(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 692 832**

(51) Int. CI.:

C12M 1/33 (2006.01)
C12M 1/00 (2006.01)
C12P 7/10 (2006.01)
C07C 29/00 (2006.01)
C10G 3/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.10.2015 PCT/EP2015/075135**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **06.05.2016 WO16066752**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.10.2015 E 15787205 (2)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.09.2018 EP 3212764**

(54) Título: **Método de tratamiento de biomasa y residuos orgánicos**

(30) Prioridad:

29.10.2014 EP 14190813

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
05.12.2018

(73) Titular/es:

CAMBI TECHNOLOGY AS (100.0%)
Postboks 78
1371 Asker, NO

(72) Inventor/es:

NILSEN, PAAL JAHRE y
HOLTE, HANS RASMUS

(74) Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

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

Método de tratamiento de biomasa y residuos orgánicos

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para el tratamiento de material de origen principalmente orgánico, por ejemplo, en la forma de residuos o biomasa, mediante el cual el contenido de azucares y similares del material tratado queda disponible para fermentación en uno o más productos deseados.

Antecedente de la invención

Los lodos y residuos municipales e industriales y otras fuentes de productos de residuos de origen principalmente orgánico tales como subproductos de jardinería, agricultura, silvicultura, industria maderera, industrias de procesamiento de alimentos y similares, han sido objeto de un creciente interés con los años han como posibles materiales de partida para la producción de combustibles neutros en CO_2 tales como bioetanol o biogás.

Se han descrito en la bibliografía varios métodos de pretratamiento diferentes para material de biomasa a través de los cuales se hace más disponible el contenido de azúcares y similares. Los más conocidos son: hidrólisis ácida fuerte y débil; explosión húmeda (Explosión de Vapor - STEX por sus siglas en inglés); oxidación húmeda (WO por sus siglas en inglés); explosión de fibras básicas (Explosión de Fibra de Amoniaco - AFEX (por sus siglas en inglés)); e hidrolisis térmica (Agua Caliente Líquida - (LHW por sus siglas en inglés)).

Normalmente, la hidrólisis ácida fuerte y débil se caracteriza por que se hidroliza y se disuelve la hemicelulosa y se aumenta la disponibilidad de celulosa para una posterior hidrólisis ácida o enzimática. Cuando se utilizan estos tipos de hidrólisis, es posible, después de la separación de las fracciones insoluble y disuelta, seguir procesando estas fracciones, entre otros, por fermentación. La hidrólisis ácida fuerte ha sido descrita, entre otros, por Lightner (patente estadounidense US 6.258.175), donde también se describe la posibilidad de reutilizar el ácido aplicado después de la precipitación con etanol. El fin principal del proceso es disolver celulosa y hemicelulosa para su uso posterior, por ejemplo, en la producción de etanol por medio de fermentación.

Existen varios problemas asociados a la hidrólisis ácida de la biomasa. En primer lugar, es necesario dividir el material en partículas muy finas (<1 mm), lo cual exige gran cantidad de energía. Además, se requiere una neutralización del material tratado, que se lleva a cabo normalmente por adición de $CaCO_3$ (piedra caliza). Esto significa que el consumo de productos químicos en el proceso es alto y conjuntamente con la acumulación de una cantidad considerable de sulfato de calcio hidratado a través del proceso de neutralización. Por otra parte, el material tratado de la hidrólisis ácida tiene un efecto inhibidor sobre la hidrólisis enzimática y la fermentación microbiana con respecto al material derivado de otras formas de tratamiento (véase más adelante). Finalmente, las bombas, reactores y similares están expuestos a la corrosión como resultado del proceso catalizado con ácido.

La explosión húmeda (STEX) fue descrita ya en 1928, cuando Mason desarrolló el proceso para la fabricación de aglomerados (patentes estadounidenses US 1.824.221 y US 2.759.856). El proceso STEX consiste en una hidrólisis térmica a alta presión, tras la cual se libera la presión en lo que se denomina "efecto de destello", donde se produce una explosión de cada fibra debido a la gran caída de presión - de ahí el nombre de explosión húmeda (o explosión de vapor). Este método de tratamiento se ha seguido desarrollando posteriormente p.ej. para la fabricación de etanol o papel (por ejemplo, patente internacional WO 98/27269).

En STEX normalmente tiene lugar una disolución parcial de hemicelulosa (> 80%) y la celulosa queda disponible para la hidrólisis posterior. El efecto de STEX se asemeja al efecto de la hidrólisis ácida - sin embargo, el proceso STEX expone el equipo del proceso a un desgaste mucho menor y no es tan laborioso en lo que respecta al uso de productos químicos y la acumulación de residuos. Sin embargo, en STEX todavía existe una considerable formación de sustancias que inhiben un posible posterior proceso de fermentación (Palmqvist y Hahn-Hagerdal 2000) particularmente si el material se ha licuado anteriormente con ácido (SO_2 o H_2SO_4 (Martin et al., 2002)).

La oxidación húmeda (WO) se ha desarrollado con el fin de oxidar fracciones de residuos orgánicos (patente estadounidense US 2.690.425) y posteriormente se ha modificado para obtener una solución de hemicelulosa a partir de biomasa que contiene lignocelulosa y residuos orgánicos (véase, p.ej., la patente internacional WO 00/14120). La oxidación húmeda comprende un proceso térmico con adición de un agente oxidante como un exceso de presión de oxígeno. En una oxidación húmeda, se disuelve parcialmente la hemicelulosa y se oxida parte de la lignina presente a través de lo cual aumenta la disponibilidad de celulosa. Normalmente, la oxidación húmeda no requiere una etapa de proceso adicional para eliminar sustancias inhibidoras.

La explosión de fibras básica (AFEX) es un proceso que combina explosión de vapor y adición de un catalizador básico. En la AFEX tradicional, la biomasa se licúa en agua amoniacal a temperaturas moderadas (~50 °C), tras lo cual, se libera momentáneamente la presión (explosión). Mediante este proceso se modifican la celulosa y la lignina, lo cual hace que la celulosa sea más reactiva (disponible) y se libere simultáneamente la hemicelulosa.

La hidrólisis térmica (LHW) es un proceso (normalmente 170 °C – 230 °C) en el que tiene lugar una alta disolución de hemicelulosa, con una disolución parcial de lignina y una disponibilidad mejorada de celulosa (para hidrólisis enzimática) simultáneamente. El residuo de caña de azúcar sin dividir previamente y pretratado con LHW, tiene como resultado hasta un 90 % del rendimiento teórico de etanol después de la hidrólisis enzimática y la fermentación tras la adición de cantidades moderadas de enzima (Van Walsum et al., 1996). La patente estadounidense 4.461.648 describe un método que aumenta la disponibilidad de materiales que contienen celulosa y lignocelulosa. El método comprende adición de vapor de agua a presión, tratamiento térmico y explosión húmeda; se describe asimismo que no es posible un reciclaje de vapor.

Los métodos conocidos para la producción de combustibles neutros en CO_2 a base de dichos residuos orgánicos o biomasa suelen incluir una etapa de pretratamiento que emplea algún tipo de Proceso de Hidrólisis Térmica (THP por sus siglas en inglés) seguido de una digestión anaerobia.

Los procesos suelen basarse en una etapa de hidrólisis térmica realizada en uno o más reactor(es) usando una combinación de alta temperatura y alta presión para desintegrar la estructura celular del material orgánico en el residuo o el lodo y descomponer los compuestos orgánicos de alto peso molecular en moléculas más pequeñas.

La etapa de hidrólisis térmica puede ir seguida de una etapa de explosión de vapor realizada en uno o más tanques de alivio de presión en los que se desintegra el contenido del tanque debido al rápido alivio de la presión. La desintegración y fraccionamiento de la biomasa hace que la siguiente etapa de fermentación sea más eficaz.

El producto derivado de las etapas de pretratamiento en las que se emplea un proceso de hidrólisis térmica (THP) tendrá normalmente una temperatura elevada (por ejemplo, por encima de 90 °C) y se caracterizará por un contenido de materia seca relativamente alto (por ejemplo, por encima del 25 %) y, en algunos casos, también un pH relativamente bajo (por ejemplo, por debajo de 5). Por lo tanto, la manipulación de este producto requerirá normalmente un equipo altamente especializado y, además, normalmente deberá someterse a refrigeración, neutralización y/o dilución (por ejemplo, con agua) antes de su introducción en un proceso posterior basado en digestión anaerobia, ya que esto se realiza por lo general a una temperatura más baja, con un contenido de materia seca más bajo y a un pH neutro.

La patente internacional WO2007/009463 describe un método para la conversión de material celulósico en etanol y otros productos. Se somete el material celulósico a un pretratamiento hidrotérmico a través de al menos una operación de remojo, un pretratamiento hidrotérmico en un reactor presurizado y después una operación de prensado, creando una fracción de fibra y una fracción líquida. El pretratamiento hidrotérmico deja al menos el 80 % de la lignina en la fracción de fibra. Dada la necesidad de manipular material con alto contenido de materia seca, normalmente se requerirá un equipo altamente especializado en los procesos descritos en el documento la patente internacional WO2007/009463.

La patente internacional WO03/013714 divulga un sistema de compuerta mediante el cual un producto con alto contenido de materia seca puede ser dividido en porciones y luego ser transportado individualmente a través de al menos una cámara de compuerta y dos cerraduras de presión, permitiendo así, por ejemplo, la transferencia de una zona baja a una zona de alta presión.

A lo largo de los años se han desarrollado diferentes mejoras de los procesos para tratamiento de biomasa y residuos orgánicos descritos. Así, una manera de conseguir estas mejoras ha sido mediante el uso de la recirculación. En particular, se ha descrito en la técnica anterior la recirculación del vapor que se utilizaría si no en el proceso y su uso para precalentar la biomasa y la recirculación del efluente de agua del proceso para reducir el consumo de agua de proceso que se utilizaría si no en el proceso.

La patente internacional WO2011/006854 divulga un método y un dispositivo para hidrólisis térmica y explosión de vapor de biomasa. El método abarca etapas de precalentamiento de la biomasa, conduciendo la biomasa precalentada hasta al menos dos reactores donde se calienta y se presuriza por adición de vapor y, finalmente, una reducción gradual de presión usando dos tanques de alivio de presión. El tanque de precalentamiento se precalienta mediante el vapor de retorno de los tanques de alivio de presión primero y segundo.

La patente internacional WO01/60752 divulga un método, que es un proceso continuo, que implica la oxidación húmeda o la explosión de vapor para convertir por fermentación materiales de biomasa en etanol. Posteriormente se somete el efluente de aguas residuales de fermentación después de la separación del etanol producido a una etapa de fermentación anaeróbica que genera metano y un efluente de aguas residuales donde la cantidad de sustancias potencialmente inhibidoras está a un nivel por debajo del inhibidor, permitiendo que se recicle todo o parte del agua efluente para el proceso para reducir el consumo de agua de proceso.

La patente internacional WO2014/039984 divulga un método para tratar la biomasa para obtener azúcares monoméricos, donde se somete una biomasa tratada previamente a una hidrólisis enzimática y se hace recircular al menos una porción del material de licuefacción del reactor de hidrólisis enzimática en un emplazamiento aguas arriba de la adición de las enzimas, como porción del refrigerante para la biomasa tratada previamente caliente.

