matraz de vidrio de 1 litro, regulado por termostato, agitado. Se añade una zeolita natural (clinoptilolita procedente de Turquía) en una cantidad igual a 10 g por 100 g de la fase acuosa. La mezcla obtenida se lleva a 80°C, con agitación suave y se mantiene en estas condiciones durante aproximadamente 3 horas. Al final, la mezcla se filtra con calor con el fin de recuperar una segunda fase acuosa que resultó ser igual a 397 g.

Dicha segunda fase acuosa se usa enteramente y sin ninguna dilución como medio de cultivo en la siguiente etapa de fermentación: se añade solo extracto de levadura en una concentración de 1 g/l como fuente de vitaminas y el pH se ajusta a un valor de 6,5 por la adición de una disolución acuosa de hidróxido potásico (KOH) 0,1 M.

Posteriormente dicha segunda fase acuosa se alimenta a un fermentador que tiene un volumen útil de 1 litro y se inocula una cepa de *Rhodotorula graminis* DBVPG 4620 previamente cultivada en un medio de levadura YEPG (inóculo igual a 5 g/l - en peso seco).

5 La fermentación se lleva a cabo a una temperatura de 30°C y con una agitación igual a 170 rpm, Después de 70 horas de fermentación, se recupera la biomasa por centrifugación (5.000 rpm durante 30 minutos) obteniéndose 40 g de biomasa húmeda que contiene 20% en peso de células (peso seco igual a 8 g). La determinación del contenido de lípidos se lleva a cabo mediante el método de fosfo-vainillina, usando un kit de Spinreact. Las células centrifugadas se digieren con ácido sulfúrico 0,1 M y el lisado obtenido se hace reaccionar con una disolución de fosfo-vainillina que forma un complejo coloreado con los ácidos grasos. La dosificación se lleva a cabo leyendo el espectrofotómetro a 540 nm y en relación con una recta de calibración. El contenido de lípidos resulta ser igual a 10% en peso (con respecto al peso seco de las células).

10 La biomasa así obtenida se alimenta al autoclave de 1 litro agitado mencionado antes, junto con 500 g de fracción orgánica de residuos sólidos municipales (RSM): la licuefacción se lleva a cabo en las mismas condiciones de trabajo descritas antes. Después de tratamiento de separación análogo, se obtienen así 3,7 g adicionales de biopetróleo, que en total conduce a la formación de 45,2 g de biopetróleo con un aumento del rendimiento de biopetróleo igual a 9%.

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para la producción de biopetróleo a partir de residuos sólidos municipales, que comprende las siguientes etapas:
- 5 a) someter dichos residuos sólidos municipales a licuefacción obteniendo una mezcla que incluye una fase oleosa que consiste en biopetróleo, una fase sólida y una primera fase acuosa;
- b) someter la primera fase acuosa obtenida en la etapa de licuefacción a) a un tratamiento con al menos un material adsorbente obteniendo una segunda fase acuosa;
- c) someter la segunda fase acuosa obtenida en la etapa de tratamiento b) con al menos un material adsorbente a fermentación obteniendo una biomasa;
- 10 d) someter la biomasa obtenida en la etapa de fermentación c) a dicha etapa de licuefacción a);
- en donde dicha etapa de licuefacción (a) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 150°C a 350°C, a una presión en el intervalo de 5 bar a 170 bar, durante un tiempo en el intervalo de 5 minutos a 240 minutos.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, en donde dichos residuos sólidos municipales se seleccionan de: material orgánico procedente de la recogida de residuos separada, material orgánico seleccionado de residuos sólidos municipales no separados, o sus mezclas; o mezclas de dicho material orgánico con restos de poda y/o residuos agrícolas.
- 15 3. El procedimiento según la reivindicación 2, en donde dichos residuos sólidos municipales se usan en una mezcla con otros materiales tales como:
- 20 - lodos primarios y biológicos producidos en plantas depuradoras de aguas residuales;
- residuos y/o desechos procedentes de actividades agrícolas y/o zootécnicas;
- residuos y/o desechos procedentes de la industria agroalimentaria;
- residuos y/o desechos procedentes de procesado agrícola, de forestación y/o de silvicultura;
- o mezclas de los mismos.
- 25 4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dichos residuos sólidos municipales, como tales o en una mezcla con otros materiales, se tratan sometiéndolos a un procedimiento preliminar de trituración o clasificación por tamaños antes de someterlos a dicha etapa de licuefacción a).
5. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dichos residuos sólidos municipales tienen un contenido de agua mayor que o igual a 50% en peso con respecto al peso total de dichos residuos sólidos municipales.
- 30 6. El procedimiento según la reivindicación 5, en donde dichos residuos sólidos municipales tienen un contenido de agua en el intervalo de 55% en peso a 80% en peso con respecto al peso total de dichos residuos sólidos municipales.
7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de licuefacción (a) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 200°C a 320°C.
- 35 8. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de licuefacción (a) se lleva a cabo a una presión en el intervalo de 15 bar a 115 bar.
9. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de licuefacción (a) se lleva a cabo durante un tiempo en el intervalo de 15 minutos a 90 minutos.
- 40 10. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha fase oleosa, dicha fase sólida y dicha primera fase acuosa incluidas en la mezcla obtenida en dicha etapa a), se separan por medios de separación gravitacional, filtración, centrifugación.
11. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20°C a 150°C.
- 45 12. El procedimiento según la reivindicación 11, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 30°C a 100°C.

13. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo a una presión en el intervalo de 0,5 bar a 10 bar.
14. El procedimiento según la reivindicación 13, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo a una presión en el intervalo de 1 bar a 2 bar.
- 5 15. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo durante un tiempo en el intervalo de 10 minutos a 6 horas.
16. El procedimiento según la reivindicación 15, en donde dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente se lleva a cabo durante un tiempo en el intervalo de 30 minutos a 4 horas.
- 10 17. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho material adsorbente se selecciona de zeolitas, como tales o químicamente modificadas; arcillas, como tales o químicamente modificadas; materiales mesoporosos, como tales o químicamente modificados; resinas de intercambio iónico; o sus mezclas.
18. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicho material adsorbente se añade a dicha primera fase acuosa en una cantidad en el intervalo de 0,5% en peso a 50% en peso con respecto al peso total de dicha segunda fase acuosa.
- 15 19. El procedimiento según la reivindicación 18, en donde dicho material adsorbente se añade a dicha primera fase acuosa en una cantidad en el intervalo de 5% en peso a 15% en peso con respecto al peso total de dicha segunda fase acuosa.
20. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo en presencia de una levadura oleaginosa.
- 20 21. El procedimiento según la reivindicación 20, en donde dicha levadura oleaginosa se selecciona de *Rhodotorula glutinis*, *Rhodotorula gracilis*, *Rhodotorula graminis*, *Lypomices starkeyi*, *Lypomices lipofer*, *Trigonopsis variabilis*, *Candida kefyri*, *Candida curvata*, *Candida lipolytica*, *Torulopsis sp.*, *Pichia stipitis*, *Criptomococcus albidus*, *Criptomococcus sp.* o sus mezclas.
- 25 22. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 19, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo en presencia de al menos un consorcio microbiano aislado de la primera fase acuosa obtenida en dicha etapa de licuefacción (a), o de la segunda fase acuosa obtenida en dicha etapa de tratamiento (b) con al menos un material adsorbente.
23. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 20°C a 40°C.
- 30 24. El procedimiento según la reivindicación 23, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo a una temperatura en el intervalo de 25°C a 35°C.
25. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo durante un tiempo en el intervalo de 10 horas a 120 horas.
- 35 26. El procedimiento según la reivindicación 25, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo durante un tiempo en el intervalo de 24 horas a 100 horas.
27. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo a un pH en el intervalo de 4,5 a 7,5.
28. El procedimiento según la reivindicación 27, en donde dicha etapa de fermentación (c) se lleva a cabo a un pH en el intervalo de 5 a 7.
- 40 29. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones previas, en donde al final de dicha etapa de fermentación (c), antes de someterla a dicha etapa de licuefacción (a), dicha biomasa se somete a un procedimiento de espesamiento.

