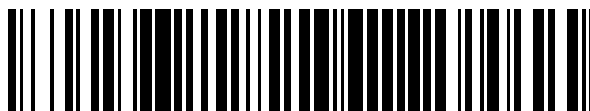


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 716 607**

51 Int. Cl.:

C12P 7/10 (2006.01)

C12P 19/14 (2006.01)

C12P 7/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.02.2014 E 14305162 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.12.2018 EP 2774992**

54 Título: **Procedimiento de producción de alcoholes y/o solventes a partir de biomasa lignocelulósica con lavado del residuo sólido obtenido después de la hidrólisis**

30 Prioridad:

06.03.2013 FR 1351992

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

13.06.2019

73 Titular/es:

**IFP ENERGIES NOUVELLES (100.0%)
1 & 4 avenue de Bois-Préau
92500 Rueil-Malmaison, FR**

72 Inventor/es:

**AYMARD, CAROLINE;
BOUILLON, PIERRE-ANTOINE;
FLEURIER, STÉPHANIE;
LOURET, SYLVAIN;
PEROTTA, LARISSA y
TOTH, ESZTER**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 716 607 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 alcoholes y/o solventes a partir de biomasa lignocelulósica con lavado del residuo sólido obtenido después de la hidrólisis

5 La presente invención forma parte de un procedimiento de producción de alcoholes y/o solventes conocidos como de "segunda generación" a partir de biomasa lignocelulósica. Se refiere más particularmente a un procedimiento de producción de etanol y/o solventes.

10 La biomasa lignocelulósica representa uno de los recursos renovables más abundantes en la tierra. Los sustratos considerados son muy variados, ya que se refieren tanto a los sustratos leñosos (caducifolios y resinosos), a los subproductos de la agricultura (paja) o a los de las industrias que generan residuos lignocelulósicos (industrias agroalimentarias, papeleras).

15 La biomasa lignocelulósica comprende tres polímeros principales: la celulosa (del 35 al 50 %), que es un polisacárido que consiste esencialmente en hexosas; la hemicelulosa (del 20 al 30 %), que es esencialmente un polisacárido que consiste en pentosas; y la lignina (del 15 al 25 %), que es un polímero de estructura compleja y de alto peso molecular, compuesto por alcoholes aromáticos unidos por enlaces éter. Estas diferentes moléculas son las responsables de las propiedades intrínsecas de la pared vegetal y se organizan en una compleja interconexión.

20 El procedimiento de transformación bioquímica de los materiales lignocelulósicos en etanol generalmente comprende una etapa de tratamiento fisicoquímico, seguido de una etapa de hidrólisis enzimática que utiliza un cóctel enzimático, una etapa de fermentación etanólica de los azúcares liberados y una etapa de purificación de los productos de fermentación. El documento "Ethanol from lignocellulosics: A review of the economy", M. von Silvers y G. Zacchi, Bioresource Technology 56 (1996) 131 - 140 proporciona un ejemplo.

25 Entre los tres polímeros básicos que integran la biomasa lignocelulósica, la celulosa y la hemicelulosa son los que pueden ser valorados más fácilmente como productos de fermentación. La lignina permanece inerte en la mayoría de los procedimientos. Por esta razón, los procedimientos de producción de alcoholes y/o solventes tienen interés en separar la lignina de las mezclas de reacción lo antes posible, para reducir el tamaño de las unidades y los costes de tratamiento e inversión. La lignina se puede separar en diferentes etapas del procedimiento, por ejemplo, en el pretratamiento, entre las etapas de hidrólisis enzimática y fermentación o en la etapa de purificación de los productos de fermentación.

30 El documento "Fuel ethanol production: Process design trends and integration opportunities", C.A. Cardona y O. J. Sánchez, Bioresource Technology 98 (2007) 2415-2457, describe un procedimiento donde la lignina se solubiliza en presencia de un solvente, lo que permite separar la lignina de la celulosa y la hemicelulosa, precipitándose seguidamente la lignina durante el pretratamiento de la biomasa. Esta solución evita la presencia de sólidos inertes en el procedimiento desde la etapa de hidrólisis enzimática, pero tiene altos costes operativos. Además, esta configuración de procedimiento no favorece una posible cofermentación de los azúcares celulósicos y hemicelulósicos recuperados en el pretratamiento, dado que se obtienen dos flujos que tienen propiedades y composiciones distintas.