La patente estadounidense US2009/0098616 divulga un método para tratar material vegetal para liberar azúcares fermentables. El método se refiere a un proceso de hidrólisis enzimática en dos etapas y está preferentemente precedido de una etapa de autohidrólisis en la que el material se somete a alta temperatura, vapor y presión, preferentemente, en presencia de ácido. Se hace recircular en parte la corriente de efluente de baja viscosidad de la primera etapa de hidrólisis hasta la primera etapa de hidrólisis enzimática, introduciéndose parte o su totalidad directamente en el reactor, o mezclándose con materia prima lignocelulósica nueva antes de entrar en el reactor. Se divulga asimismo que el proceso enzimático puede realizarse al vacío para eliminar los componentes volátiles, como por ejemplo, compuestos inhibidores de enzimas como furfural.

La patente internacional 2013/013126 se refiere a un proceso y un sistema para producir productos de fermentación empleando un fermentador de fondo en cono, construido para reducir al mínimo el mezclado mecánico en un fermentador. El sistema fundamental comprende una corriente de alimentación y una corriente de alimentación de microorganismos que se introduce en un tanque de mezclado, desde donde se transfiere la corriente de suspensión espesa al fermentador (pH de aproximadamente 4 a 6) a través de un intercambiador de calor. A partir de la corriente que sale del fermentador, se recupera el producto de fermentación (etanol) y se recicla el resto de la corriente (microorganismos, biomasa sin convertir, etc.) a través de un intercambiador de calor hacia el tanque de mezclado. Se proporciona una larga lista de posibles métodos de pretratamiento para la biomasa, sin indicación alguna de cómo se debería seleccionar un método de pretratamiento concreto para la fermentación concreta descrita. Puede apreciarse claramente que el documento instruye sobre un tipo de pretratamiento suave y por ejemplo no se incluye hidrólisis térmica a alta temperatura seguido de expansión en húmedo.

A pesar de los numerosos métodos de tratamiento para el material de biomasa, sigue existiendo la necesidad de un método en el que se trate previamente y se fermente a continuación la biomasa sin necesidad de un uso excesivo de aditivos químicos o equipos especializados para manipular material denso con un alto contenido de materia seca, que tiene una alta temperatura y un pH relativamente bajo. Además, existe la necesidad de un método en el que se reduzca al mínimo la dilución con agua al mismo tiempo que se reducen los costes de energía.

Sumario de la invención

Tal como se divulga en la reivindicación 1, la presente invención se refiere a un método para el tratamiento de material de biomasa que comprende las etapas de:

- pretratamiento de dicho material de biomasa que comprende las etapas de:

    1) hidrólisis térmica a una temperatura por encima de 140 °C, seguida de
    2) explosión húmeda que tiene como resultado un producto intermedio que tiene una concentración de materia seca superior a 25 % y a una temperatura superior a 90 °C,

- posterior fermentación de dicho producto intermedio en un tanque de digestión,

donde se introduce dicho producto intermedio en dicho tanque de digestión mezclándolo con parte del contenido de dicho tanque de digestión que se transporta en un bucle de recirculación que emerge desde dicho tanque de digestión, donde dicho mezclado se realiza antes del mezclado de dicho producto intermedio y de que dicha parte del contenido de dicho tanque de digestión entre en dicho tanque de digestión; y el pH tras dicho mezclado y antes de que la mezcla entre en dicho tanque de digestión está por encima de 6.

Se divulga asimismo un dispositivo para tratar un material de biomasa, donde el dispositivo comprende:

- uno o más reactor(es), y
- uno o más tanque(s) de alivio de presión conectado al/los reactor(es) para aliviar la presión sobre la biomasa, y
- uno o más tanque(s) de digestión conectados al (los) tanque(s) de alivio de presión para fermentación, donde el(los) tanque(s) de digestión se conecta(n) con el(los) tanque(s) de alivio de presión para hacer recircular una parte del contenido del tanque de digestión para mezclarse con una parte del contenido del (los) tanque(s) de alivio de presión.

Ninguna de las mejoras mencionadas en el presente documento que implican la recirculación, supera la necesidad de un equipo altamente especializado para manejar el posterior procesamiento de los productos resultantes de las etapas de pretratamiento convencionales en las que se emplea un proceso de hidrólisis térmica que tiene una temperatura alta (por ejemplo por encima de 90 °C), un contenido de materia seca relativamente alto (por ejemplo, por encima del 25 %) y un pH relativamente bajo (por ejemplo, por debajo de 5).

En cambio, el método de acuerdo con la presente invención utiliza la recirculación de parte del material que se fermenta para superar la necesidad habitual mencionada de un equipo especializado, refrigeración, neutralización y/o dilución (por ejemplo, con agua).

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 muestra (esquemáticamente) una realización de la presente invención.

La Figura 2 muestra (esquemáticamente) una realización típica de métodos conocidos de la técnica anterior, que implican, por ejemplo, el uso de transportadores espirales o helicoidales para transportar material con alto contenido de materia seca a través de tuberías.

La Figura 3 muestra (esquemáticamente) una realización de la presente invención para el primer pretratamiento de biomasa por hidrólisis térmica (d) y explosión húmeda (j) y posteriormente fermentación del producto intermedio así obtenido en un tanque de digestión (q), donde parte del contenido del tanque de digestión es transportado en un bucle de recirculación (t) hacia el tanque de alivio de presión (j), la realización incluye una característica opcional de la conducción del vapor de destello a un condensador (g) y una bomba de circulación (k) y opciones para llevar el condensado al tanque de digestión aguas abajo (q) o seguir el procesamiento para recuperar productos químicos (p).

La Figura 4 muestra (esquemáticamente) una realización de la presente invención para el primer pretratamiento de biomasa mediante hidrólisis térmica (d) y explosión húmeda (j) y posteriormente fermentación del producto intermedio así obtenido en un tanque de digestión (q), donde parte del contenido del tanque de digestión es transportado en un bucle de recirculación (t) en el tanque de alivio de presión (j).

La figura 5 muestra (esquemáticamente) una realización de la presente invención, en la que parte del contenido del tanque de digestión (q) se deshidrata (ah) y retorna como lo que se conoce como torta deshidratada que tiene un mayor contenido de materia seca en la línea de alimentación (a) para el reactor de hidrólisis térmica (d) mezclándolo así con el material de biomasa que se alimentaría si no en el proceso.

Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un método para tratar un material de biomasa que comprende al menos las etapas de:

- pretratamiento de dicho material de biomasa que comprende las etapas de:

  1) hidrólisis térmica a una temperatura por encima de 140 °C, seguido de
  2) explosión húmeda, que tiene como resultado un producto intermedio que tiene una concentración de materia seca superior al 25 % y una temperatura superior a 90 °C,

- Posterior fermentación de dicho producto intermedio en un tanque de digestión, y se caracteriza además por que dicho producto intermedio se introduce en dicho tanque de digestión mezclándolo con parte del contenido de dicho tanque de digestión que es transportado en un bucle de recirculación que emerge de dicho tanque de digestión, donde dicho mezclado se realiza antes del mezclado de dicho producto intermedio y de que dicha parte del contenido de dicho tanque de digestión entre en dicho tanque de digestión; y el pH tras dicho mezclado y antes de que la mezcla entre en dicho tanque de digestión está por encima de pH 6.

El contenido de materia seca en el material resultante de un proceso similar a THP suele ser muy alto, a veces por encima del 90 %. Cuando el contenido de materia seca es superior al 25 %, surgen problemas cuando se utilizan el equipo y los dispositivos convencionales, porque el producto intermedio no puede ser transportado al tanque de digestión a través de tuberías normales y empleando el equipo de bombeo normal. Por lo tanto, se necesitan equipos altamente especializados, como tuberías con tornillos, transportadores espirales o helicoidales y, debido al pH relativamente bajo y alta temperatura y contenido de materia seca del material y el equipo que se emplee necesitará mantenimiento y reparación frecuentes. Por consiguiente, una ventaja derivada del método de acuerdo con la invención es que el material con alto contenido de materia seca, que de acuerdo con los métodos tradicionales debía ser transportado por equipo especializado, se mezcla ahora con un flujo en recirculación desde el tanque de digestión aguas abajo. Como el contenido del tanque de digestión tiene un menor contenido de materia seca y una viscosidad más baja, el flujo mezclado tiene un contenido relativamente más bajo de materia seca y viscosidad y por lo tanto pasa a poderse aplicar para su fácil transporte a través de tuberías normales y empleando equipo de bombeo normal. El escamado, el aglomerado y en ocasiones el bloqueo dentro de los recipientes, las tuberías y especialmente los intercambiadores/enfriadores de calor es un problema conocido durante el tratamiento térmico de ciertos materiales, especialmente materiales orgánicos ricos en lignina, resinas y similares. La capacidad reducida y los retos del funcionamiento pueden llegar a ser críticos para el funcionamiento de dichas plantas. Puede ser necesario el uso frecuente de sistemas de limpieza en el sitio para mantener la capacidad de funcionamiento y suele ser común el uso de productos químicos alcalinos de limpieza. La biodegradación que tiene lugar en el proceso de digestión anaerobia aguas abajo (fermentación) degrada los ácidos orgánicos y establece un entorno relativamente alcalino con un fluido alcalino. Una ventaja adicional de la presente invención es que los recipientes, tuberías, válvulas y refrigeradores se benefician del reciclado del material digerido que proporciona una limpieza alcalina continua sin añadir productos químicos adicionales durante el funcionamiento normal. Para la mayoría de

las materias primas, este proceso elimina el uso de productos químicos limpieza en el sitio (CIP por sus siglas en inglés). Para materiales de alimentación más difíciles, el consumo de productos químicos de limpieza adicionales se reducirá sustancialmente.

El comportamiento de la fibra y el material celulósico está influenciado por varios factores. Los autores de la presente invención han encontrado que uno de los factores que influyen en la capacidad para mantener las fibras en suspensión es el pH. El pH bajo que se produce como resultado del pretratamiento térmico de los materiales orgánicos hace difícil mantener las fibras en suspensión, de manera que la obstrucción se convierte en un problema importante. Una importante ventaja de la recirculación de acuerdo con la presente invención es que el digestato alcalino aumenta el pH a través de lo cual se cambia el comportamiento de las fibras y el material celulósico manteniéndolos en suspensión y permitiendo que sean bombeados a procesos aguas abajo sin el uso de sistemas transportadores.

Los autores de la presente invención han encontrado específicamente que el pH obtenido durante la fermentación - en el tanque de digestión - normalmente en un intervalo de pH 7,3 - 8,3 - es beneficioso para la humectabilidad de las fibras y las propiedades de transporte. Las fibras de biomasa total o parcialmente hidrolizadas, como por ejemplo obtenidas a partir de una explosión húmeda, tienden a separarse del producto intermedio restante a pH bajo, por ejemplo un pH por debajo de 6. Por consiguiente, al volver a hacer circular parte del contenido del tanque de digestión y mezclarse con el producto a partir de la explosión húmeda, es posible aumentar el valor de pH del producto intermedio que sería si no ligeramente ácido y mantener disueltas las fibras de biomasa total o parcialmente hidrolizadas.

De acuerdo con una realización específica de la invención, el pH de la corriente de alimentación al tanque de digestión obtenida después de mezclar el producto intermedio con el producto de fermentación que se ha hecho volver a circular es superior a pH 6; en una realización preferente el pH de la corriente de alimentación al tanque de digestión después de la mezcla es superior a pH 6,5.