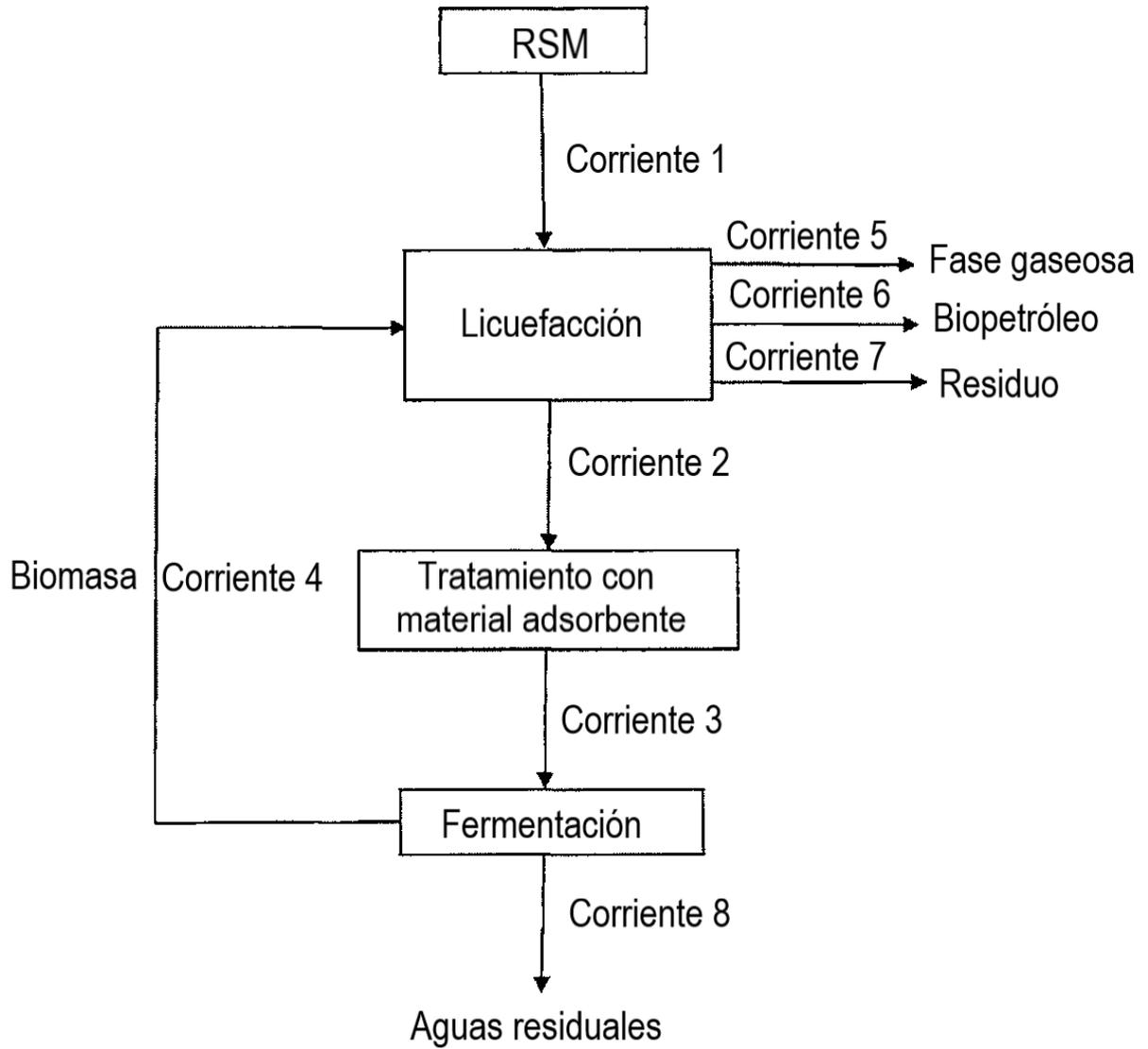


Fig. 1