35 Ciertos procedimientos ("Ethanol from lignocellulosic biomass: technology, economics, and opportunities", C.E. Wyman, Bioresource Technology 50 (1994) 3 - 16) proporcionan la separación de la lignina solo en fase de purificación de los productos resultantes de la etapa de fermentación. Esto genera inversiones adicionales, particularmente para los reactores de fermentación que deben dimensionarse para contener lignina inerte además de la mezcla de reacción y para la sección de separación que debe efectuar la separación entre los productos de fermentación y la lignina, en el caso de que se prevea una destilación en presencia de sólidos.

40 La mayoría de los procedimientos separan la lignina de los otros productos entre las etapas de hidrólisis enzimática y fermentación. Sin embargo, esta separación generalmente se realiza mediante herramientas de separación física, que tienen la desventaja de que los sólidos inertes recuperados todavía pueden contener productos de hidrólisis atrapados. En este caso, es posible agregar una etapa de lavado de los sólidos al procedimiento, enviándose el efluente de esta etapa de lavado a la etapa de fermentación con el flujo líquido. Esto representa un compromiso entre la recuperación de los azúcares y las limitaciones provistas por la penalización energética ligada a la dilución del mosto que será fermentado. El documento "A techno-economical comparison of three processes for the production of ethanol from pine", M. von Silvers y G. Zacchi, Bioresource Technology 51 (1995) 46 - 52, describe el impacto del lavado del sólido recuperado en términos de coste de equipamiento de fermentación, así como una disminución en el título etanólico obtenido al final de la fermentación.

45 El documento US 2002/197686 describe un procedimiento de producción de azúcar con el lavado de los sólidos obtenidos después de la hidrólisis con agua, pero no propone un lavado del material sólido con vinazas.

50 El reciclaje de vinazas es bien conocido por los expertos en la técnica, por ejemplo, el documento WO83/01627 describe un procedimiento de producción de alcohol y solventes de los que una parte de las vinazas se utilizan en el

reactor de hidrólisis y otra parte se utiliza en el lavado del sólido proveniente de un fermentador que seguidamente se recicla en el fermentador.

5 La presente invención propone llevar a cabo la separación de la lignina y otros posibles sólidos inertes entre las etapas de hidrólisis enzimática y de fermentación. Este sólido compuesto principalmente de lignina se somete seguidamente a un lavado para recuperar los productos de hidrólisis atrapados, especialmente los azúcares. El líquido de lavado se recicla seguidamente en la unidad de hidrólisis enzimática para no diluir los flujos existentes.

10 En general, la invención se refiere a un procedimiento de producción de alcohol y/o solvente a partir de una carga de biomasa, en el que se llevan a cabo las siguientes etapas:

- a) se lleva a cabo una etapa de pretratamiento mediante la puesta en contacto y el calentamiento de la carga de biomasa con agua y un compuesto ácido o básico, para obtener un sustrato pretratado,
- 15 b) el sustrato pretratado se pone en contacto con al menos enzimas celulasas y con un flujo líquido de lavado obtenido en la etapa d) para obtener un hidrolizado que comprende una materia sólida y una fase líquida que contiene azúcares,
- c) se extrae al menos una parte de la materia sólida contenida en el hidrolizado para obtener un hidrolizado empobrecido con materia sólida y un flujo enriquecido con materia sólida,
- 20 d) el flujo enriquecido con materia sólida se lava con un flujo líquido que comprende al menos una parte del flujo de vinaza obtenido en la etapa f) para obtener dicho flujo líquido de lavado, reciclando el flujo líquido de lavado en la etapa b),
- e) se lleva a cabo una fermentación alcohólica del hidrolizado empobrecido con materia sólida obtenido en la etapa c) por medio de un microorganismo alcoholígeno para producir un vino de fermentación,
- 25 f) se lleva a cabo una etapa de separación del vino de fermentación para obtener al menos un flujo purificado que comprende un alcohol o un solvente y al menos un flujo de vinaza.