De acuerdo con una realización de la invención, el producto intermedio antes mencionado tiene una temperatura por encima de 100 °C.

En tales casos, es decir, en relación con un producto intermedio con una temperatura por encima de 100 °C, se pueden conseguir ventajas adicionales, ya que el vapor, que normalmente acompañaría a dicho producto intermedio cuando es el resultado de un proceso de tipo THP, puede usarse entonces para calentar o incluso para pasteurizar otras corrientes de proceso que comprenden materiales de origen orgánico que se van a añadir al material pretratado antes de la digestión, por ejemplo estiércol líquido.

En una realización más de la invención, el producto intermedio antes mencionado tiene un pH por debajo de 5.

El producto intermedio derivado de un pretratamiento por hidrólisis térmica es generalmente ácido (por ejemplo, con un pH de 4-5). Por consiguiente, aparte del hecho de que dicho producto deberá normalmente ser sometido a una neutralización por separado que requerirá el uso de sustancias químicas antes de su introducción en un proceso basado en la digestión anaerobia, el transporte de material ácido desde el proceso de pretratamiento al tanque de digestión puede implicar además equipos especializados. Sin embargo, en el método de acuerdo con la invención al menos parte de la neutralización del producto intermedio puede conseguirse conjuntamente con la recirculación desde el tanque de digestión. Gracias a esto, se consiguen ventajas adicionales en relación con la menor necesidad de neutralización química y/o un equipo especializado que se emplearía si no en el transporte de material ácido. En una realización de la invención, se neutraliza el producto intermedio mezclándolo con el material que se ha hecho volver a circular del tanque de digestión. El método de la invención puede ser ajustado de modo que cuanto más ácido sea el producto intermedio, más digestato se deberá hacer recircular para obtener un intervalo de pH óptimo.

Como una ventaja adicional, el proceso de acuerdo con la invención puede realizarse en un sistema cerrado. Gracias a ello, se beneficiará el entorno al no quedar expuesto a compuestos volátiles que de otro modo podrían evaporarse del material sometido a pretratamiento y posterior fermentación en el tanque de digestión y que pueden ser potencialmente peligrosos y desprender un mal olor.

El pretratamiento por hidrólisis térmica puede realizarse normalmente de forma discontinua. Un flujo de proceso de tipo continuo es posible aguas abajo desde la hidrólisis térmica, por tanto, es posible manejar, capturar y utilizar la cantidad relativamente grande de vapor liberado de la explosión húmeda (es decir, en los casos en que el material tiene una temperatura por encima de 100 °C), lo cual tiene como resultado además que se reduce al mínimo el consumo de energía externa para el proceso total.

La recirculación desde el tanque de digestión hasta el tanque(s) de alivio de presión puede ser preferentemente un flujo de proceso continuo. Dado que la hidrólisis térmica que alimenta el tanque de alivio de presión preferentemente puede ser un proceso de tipo discontinuo, el nivel de hidrolizado en el tanque de alivio de presión variará en este supuesto. Cuando se aplica de esta manera el método de la invención, el tanque de alivio de presión funciona además como tanque de almacenamiento intermedio, como resultado de lo cual se obtiene un flujo de proceso

continuo al tanque de digestión de flujo aguas abajo y el proceso de fermentación en el mismo.

Para equipos a gran escala es favorable incluir más de un reactor para el pretratamiento de hidrólisis térmica. De esta manera, es posible ejecutar varios lotes con ciclos retardados, como resultado de lo cual se distribuye el producto hacia el(los) tanque(s) de alivio de presión se distribuye a lo largo del tiempo, y también se distribuye de manera más uniforme la entrada de vapor requerida para calentar los reactores se distribuye de forma más uniforme. Esto segundo resulta favorable para el dimensionamiento de las instalaciones de producción de vapor y la demanda de energía a las mismas. De esta manera puede obtenerse un flujo semi-continuo al (los) tanque(s) de alivio de presión. Por otra parte, una ventaja más de incluir más de un reactor para la etapa de hidrólisis térmica es la ventaja aguas arriba de un aumento en la continuidad en la alimentación de los tanques de hidrólisis térmica con biomasa de los tanques de almacenamiento de biomasa.

En una realización, el vapor de retorno de la etapa de explosión húmeda realizada en uno o más tanque(s) de alivio de presión puede usarse para precalentar la biomasa en un tanque de precalentamiento antes de bombear la biomasa al (los) reactor(es). El vapor se suministra adicionalmente al (los) reactor(es) durante y después de la carga de la biomasa para calentarla hasta una temperatura deseada. De este modo se reduce la necesidad de añadir vapor fresco al (los) reactor(es).

El producto intermedio resultante del pretratamiento, es decir, la hidrólisis térmica y la explosión húmeda del material de biomasa, tendrá normalmente una concentración de materia seca superior al 25 % y a una temperatura por encima de 90 °C. Convencionalmente, el transporte del producto intermedio que tiene un alto contenido de materia seca se resuelve mediante equipos altamente especializados. Asimismo, la temperatura del producto intermedio se reduce convencionalmente mediante agua de refrigeración tradicional. La presente invención se basa en la recirculación de al menos parte del contenido del (los) tanque(s) de digestión, eliminando de este modo los inconvenientes derivados del tratamiento necesario si no del producto intermedio antes de que éste pueda entrar en el tanque de digestión. El pretratamiento del material de biomasa puede realizarse de diversas maneras como se describe a continuación.

Se han descrito en la bibliografía una serie de diferentes métodos de pretratamiento para el material de biomasa mediante los cuales se hace más accesible el contenido de azúcares y similares, algunos de los cuales se mencionan en el presente documento en la sección de antecedentes. Los más conocidos son: hidrólisis ácida fuerte y débil, explosión húmeda, oxidación húmeda (WO), explosión de la fibra de amoníaco (AFEX), hidrólisis térmica (agua caliente líquida - LHW) y combinaciones de los mismos. Estos tratamientos pueden formar parte del pretratamiento solos o en cualquier combinación de acuerdo con la invención. Dependiendo de la elección del pretratamiento, el método de la presente invención puede comprender además una etapa de pretratamiento de molienda total o parcial de la biomasa.

A continuación se describen más detalles de las etapas de pretratamiento:

Hidrólisis térmica

Se introduce la biomasa y/o material de residuos orgánicos en un reactor, donde se mezcla el material y se calienta con vapor directo o indirecto a una temperatura por encima de 140 °C, normalmente en el intervalo de 140-220 °C, preferentemente en el intervalo de 140-200 °C, más preferentemente 150-190 °C, aún más preferentemente 160-180 °C siendo lo más preferente 170 °C, a presión de saturación. Una vez alcanzadas la temperatura deseada y la presión deseada, puede mantenerse el material en estas condiciones durante 5-30 min, preferentemente 10-25 min, más preferentemente 10-20 min y lo más preferentemente 15-20 min.

En una realización específica de la invención, la hidrólisis térmica se realiza a una temperatura por encima de 140 °C y se mantiene durante 5-30 minutos seguido de explosión húmeda realizada reduciendo la presión de 5-35 bares a la presión atmosférica.

Oxidación húmeda

En una realización de la invención, el método comprende además una oxidación húmeda, oxidación que puede realizarse preferentemente después de la etapa de hidrólisis térmica pero antes de la explosión húmeda. Una vez terminada la hidrólisis térmica, se puede añadir al material un agente oxidante apropiado, preferentemente oxígeno, peróxido de hidrógeno o aire, en una cantidad que puede depender del contenido de lignina y que normalmente corresponde al 2-20 % del contenido del material de COD (por sus siglas en inglés o demanda de oxigeno química) preferentemente 3-19 %, más preferentemente 5-17 %, por ejemplo, preferentemente 7-16 %, más preferentemente 8-15 %, por ejemplo, preferentemente 9-14 %, más preferentemente 10-13% y determinado por el crecimiento de la presión en el reactor. La oxidación húmeda puede llevarse a cabo normalmente a una temperatura en un intervalo de 170-220 °C.

La presión y la temperatura pueden aumentarse en relación con la oxidación húmeda a 15-35 bares, preferentemente 20-35 bares, más preferentemente 25-35 bares y lo más preferentemente 30-35 bares y 170-

210 °C, preferentemente 180-200 °C, más preferentemente 190-200 °C, respectivamente. En una realización, la oxidación es a una presión por encima de la presión de saturación en la hidrólisis térmica de la etapa 1). Cuando se ha alcanzado la presión deseada y la temperatura deseada tras la adición del agente oxidante, pueden mantenerse estas condiciones durante 1-30 min, preferentemente 5-25 min, más preferentemente 10-20 min siendo sobre todo preferente 15-20 min. Opcionalmente, una vez terminada la reacción de oxidación húmeda, la presión del material puede liberarse parcialmente a 5-10 bares. En este caso, el intervalo de presión en el que puede efectuarse la siguiente explosión húmeda es de 5-35 bares. Si no se realiza la liberación parcial de la presión, entonces el intervalo de presión es 1 -35 bar.

En una realización específica de la invención, el método comprende una oxidación a una presión de 15-35 bar y una temperatura de 170-220 °C que se mantiene durante 1-30 minutos. En una realización más específica de la invención, el método comprende una oxidación a una presión de 15-35 bar y a una temperatura de 170-210 °C que se mantiene durante 1 - 30 minutos, oxidación que, en una realización preferente más, se realizada después de la hidrólisis térmica pero antes de la explosión húmeda.

Explosión húmeda

Una vez terminada la etapa de hidrólisis térmica y, opcionalmente, una etapa de oxidación húmeda, el material de biomasa tratado se conduce a continuación a uno o más tanque(s) de alivio de presión, durante lo cual se reduce la presión de 5-35 bar; la presión puede reducirse normalmente a una presión por debajo de 2 bar, preferentemente por debajo de 1,5 bar. Preferentemente, se reduce la presión de 15-35 bar a aproximadamente 1 bar, es decir, presión atmosférica. Durante esta explosión húmeda se desintegra la mayoría de las estructuras celulares. Inmediatamente después de la explosión húmeda, la temperatura del material oxidado es preferentemente de 95-110 °C, lo que hace el material estéril. Cuando se descarga el material térmicamente tratado del reactor de hidrólisis térmica, la descarga a uno o más tanques de alivio de presión es impulsada por la diferencia de presión entre el reactor y el(los) tanque(s) de alivio de presión aguas abajo. Debido a la caída de presión, el vapor condensado se evaporará dentro del (los) tanque(s) de alivio de presión. La explosión húmeda tiene lugar a través de un tanque de alivio de presión o secuencialmente en dos o más tanques de alivio de presión. El término "tanque de evaporación instantánea" y el término "tanque de alivio de presión" se utilizan indistintamente en el presente documento.

Fermentación

Después de enfriar a la temperatura deseada, puede procesarse además el material tratado en etanol, hidrógeno, ácido láctico, metano, succinato, ácidos orgánicos u otros productos deseados por fermentación.

Los procesos generales de la presente invención también pueden abarcar un tratamiento con enzimas (por ejemplo, celulasas) con el fin de convertir los carbohidratos en monohidratos antes de la fermentación en etanol u otros productos de fermentación.

A continuación del pretratamiento, se pueden someter además la suspensión espesa y/o la fase acuosa de la misma a un tratamiento de hidrólisis enzimática que tiene como resultado al menos una hidrólisis parcial de la celulosa y hemicelulosa para obtener una suspensión espesa y/o una fase acuosa que contiene una cantidad de azúcares microbianamente fermentables.

El propósito de tal tratamiento de hidrólisis enzimática es hidrolizar el oligosacárido y posiblemente las especies de polisacáridos producidas durante un tratamiento oxidativo húmedo, si lo hubiera, y/o una explosión de vapor de origen de celulosa y/o hemicelulosa para formar azúcares fermentables (por ejemplo glucosa, xilosa y posiblemente otros monosacáridos).

En una realización de la presente invención, el método comprende además una hidrolisis enzimática de dicho producto intermedio, la hidrolisis enzimática se realiza antes de la etapa de fermentación, aunque se puede realizar antes o después del mezclado del producto intermedio con una parte del contenido de dicho tanque de digestión. En una realización preferente el método no comprende ninguna etapa de hidrólisis enzimática por separado.

La hidrolisis enzimática puede conseguirse según el modo conocido a través del tratamiento con una o más enzimas de enzimas carbohidrasa apropiadas (glucosidasas, EC 3.2). En una realización preferente, la enzima carbohidrasa se selecciona del grupo que consiste en una celulasa (EC 3.2.1.4) en el caso de hidrolisis de celulosa o fragmentos de celulosa; una xilanasa (como una endo-1, 4-3-xilanasa, EC 3.2.1.8) en el caso de hidrolisis de xilanos; una 3-glucanasa incluyendo glucan-1, 3-β-glucosidasa (exo-1, 3-β-glucanasa, EC 3.2.1.58) o una endo-1,3(4)-β-glucanasa, EC 3.2.1.6, en el caso de hidrólisis de fragmentos solubles de celulosa a glucosa y una pectinasa (poligalacturonasa, EC 3.2.1.15) en el caso de hidrolisis de pectato y otros galaturonanos. Los productos de enzima comerciales pertinentes en este sentido incluyen Celluclast™, distribuido por Novo Nordisk A/S, Bagsvaerd, Dinamarca, por ejemplo, como Celluclast™ 1,5 l (una preparación liquida). El Celluclast exhibe tanto actividad de celulasa (que degrada celulosa en glucosa, celobiosa y polímeros de glucosa superiores) como cierto grado de actividad de xilanasa.

Los azúcares fermentables, en particular el/los producto(s) monosacárido(s) obtenido(s) por hidrólisis son útiles para una posterior transformación para dar otros productos útiles (por ejemplo etanol o xilitol). Por lo tanto, la glucosa (derivada de celulosa) y la xilosa (derivada de xilanos en hemicelulosa) pueden transformarse en etanol utilizando los correspondientes microorganismos de fermentación tal como se describe en el presente documento, y la xilosa puede transformarse alternativamente en xilitol a través de métodos establecidos (por ejemplo por hidrogenación catalítica o por fermentación).

En el método de acuerdo con la invención, se somete a fermentación el producto intermedio en uno o más tanques de digestión. La etapa de fermentación puede emplear uno o más microorganismos fermentadores capaces de degradar oligo- y/o monosacáridos presentes en dicha fase líquida para formar etanol.

Con respecto a la fermentación de, por ejemplo, glucosa para producir etanol, se puede usar cualquier microorganismo capaz de convertir glucosa en etanol en el proceso de acuerdo con la invención. Por ejemplo, un microorganismo adecuado incluye un microorganismo mesófilo (es decir uno que crece óptimamente a una temperatura en el intervalo de 20-40°C), por ejemplo, una levadura también denominada "levadura de panadero", *Saccharomyces cerevisiae*.

Con respecto a la fermentación de xilosa, por ejemplo, para producir etanol, se puede usar cualquier microorganismo capaz de convertir xilosa en etanol en el proceso de acuerdo con la invención. Los microorganismos útiles incluyen por ejemplo, ciertos tipos de termófilos (es decir, organismos que crecen óptimamente a una temperatura elevada - normalmente a una temperatura por encima de aproximadamente 50 °C) y microorganismos obtenidos por ingeniería genética derivados de los mismos. En realizaciones preferentes, un organismo adecuado para la fermentación con etanol se selecciona del grupo que consiste en especies de Thermoanaerobacter incluyendo *T. mathranii*, especies de Zymomonas incluyendo *Z. mobilis* y especies de levadura, tales como especies de Pichia. Un ejemplo de una cepa útil de *T. mathranii* se describe en Sonne-Hansen et al., 1993, o Ahring et al. 1996, donde dicha cepa se designa como cepa A3M4.

Se apreciará que un organismo de fermentación de etanol útil puede seleccionarse de un organismo genéticamente modificado de uno de los organismos útiles mencionados que tiene, en relación con organismo del que se deriva, una mayor y mejor actividad de fermentación de etanol. Tal como se utiliza en el presente documento, la expresión "bacteria genéticamente modificada" se usa en el significado convencional de dicho término, es decir, se refiere a cepas obtenidas al someter un organismo a cualquier tratamiento de mutagenización utilizado convencionalmente, que incluye el tratamiento con un mutágeno químico como sulfonato de etanometano (EMS) o N -metil-N'-nitro-N-nitroguanidina (NTG), luz UV o a mutantes espontáneos, incluyendo mutagénesis clásica. Asimismo, dado que es posible proporcionar la bacteria genéticamente modificada por mutagénesis aleatoria o a través de la selección de mutantes espontáneos, es decir, sin el uso de tecnología de ADN recombinante, se prevé que los mutantes del organismo mencionado anteriormente puedan ser proporcionados por dicha tecnología incluyendo mutagénesis dirigida al sitio y técnicas de PCR y otras modificaciones *in vitro* o *in vivo* de secuencias de ADN específicas una vez identificadas y aisladas dichas secuencias.

Utilizando microorganismos con diferentes requisitos óptimos de temperatura de crecimiento para fermentar glucosa y xilosa, respectivamente, para producir etanol, puede ser deseable, por tanto, realizar la etapa de fermentación en cuestión como un proceso en dos etapas, donde primero se pone en contacto con uno de los microorganismos la suspensión espesa y/o la fase acuosa tras las etapas anteriores, en condiciones apropiadas para ellos (por ejemplo, *S. cerevisiae* a una temperatura de aproximadamente 30 °C) y a continuación, con el otro microorganismo en sus condiciones apropiadas (por ejemplo, *T. mathranii* a una temperatura de aproximadamente 70 °C). En la presente invención, la recirculación de parte del contenido del tanque de digestión puede hacerse con contenido de una o de ambas etapas. En los casos en los que es deseable una mayor capacidad de refrigeración, la recirculación puede hacerse preferentemente desde la primera etapa, menos caliente. Las dos etapas pueden tener lugar adecuadamente en recipientes de reacción de fermentación separados o en el mismo recipiente de reacción de una manera secuencial.

A diferencia de una hidrólisis enzimática que tiene un proceso bien definido y que depende por ejemplo de la temperatura, el pH y la cantidad de enzima añadida, una reacción de fermentación es más crítica en el sentido de que las condiciones de crecimiento adecuadas necesitan estar presentes para el microorganismo seleccionado. Adicionalmente, el medio de crecimiento - en este caso el material de biomasa pretratado - necesita mantenerse en equilibrio en lo que respecta por ejemplo a los nutrientes y las sustancias tóxicas o inhibidoras. Son importantes los equilibrios, entre otros, de la relación C: N, el equilibrio NPK, el contenido en S y el contenido en micronutrientes críticos. Algunos materiales de biomasa pueden comprender, como punto de partida, un bajo contenido de componentes como por ejemplo, pero sin limitarse a ellos, selenio, molibdeno y cobalto. Por tanto, especialmente los materiales de biomasa unilateral pueden comprender como punto de partida cantidades bajas de ciertos componentes críticos requeridos para una fermentación optimizada. En tales casos, el equilibrio del material original con los materiales de biomasa complementarios será beneficioso y la presente invención por consiguiente también permite procesos basados en materiales de biomasa mixtos. En caso de que no se pueda lograr un material equilibrado, puede ser necesaria la adición de micronutrientes sobre la base del análisis del equilibrio real de los nutrientes durante la fermentación. Si es necesario, se pueden añadir soluciones de nutrientes a través de un punto

de inyección situado en un circuito de circulación, o añadiendo nutrientes directamente al material introducido en el recipiente de reacción de fermentación, dependiendo del tipo de mezcla de nutrientes que se considere necesario sobre la base de un análisis de los micronutrientes del material fermentado. Pueden añadirse también productos químicos para unir ciertos componentes que de otro modo inhibirían el proceso si estuvieran presentes en altas concentraciones. Un ejemplo de dicho componente es el azufre, que puede inhibir en ciertos procesos el proceso de fermentación pretendido si está presente en altas concentraciones, pero que puede eliminarse mediante la adición de solución de FeCl para unir el azufre como sulfato de hierro.

Con respecto a la presente invención, es especialmente llamativo que una hidrólisis enzimática produce normalmente un hidrolizado que tiene un pH de entre 4 y 6. Una fermentación de material de biomasa, habiendo sido tratada previamente primero por una hidrólisis térmica y luego por una explosión húmeda, por otro lado, da un producto de fermentación que tiene un pH normalmente en el intervalo de 7 - 8,5; preferentemente en un intervalo de pH 7 - 8,3; y más preferentemente en un intervalo de pH 7,3 - 8,3. Como resultará evidente a partir de estas diferencias de pH, las ventajas descritas en el presente documento de humectabilidad de la fibra, disolución y, por lo tanto, mayores propiedades de transporte de acuerdo con la presente invención solo se obtienen haciendo recircular parte del contenido del tanque de digestión al producto de la explosión húmeda, y no se obtendrían igualmente a través de cualquier posible recirculación desde una etapa enzimática. Debido al bucle de recirculación desde el tanque de digestión, el método de la presente invención proporciona un mayor pH de la corriente alimentación al tanque de digestión. De acuerdo con la invención, el pH de la corriente de alimentación al tanque de digestión obtenido después de mezclar el producto intermedio con el producto de fermentación al que se ha hecho recircular es superior a pH 6; En una realización preferente el pH de la corriente de alimentación al tanque de digestión después de la mezcla es superior a pH 6.5.

Algunos de los parámetros del proceso que influyen en un proceso de fermentación son el tiempo de retención de sólidos (SRT por sus siglas en inglés) y el tiempo de retención hidráulico (HRT por sus siglas en inglés). Este último es una medida de la duración promedio de tiempo que permanece un compuesto soluble en el tanque de digestión. Al introducir una etapa de separación en un circuito de circulación del recipiente de fermentación tal como se presenta en las figuras adjuntas, SRT y HRT pueden llegar a ser significativamente diferentes para un proceso de fermentación. En el método de la presente invención la fermentación puede llevarse a cabo normalmente como un proceso continuo que tiene un HRT de 10-40 días, preferentemente 15-30 días y un SRT de 10-40 días, preferentemente 20-40 días que asegura una exposición más larga de y por lo tanto una mayor reducción de sólidos volátiles (VSR) de los sólidos degradables duros presentes en el material de biomasa. En una realización de la invención, la fermentación es un proceso continuo que tiene un HRT de entre 2 y 20 días; preferentemente entre 10 y 20 días; más preferentemente entre 15 y 17 días. En una realización más de la invención, la fermentación es un proceso continuo que tiene un SRT de entre 15 y 40 días; preferentemente entre 20 y 40 días, y más preferentemente entre 30 y 40 días. Por su propia naturaleza, la eficiencia de la etapa de separación mencionada es importante para la diferencia resultante entre HRT y SRT. Por otro lado, un alto grado de separación puede también consumir energía, lo cual puede no ser beneficioso para todas las aplicaciones. Los hidrociclones diseñados para este fin son normalmente suficientes para lograr una mejora beneficiosa de la diferencia entre HRT y SRT con un esfuerzo aceptable y normalmente permiten un aumento en el tiempo de retención sólido (SRT en comparación con HRT) de 5-30% dependiendo del sustrato concreto y los parámetros del proceso.

En una realización más de la presente invención, las pruebas han revelado un efecto positivo de realizar la hidrólisis en dos etapas. Por lo tanto, en una realización preferente de esta innovación, parte del contenido del recipiente de fermentación puede ser deshidratada y devuelta como lo que se conoce como torta deshidratada que tiene un mayor contenido en sólidos secos (DS por sus siglas en inglés) a la línea de alimentación para la etapa de hidrólisis, mezclándola así junto con el material de biomasa que se introduciría si no en el proceso en a o x en las figuras adjuntas. La deshidratación puede realizarse en la posición ac o ah, o alternativamente en una deshidratación aguas abajo. Se pueden volver a introducir entonces partes del material en el proceso en una posición apropiada con el fin de conseguir una hidrólisis en dos etapas de los sólidos duros degradables presentes en el material de biomasa. Dicha realización de la invención se ilustra en la figura 5 adjunta. La deshidratación puede tener lugar en una centrífuga, espesador de banda, prensa de banda, prensa de filtro, prensa de tornillo o cualquier otra máquina de deshidratación adecuada. La combinación de diferentes máquinas de deshidratación como el espesador de banda por gravedad y la prensa de tornillo puede añadir un significativo potencial para reducir el consumo de electricidad en comparación con las centrífugas convencionales. El menor consumo de electricidad puede estar en el área de 1/2 - 1/6 del consumo eléctrico de una centrífuga decantadora.

Pueden emplearse recipientes de reacción de fermentación (tanques de digestión / fermentadores) de cualquier tipo conocido adecuado en la realización de una o más etapas de fermentación del tipo en cuestión. Para más detalles de recipientes de reacción adecuados, se remite por ejemplo a J.E. Bailey y D.F. Ollis, 1986. La fermentación discontinua y la fermentación continua son apropiadas en este sentido. Los términos "recipiente de reacción de fermentación", "digestor" y "tanque de digestión" se usan indistintamente en el presente documento.

Después de la etapa de fermentación con etanol, se separa el etanol del medio de fermentación.

Reciclaje

Tal como se ha descrito anteriormente en el presente documento, el método de la invención utiliza un flujo de reciclado a partir del contenido del tanque de digestión, en el que se recicla parte del contenido del tanque de digestión hasta la última etapa del pretratamiento y, de ahí, se mezcla con el producto intermedio. La última etapa del pretratamiento es la explosión húmeda u, opcionalmente, cualquier otra etapa de pretratamiento realizada sobre el material de biomasa.

El flujo de material procedente del tanque de digestión es preferentemente considerablemente más alto, normalmente 3-30, preferentemente 5-25 veces más el flujo de material pretratado resultante de la última etapa del pretratamiento (hidrólisis térmica, explosión húmeda y, opcionalmente, pretratamiento adicional como oxidación húmeda). De esta manera, el flujo mixto resultante que entra en el tanque de digestión tendrá un pH, una temperatura y un contenido de materia seca compatibles con los parámetros normales del proceso de trabajo del tanque de digestión. Además, la materia seca y por lo tanto la viscosidad se ajustarán equilibrando la recirculación reciclando 3-30 veces más con digestato. Sin embargo, la recirculación en sí no influye en el contenido promedio de materia seca de la corriente de alimentación procedente de la reacción de hidrólisis térmica, sino que el contenido de materia seca puede ajustarse por dilución con agua de la manera descrita en las Figuras 3, 4 y 5 antes de la hidrólisis térmica (ag) o por el circuito de recirculación en el tanque de alivio de presión (af).

De acuerdo con una realización de la invención, la parte del contenido del tanque de digestión se mezcla con la parte del producto intermedio de manera que al menos 10 partes (volumen) del contenido del tanque de digestión se mezclan con una parte (volumen) del producto intermedio, preferentemente al menos 20 partes (volumen) del contenido del tanque de digestión se mezcla con una parte (volumen) del producto intermedio.

El mezclado se puede conseguir proporcionando el flujo desde tuberías individuales hacia un tanque de mezclado o directamente a una tubería común. El mezclado se puede conseguir por medios de mezclado adicionales.

La recirculación puede realizarse, por ejemplo, inyectando el contenido del tanque de digestión en el tanque de alivio de presión por debajo del nivel de líquido, con lo que se obtiene una mezcla eficiente al mismo tiempo. Alternativamente, la corriente reciclada desde el tanque de digestión puede conducirse hasta la parte superior del tanque de alivio de presión, por ejemplo, a través de una boquilla, con lo cual la corriente reciclada sirve al mismo tiempo como enfriamiento rápido para la condensación del vapor de destello dentro del tanque de alivio de presión.

En una realización preferente de la invención, el mezclado tiene lugar en el tanque de alivio de presión; ya que una de las principales ventajas de la etapa de reciclado es la mayor humectabilidad de la fibra y las propiedades de transporte después de la explosión húmeda. Por lo tanto, al realizar el mezclado directamente después de la explosión húmeda pero antes de cualquier transporte del producto intermedio, se obtiene el mayor beneficio. Sin embargo, también es posible un mezclado de etapa posterior.

El mezclado de 10 partes (volumen) del contenido del tanque de digestión con una parte (volumen) del producto intermedio debe entenderse como el mezclado de los dos productos en una relación volumétrica 10:1; preferentemente la relación en volumen está en un intervalo de 3:1 - 30:1, dependiendo de las características de alimentación, y se mide a la misma presión y temperatura.

La expresión “el contenido del tanque de digestión” significa el líquido y/o suspensión acuosa derivada de la fermentación, pero antes de la separación del producto de fermentación, por ejemplo, etanol.

La expresión "el producto intermedio" significa el líquido y/o suspensión acuosa derivada del pretratamiento, pero antes de la fermentación.

La expresión "una parte del contenido" significa una cantidad parcial o la cantidad total del líquido y/o suspensión acuosa.

En una realización de acuerdo con la invención, se introduce en el mezclado la una parte (volumen) del producto intermedio con un flujo de al menos 5 m^3/h, preferentemente al menos 10 m^3/h. El flujo del contenido del tanque de digestión o del producto intermedio se mide en m^3/h a 25 °C y 1 bar.

El material de biomasa puede seleccionarse del grupo que consiste en paja, madera, fibras, cebos, pulpa de papel y corrientes de residuos; o de subproductos de otras industrias de procesamiento, como la industria de procesamiento de alimentos, cultivos energéticos, hojas, ramas, suspensión espesa y residuos domésticos u otros materiales similares aplicables en la producción de etanol u otros productos biológicos. Preferentemente, el material de biomasa se selecciona entre biomasa rica en celulosa y/o hemicelulosa. Los resultados beneficiosos se consiguen específicamente en paja, fibras a base de madera y cultivos energéticos, como por ejemplo, maíz. En una realización preferente de la invención el material de biomasa se selecciona del grupo que consiste de paja, fibras a base de madera y cultivos energéticos, como por ejemplo, maíz.

Normalmente, la biomasa introducida en un método de acuerdo con la invención puede tener un contenido de materia seca de 50-80%. En una realización de acuerdo con la invención, el material de biomasa introducido en el proceso tiene una concentración de materia seca superior al 25 %, preferentemente superior al 50 %, y más preferentemente superior al 75 % en peso. Por porcentaje de contenido de materia seca o concentración se entiende el porcentaje en peso, es decir % (p / p).

De acuerdo con una realización de la invención, el producto intermedio tiene una concentración de materia seca superior al 25 % en peso, preferentemente superior al 30 %, más preferentemente superior al 35 %, siendo sobre todo preferente superior al 40 %. Producto intermedio significa según el presente documento el producto pretratado (hidrólisis térmica e explosión húmeda) antes de cualquier mezclado con el contenido que se hace recircular del tanque de digestión o cualquier dilución adicional con agua después de dichas etapas de pretratamiento.

Dependiendo del material de biomasa aplicado, el método de acuerdo con la invención puede comprender además una o más etapas de dilución. La dilución del material de biomasa o del producto intermedio puede tener lugar en varios puntos durante el método. Por ejemplo, la dilución puede tener lugar antes de la hidrólisis térmica, por ejemplo, introduciendo agua en el reactor de hidrólisis térmica; o aguas arriba del reactor de hidrólisis térmica, por ejemplo, introduciendo agua en el bucle de recirculación que entra en el tanque de alivio de presión o directamente en el tanque de alivio de presión. Esta última opción permite utilizar el agua de dilución para enfriar rápidamente, al menos en parte, el vapor de destello. La dilución del contenido de materia seca puede regularse además por la relación en volumen del material que se hace recircular desde el tanque de digestión, ya que el contenido de materia seca en el tanque de digestión es mucho menor.

En una realización preferente de la invención, la dilución se realiza a través del bucle de recirculación o directamente en el tanque de alivio de presión.

Si es necesario, la dilución ayuda a controlar el contenido de materia seca en la alimentación del tanque de digestión y, por tanto, la velocidad de carga. La velocidad de carga para el tanque de digestión puede estar normalmente en un intervalo de 2-10 kg VS/m^3/día (VS = sólidos volátiles) y puede estar preferentemente en un intervalo de 3 a 6 kg VS/m^3/día. Diferentes materiales de alimentación pueden proporcionar viscosidades diferentes y la velocidad de carga puede ajustarse en consecuencia. Tradicionalmente, la viscosidad de la biomasa es uno de los factores limitantes para la velocidad de carga, sin embargo, la presente invención mejora significativamente la humectabilidad de la fibra y las propiedades de transporte permitiendo una mayor velocidad de carga.

El flujo a baja temperatura desde el tanque de digestión puede utilizarse además para condensar la fase gaseosa del tanque de alivio de presión, dando la ventaja adicional de poder reciclar componentes beneficiosos que se perderían si no, por ejemplo ácidos volátiles, desde la fase gaseosa hasta el tanque de digestión. Además, pueden extraerse de esta manera y separarse de la fase gaseosa los componentes no deseados, como por ejemplo furfurales, para evitar la inhibición del digestor aguas abajo, o para su posterior purificación externa y uso, o para oxidarse para recuperación del calor. La condensación de la fase gaseosa desde el(los) tanque(s) de alivio de presión, que llevan los gases en estado líquido, puede conseguirse utilizando una parte del líquido y/o la suspensión acuosa derivada de la fermentación como medio de refrigeración.

De acuerdo con una realización de la invención, se condensa una parte de la fase gaseosa procedente del pretratamiento utilizando una parte del contenido del tanque de digestión como medio de refrigeración.

La expresión “una parte de la fase gaseosa” significa una cantidad parcial o la cantidad total de la fase gaseosa en el (los) tanque(s) de alivio de presión.

En una realización de la invención, se separan por extracción los furfurales en la fase gaseosa condensada. Furfural es también conocido como furan-2-carbaldehído. Otros nombres son, por ejemplo, furan-2-carboxaldehído, fural, furfuraldehído, 2 - furaldehído y aldehído piromúcico.

En una realización de la invención, se condensan los ácidos volátiles procedentes de la fase gaseosa en el (los) tanque(s) de alivio de presión y después se reciclan al (los) tanque(s) de digestión en los que son útiles en la fermentación. Por ácidos volátiles se entiende ácidos con bajo punto de ebullición, como ácido carbónico, acético y butírico.

Se divulga también un dispositivo para tratar material de biomasa, donde el dispositivo comprende:

- uno o más reactores, y
- uno o más tanques de alivio de presión conectados al (los) reactor(es) para aliviar la presión sobre la biomasa, y
- uno o más tanque(s) de digestión conectados al (los) tanque(s) de alivio de presión de fermentación, donde el (los) tanque(s) de digestión está(n) conectado(s) al (los) tanque(s) de alivio de presión para hacer recircular una parte del contenido del tanque de digestión para su mezclado con una parte del contenido del (los) tanque(s) de alivio de presión. El(los) "reactor(es)" mencionado(s) en el presente documento también se puede(n) denominar “reactor(es) de hidrólisis térmica”.

El tanque de digestión incluye una salida que puede situarse desde la superficie superior, lateral o inferior para la mayoría de las aplicaciones, tal como sabrán las personas especializadas en la materia. Sin embargo, para algunos tipos de material de alimentación puede ser beneficioso tener diferentes tiempos del tiempo de retención de sólidos (SRT) y el tiempo de retención hidráulica (HRT). Esto puede obtenerse incluyendo uno o más separadores o espesante(s) a un dispositivo de acuerdo con la invención.

El método y el dispositivo de acuerdo con la invención pueden comprender además uno o más separador(es) o espesante(s), preferentemente, uno o más separador(es) hidrociclónicos, conectado(s) al circuito de recirculación desde el (los) tanque(s) de digestión para la separación de sólidos, que tiene(n) una salida con mayor contenido de materia seca y una salida con menor contenido de materia seca, la salida con mayor contenido de materia seca puede conducirse de nuevo al tanque de digestión o puede conectarse preferentemente al (los) tanque(s) de alivio de presión y la salida con menor contenido de materia seca puede ser la salida de descarga del tanque de digestión.

Se puede aplicar cualquier combinación de salida del tanque de digestión, es decir, desde la superficie superior, lateral o inferior, y/o estar suplementada por una salida desde el(los) separador(es) que tienen un menor contenido de materia seca. Sin embargo, para obtener la mayor diferenciación entre SRT y HRT, puede aumentarse al máximo la salida a través del (los) separador(es) y reducirse al mínimo la salida directamente desde el tanque de digestión.

En una realización de la invención, el método comprende además un separador conectado al bucle de recirculación del (los) tanque(s) de digestión para la separación de sólidos, que tiene una salida con un mayor contenido de materia seca y una salida con un menor contenido de materia seca, la salida con mayor contenido de materia seca está conectada al (los) tanque(s) de alivio de presión, y la salida con menor contenido de materia seca es la salida de descarga del tanque de digestión. En esta realización, el separador puede ser preferentemente un hidrociclón.

En una realización de la invención, el método comprende además un separador para separación de sólidos conectado a una salida de descarga de tanque de digestión; el separador, que tiene una salida con mayor contenido de materia seca y una salida con menor contenido de materia seca, la salida con mayor contenido de materia seca está conectada a una entrada al (los) reactor(es) de hidrólisis térmica o está conectada a una corriente de alimentación de biomasa al (los) reactor(es) de hidrólisis térmica; y la salida con menor contenido de materia seca es una salida de descarga del proceso. De esta manera, la parte separada que tiene un mayor contenido de materia seca puede ser devuelta al reactor de hidrólisis térmica para un segundo tratamiento de hidrólisis térmica. En esta realización específica, el separador puede seleccionarse preferentemente entre una centrífuga, un espesador de banda, una prensa de banda, un filtro prensa y una prensa de tornillo. El dispositivo o método puede tener solamente una o varias salidas de descarga a través de un separador o ambas pueden tener salidas de descarga a través del separador y directamente desde el tanque de digestión.

Un separador puede ser normalmente un ciclón, como por ejemplo, una hidrociclón, centrifugador, un espesador de banda, una prensa de banda, una prensa de filtro, una prensa de tornillo o cualquier otra máquina de separación o deshidratación adecuada.

En una realización, se proporcionan tres reactores en paralelo. El número de reactores puede ser diferente de esto. Con los tres reactores se puede conseguir una carga continua de los reactores.

El dispositivo divulgado puede incluir más de un tanque(s) de alivio de presión. Mediante el uso de al menos dos tanques de alivio de presión en serie es posible recuperar más energía.

De acuerdo con una realización de la invención, el dispositivo puede además comprender, pero no necesariamente, un intercambiador de calor conectado al (los) tanque(s) de digestión y al (los) tanque(s) de alivio de presión para condensar una parte de la fase gaseosa del (los) tanque(s) de alivio de presión utilizando una parte del contenido del tanque de digestión como medio refrigerante. En el caso de una solución de tanque de alivio de presión de dos etapas, el segundo tanque puede estar equipado con circuito de refrigeración interno en lugar de reciclar el tanque de digestión.

En una realización de la invención, el dispositivo comprende además un componente de extracción para separar furfurales de la fase gaseosa condensada.

En otra realización, el intercambiador de calor está conectado al (los) tanque(s) de digestión para reciclar los ácidos volátiles en la fase gaseosa condensada.

Descripción detallada de los dibujos

La Figura 1 muestra un método y un dispositivo para tratar previamente biomasa y fracciones de residuos orgánicos con posterior degradación biológica tal como digestión anaerobia.

La biomasa sólida y/o la fracción de residuos orgánicos recibida, usualmente en un depósito de recepción/almacenamiento (a) se transporta (b) a través de un dispositivo de alimentación (c), normalmente un

sistema de alimentación asistido por una válvula de alimentación o por vapor, a uno o múltiples reactores de alta presión (d). El vapor a alta presión (e) se añade al reactor (s) y al cerrar las válvulas de entrada y salida (c y f), se alcanza una presión suficiente para conseguir una hidrólisis beneficiosa de la biomasa recibida. Cuando se alcanza una presión de vapor suficiente, las válvulas se mantienen cerradas hasta que transcurre el tiempo de retención beneficioso. Dependiendo de las características de la materia prima, puede ser beneficioso eliminar algunos gases durante el periodo de calentamiento y retención. Si estos gases no son emitidos, los gases pueden conducirse a un sistema condensador (g) a través de una válvula de liberación (h). Una vez transcurrido el período de retención, puede reducirse la presión a través de la válvula de liberación (h) antes de abrir la válvula de descarga (f). Cuando se abre la válvula de descarga, se descarga rápidamente el material pretratado al tanque de evaporación instantánea (j) a través de una tubería de descarga (i) soportada firmemente. La velocidad de descarga es impulsada por la diferencia de presión entre el reactor y el tanque de evaporación instantánea (j) aguas abajo. Debido a la caída de presión, el vapor condensado se evaporará instantáneamente y se separará del material y del agua dentro del tanque de evaporación instantánea (j). El vapor de destello excedente liberado dentro del tanque de evaporación instantánea (j) se libera de la parte superior del tanque de evaporación instantánea a través de una tubería. Preferentemente, el vapor de destello se conduce a un condensador (g). El condensador que consiste preferentemente en una torre de refrigeración con una bomba de circulación (k) y un refrigerante de condensado (l), licúa el vapor sobrante. El condensador puede funcionar alternativamente con agua fría de refrigeración directamente inyectada en el condensador (g). Los no condensables (m) son descargados fuera del condensador tras lo cual puede ser necesario un tratamiento de olor. El condensado se descarga de nuevo al tanque de evaporación instantánea (n), se canaliza (o) hacia proceso aguas abajo, o se separa del proceso posiblemente para posterior procesamiento para la recuperación de productos químicos (p). Se hace circular el material degradado biológicamente, por ejemplo el digestato del digestor o digestores anaeróbico(s) aguas abajo (q) al tanque de evaporación instantánea con una bomba de circulación del digestor (r). A través de la inyección en el tanque de evaporación instantánea por debajo del nivel de líquido (t), se consigue el mezclado dentro del tanque de evaporación instantánea. Si se prefiere la condensación dentro del tanque de evaporación instantánea, se conduce la corriente reciclada a la parte superior del tanque de evaporación instantánea a través de una(s) boquilla(s), tras lo cual el tanque de evaporación instantánea sirve como refrigeración rápida para la condensación del vapor de destello. Dicha condensación puede no ser beneficiosa debido a toda la producción de inhibidores. En tal caso, la condensación debe tener lugar dentro de un condensador separado (g). La mezcla de material pretratado, condensado y material biológico degradado reciclado tal como digestato será bombeada al proceso aguas abajo, como por ejemplo digestor anaeróbico (q) con una bomba de alimentación (u). Dependiendo de la temperatura preferente en el proceso aguas abajo, la refrigeración puede tener lugar en un enfriador (v o w).

La biomasa líquida (x) beneficiada por el pretratamiento térmico puede añadirse al reactor (d) directamente o a través del sistema de alimentación (a o b) para el mezclado beneficioso antes del reactor. Se puede dirigir la biomasa líquida (y) menos beneficiada por el pretratamiento térmico al tanque de evaporación instantánea directamente, o al bucle de circulación del digestor (z-1 o z-2). Deben seleccionarse bombas adecuadas (aa y ab) para el transporte de biomasa líquida al proceso.

La Figura 3 muestra otro ejemplo más de un método y dispositivo para tratar previamente primero la biomasa, por ejemplo, residuos orgánicos y a continuación, degradarla biológicamente por fermentación. La figura 3 es como se ha descrito para la figura 1, excepto que no hay refrigerante de condensado (l) ni ninguna descarga de condensado (n) de nuevo al tanque de evaporación instantánea (j), sin embargo, se muestran dos posibles conexiones para dilución con agua, una por la recirculación del bucle del tanque de evaporación instantánea (af) y una conectada a la entrada (c) al reactor de hidrólisis térmica (d). También se muestra un separador o espesador (ac) conectado al bucle de recirculación entre el tanque de digestión (q) y el tanque de evaporación instantánea (j), teniendo el separador (ac) una salida (ad). Una salida directa del tanque de digestión (q) se muestra como (ae).

La figura 4 muestra otro ejemplo más de un método y dispositivo para tratar previamente la biomasa por hidrólisis térmica (d) y explosión húmeda (j) y a continuación, fermentar el producto intermedio obtenido en un tanque de digestión (q), donde parte del contenido del tanque de digestión se transporta en un bucle de recirculación (t) al tanque de alivio de presión (j). La biomasa sólida y/o la fracción de residuos orgánicos recibida, generalmente en un recipiente de recepción/almacenamiento (a), se transporta (b) a través de un dispositivo de alimentación (c), por ejemplo un sistema de alimentación asistido por una válvula de alimentación o vapor, a uno o varios reactores de alta presión (d). La biomasa líquida (x) que se beneficia de la hidrólisis térmica puede añadirse al reactor (d) directamente, o a través del sistema de alimentación (a o b) para un beneficioso mezclado antes del reactor. Se añade el vapor a alta presión (e) al reactor (s) (d) y, al cerrar las válvulas de entrada y salida (c y f), se alcanza una presión y temperatura suficientes para lograr una hidrólisis beneficiosa de la biomasa recibida. Cuando se alcanza una presión de vapor suficiente, las válvulas se mantienen cerradas hasta que transcurre el tiempo de retención beneficioso. Dependiendo de las características de la materia prima, puede ser beneficioso eliminar algunos gases a través de una válvula de liberación (h). Se puede reducir la presión a través de la válvula de liberación (h). Cuando se abre la válvula de descarga (f), el material pretratado es descargado rápidamente al tanque de alivio de presión (j) a través de una tubería de descarga (i). La velocidad de descarga es impulsada por la diferencia de presión entre el reactor y el tanque de descarga de presión aguas abajo (j). Debido a la caída de presión, el vapor condensado se evaporará instantáneamente y puede liberarse de la tapa del tanque de alivio de presión a través de una tubería. Se hace circular el material fermentado, por ejemplo el digestato, del tanque (s) de digestión aguas abajo (q) al tanque

de alivio de presión (j) con una bomba de circulación del digestor (r), y a través de un separador o espesador (ac). El separador (ac) que tiene una salida (ad) y otra salida directa desde el tanque de digestión (q) se muestra como (ae). Mediante la inyección en el tanque de alivio de presión por debajo del nivel de líquido (t), se consigue mezclar dentro del tanque de alivio de presión (j). Si se prefiere la condensación dentro del tanque de alivio de presión (j), la corriente reciclada se conduce a la parte superior del tanque de alivio de presión (j) a través de una boquilla(s) sirviendo de este modo como una refrigeración rápida para la condensación del vapor de destello. La mezcla de material pretratado y material biológico degradado reciclado, como por ejemplo el digestato, será bombeada al proceso aguas abajo, como por ejemplo el tanque(s) de digestión (q), con una bomba de alimentación (u). Dependiendo de la temperatura preferente en el proceso aguas abajo, la refrigeración puede tener lugar en un refrigerador (v o w). La biomasa líquida (y) con menos beneficio del pretratamiento térmico puede dirigirse directamente al tanque de alivio de presión (j) o al bucle de circulación desde el tanque de digestión (z-1 o z-2). La dilución con agua puede dirigirse al proceso a través del bucle de recirculación (af) al tanque de evaporación instantánea (j) o directamente (ag) a la entrada (c) al reactor de hidrólisis térmica (d). Deben seleccionarse bombas adecuadas (aa y ab) para el transporte de biomasa líquida al proceso. Una salida directa del tanque de digestión (q) se muestra como (ae).

La figura 5 muestra otra realización de la presente invención, en la que parte del contenido del tanque de digestión (q) se deshidrata en el separador (ah) y se devuelve como lo que se conoce como torta deshidratada que tiene un mayor contenido de materia seca (sólido seco) a la línea de alimentación (a) para la etapa de hidrólisis, mezclándola de este modo junto con el material de biomasa que se alimentaría si no en el proceso.

REIVINDICACIONES

1. método para el tratamiento de un material de biomasa que comprende al menos las etapas de:

- pretratamiento de dicho material de biomasa que comprende las etapas de:

1) hidrólisis térmica a una temperatura por encima de 140 °C, seguido de
2) explosión húmeda que tiene como resultado un producto intermedio que tiene una concentración de materia seca superior al 25 % y una temperatura superior a 90 °C,

- posterior fermentación de dicho producto intermedio en un tanque de digestión, donde dicho producto intermedio se introduce en dicho tanque de digestión mezclándolo en parte del contenido de dicho tanque de digestión siendo transportado en un bucle de recirculación que sale de dicho tanque de digestión,
donde dicho mezclado se realiza antes de que la mezcla de dicho producto intermedio y dicha parte del contenido de dicho tanque de digestión entre en dicho tanque de digestión;
y el pH tras dicho mezclado y antes de que la mezcla entre en dicho tanque de digestión está por encima de pH 6.

2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el producto intermedio tiene una temperatura por encima de 100 °C.

3. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 2, donde el producto intermedio tiene un pH por debajo de 5.

4. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 3, donde el método comprende además una oxidación húmeda a una presión por encima de la presión de saturación de la hidrólisis térmica en la etapa 1) y se realiza después de la hidrólisis térmica y antes de la explosión húmeda.

5. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 4, donde la parte del contenido del tanque de digestión se mezcla con el producto intermedio de manera que al menos 10 partes (volumen) del contenido del tanque de digestión se mezclan con una parte (volumen) del producto intermedio, preferentemente al menos 20 partes (volumen) del contenido del tanque de digestión se mezcla con una parte (volumen) del producto intermedio.

6. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 5, donde se condensa una parte de la fase gaseosa del pretratamiento utilizando una parte del contenido del tanque de digestión como medio de refrigeración.

7. Método de acuerdo con la reivindicación 6, donde se separan los furfurales en la fase de gas condensado por extracción.

8. Método de acuerdo con la reivindicación 6, donde se reciclan los ácidos volátiles en la fase de gas condensado al tanque de digestión.

9. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 8, donde el material de biomasa introducido en el proceso tiene una concentración de materia seca superior al 50 % en peso.

10. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 9, donde el material de biomasa introducido en el proceso se selecciona del grupo que consiste en paja, madera, fibras, cebos, pulpa de papel, suspensión espesa y residuos domésticos.

11. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 - 10, donde la hidrólisis térmica se lleva a cabo a una temperatura por encima de 140 °C y se mantiene durante 5-30 minutos seguido de
explosión húmeda que se lleva a cabo reduciendo la presión de 5-35 bares a la presión atmosférica.

12. Método de acuerdo con la reivindicación 1, donde la fermentación de dicho producto intermedio en el tanque de digestión da un producto de fermentación que tiene un pH en el intervalo de 7 a 8,5.

13. Método de acuerdo con la reivindicación 1, donde el pH tras el mezclado del producto intermedio con el producto de fermentación que se ha hecho recircular desde el tanque de digestión y antes de que la mezcla entre en dicho tanque de digestión está por encima de pH 6,5.

14. Método de acuerdo con la reivindicación 1, donde la relación en volumen del contenido del tanque de digestión que se mezcla con el producto intermedio se encuentra en el intervalo de 3:1 a 30:1.

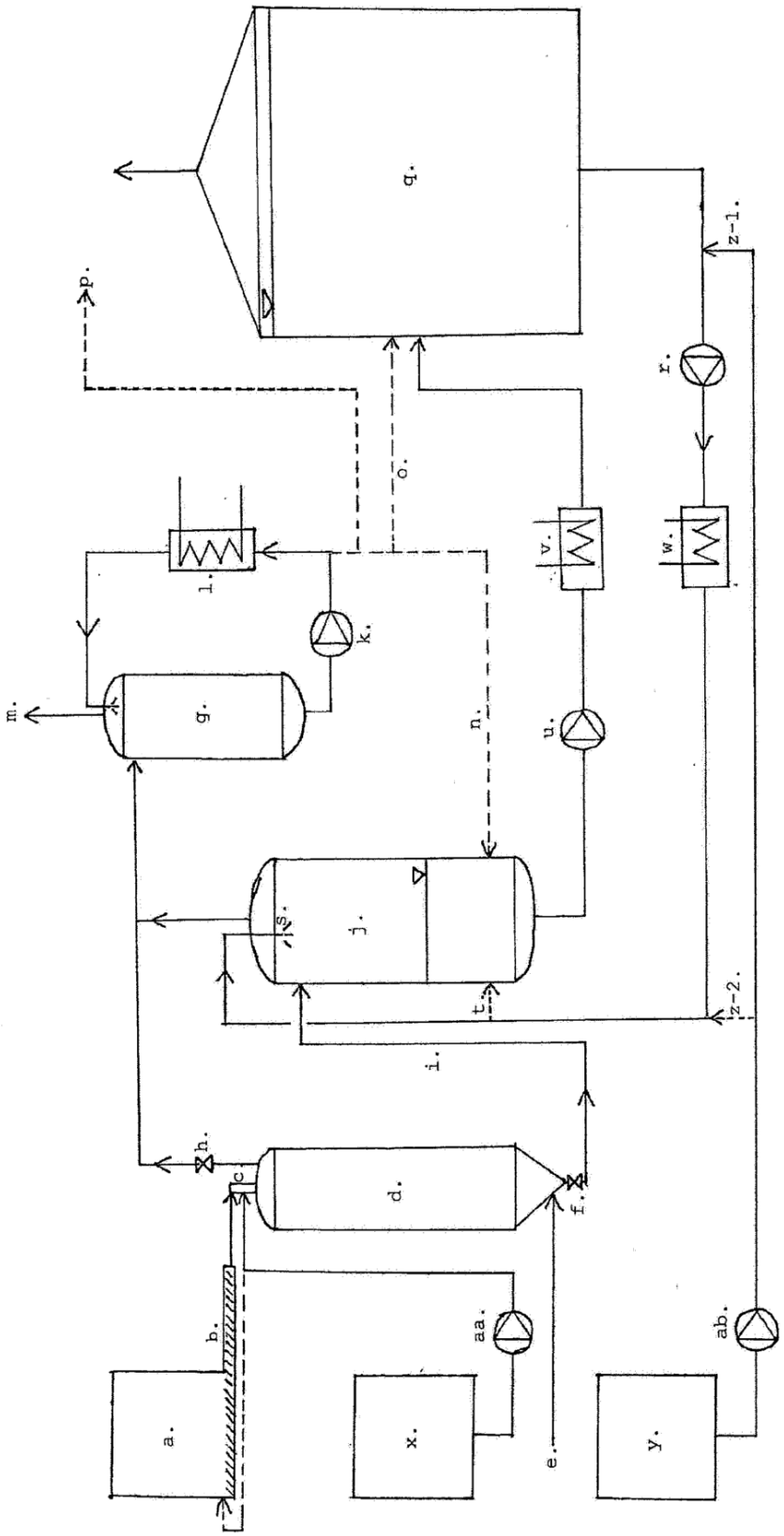

Figura 1

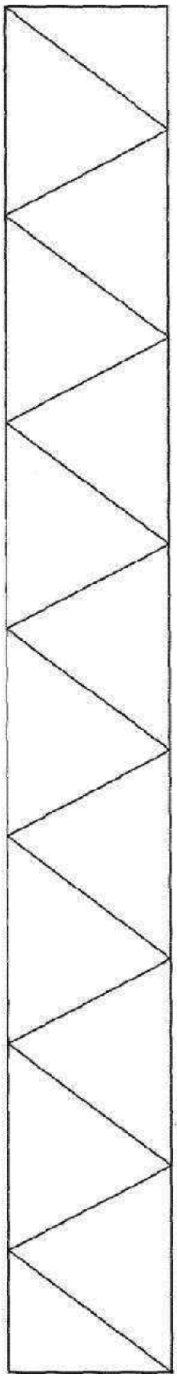

Figura 2

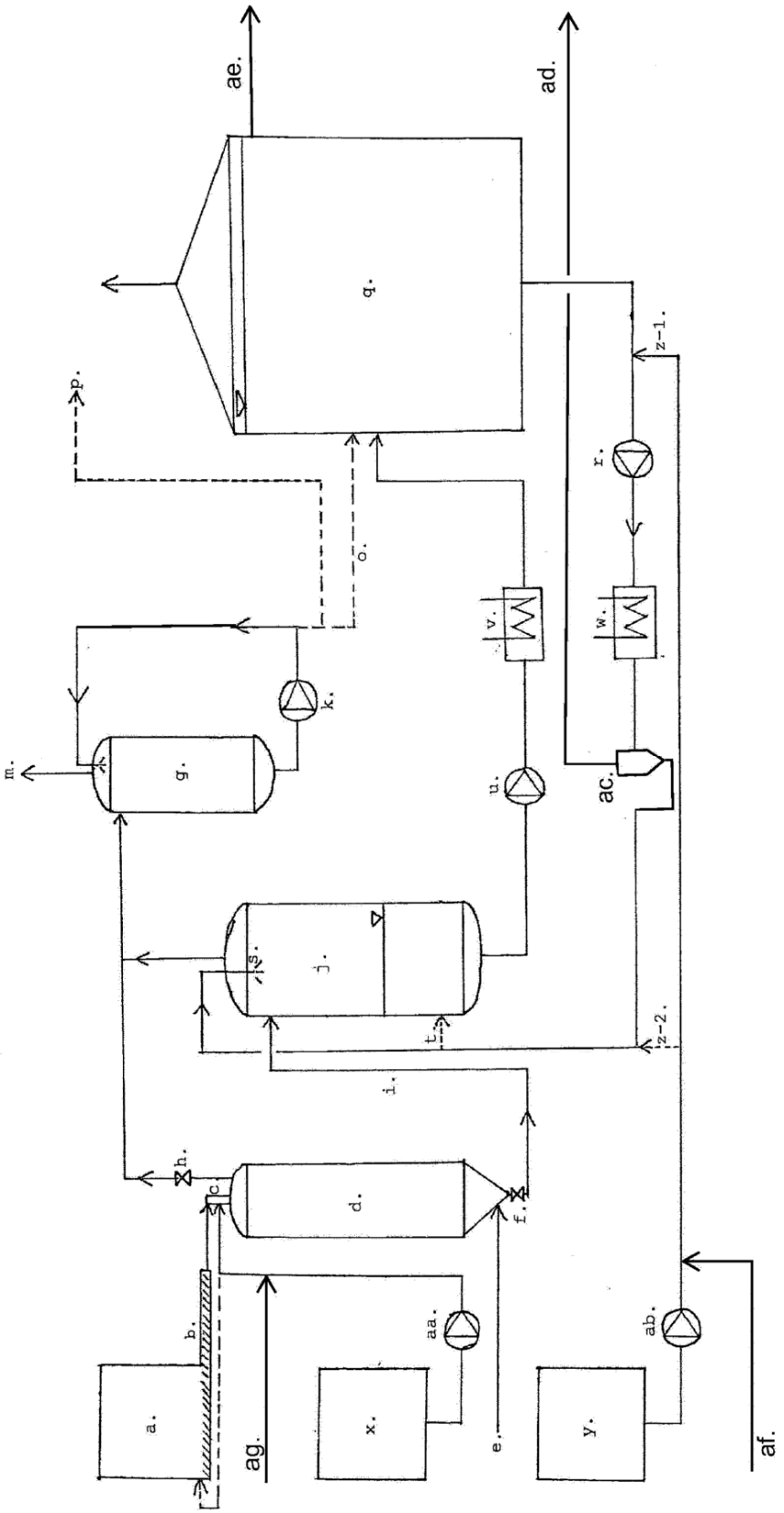

Figura 3

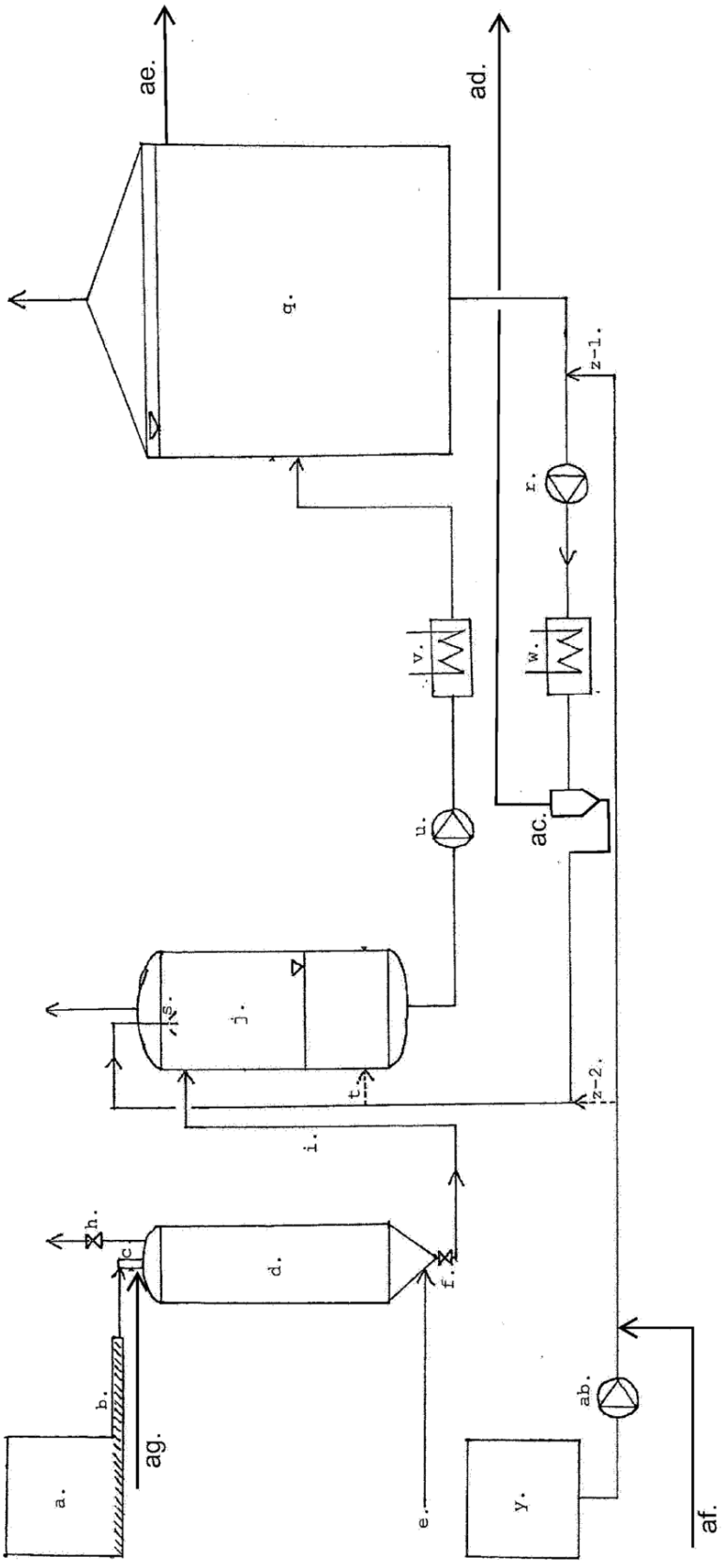

Figura 4

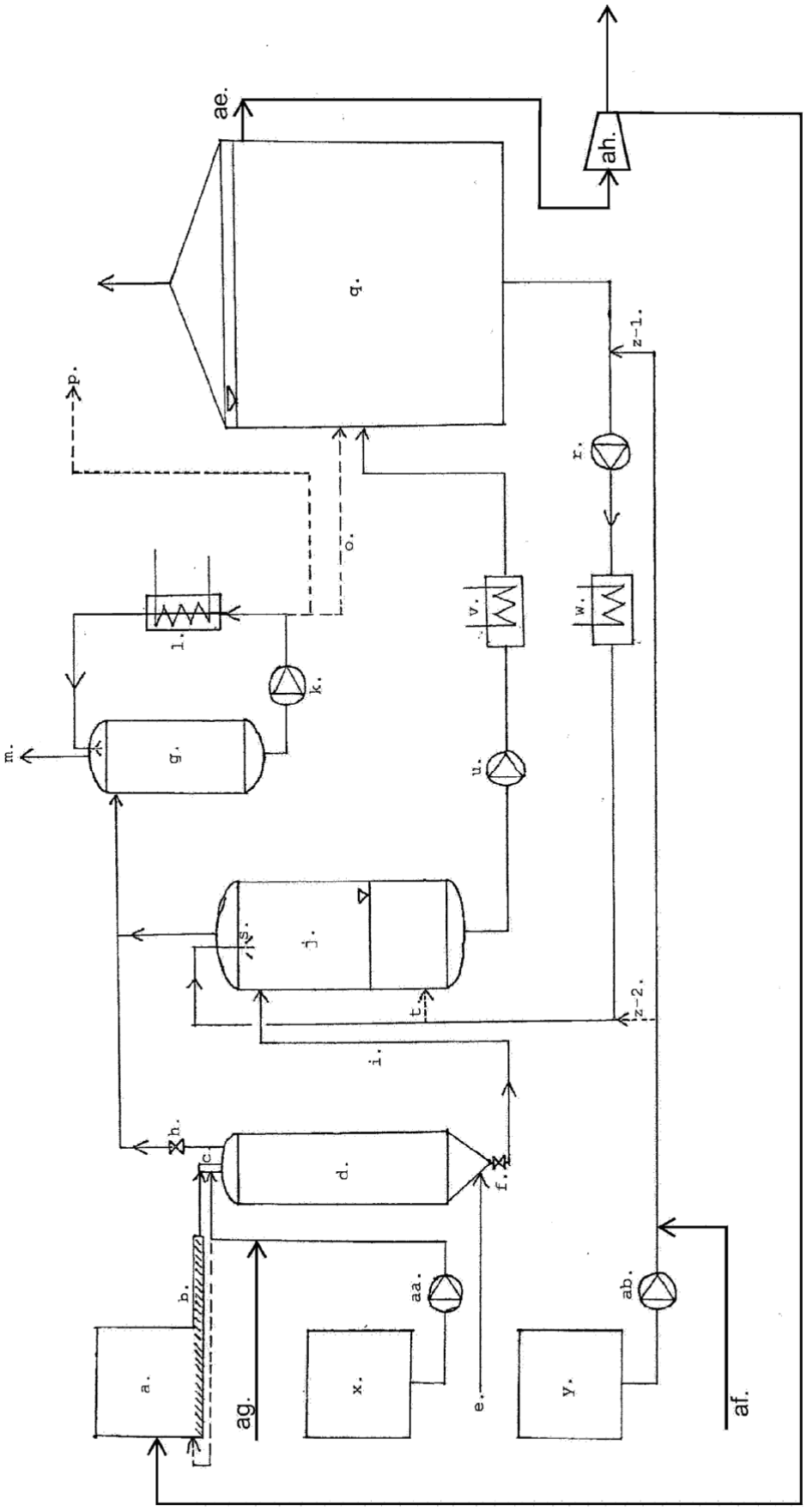

Figura 5