En la etapa b), el flujo líquido de lavado puede tener un caudal comprendido entre el 50 % y el 1500 % en peso del caudal de sustrato pretratado.

30 Antes de llevar a cabo la etapa b), el flujo líquido de lavado obtenido en la etapa d) se puede someter a una segunda etapa de fermentación alcohólica mediante un organismo alcoholígeno.

La segunda etapa de fermentación alcohólica se puede llevar a cabo en condiciones operativas diferentes a las condiciones operativas de la fermentación alcohólica de la etapa e). También se puede llevar a cabo la segunda etapa de fermentación alcohólica con un organismo alcoholígeno diferente al organismo alcoholígeno de la fermentación alcohólica de la etapa a).

40 En la etapa d), el flujo enriquecido con materia sólida puede ponerse en contacto con un flujo líquido, y luego se puede separar el flujo líquido de la materia sólida.

Se puede realizar la etapa d) de modo que dicho flujo enriquecido con materia sólida comprenda entre un 15 % en peso y un 55 % en peso de materia sólida y de modo que dicho hidrolizado empobrecido con materia sólida comprenda menos del 15 % en peso de materia sólida.

45 Las enzimas celulasas y/o hemicelulasas pueden ser producidas por un microorganismo seleccionado de entre los hongos pertenecientes a los géneros *Trichoderma*, *Aspergillus*, *Penicillium* o *Schizophyllum* o las bacterias anaeróbicas pertenecientes al género *Clostridium*.

50 Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el microorganismo alcoholígeno se selecciona de entre los microorganismos del género *Saccharomyces*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces uvarum*, *Saccharomyces diastaticus*, *Kluyveromyces fragilis*, *Candida shehatae*, *Pichia stipitis*, *Pachysolen tannophilis*, *Zymomonas mobilis*, *Clostridium*, *Escherichia coli*.

55 La carga de biomasa puede comprender al menos uno de los siguientes elementos: madera, plantas cultivadas, residuos lignocelulósicos agrícolas, residuos de la industria de procesamiento de los materiales lignocelulósicos.

En la etapa a), se puede llevar a cabo una explosión de vapor de la biomasa comprimiendo y luego llevando a cabo una relajación de la biomasa mezclada con agua y un compuesto ácido.

60 En la etapa e) se implementa un organismo alcoholígeno que produce al menos etanol.

Otras características y ventajas de la invención se entenderán mejor y resultarán evidentes tras la lectura de la descripción hecha a continuación con referencia a los dibujos entre los que:

- 65 - la figura 1 es una representación esquemática de una realización no de acuerdo con la invención,
- la figura 2 es una representación esquemática de una primera realización del procedimiento según la invención,

ES 2 716 607 T3

- la figura 3 es una representación esquemática de una segunda realización del procedimiento según la invención.

En el sentido de la presente invención, el término “materia seca” se refiere a los compuestos sólidos y solubles contenidos en un flujo, el índice de materia seca de un flujo se determina según el método ASTM E1756-01, que consiste en una pérdida de masa a 105 °C. El término “materia sólida” se refiere a los compuestos sólidos presentes en un flujo, donde estos compuestos sólidos son insolubles en la fase líquida. La materia sólida puede comprender lignina, hemicelulosa y/o celulosa. El índice de materia sólida contenida en un flujo se puede determinar a través de lavados sucesivos del flujo con agua y del análisis del contenido de materia seca residual del flujo lavado.

Con referencia a la figura 1, una carga de biomasa C se transporta a la unidad de pretratamiento P a través del conducto 1. La carga de biomasa puede estar compuesta de madera, pajas o restos de maíz, de productos de cultivos forestales dedicados (por ejemplo, resinosos tales como las píceas o los pinos o caducifolios tales como los eucaliptos), plantas de cultivos dedicados como el *miscanthus* o el *switchgrass*, residuos de plantas alcoholígenas, azucareras (por ejemplo, la caña de azúcar o la remolacha) y cereales (por ejemplo, maíz, trigo, etc.), productos y residuos de la industria papelera y productos de procesamiento de materiales lignocelulósicos. La carga puede estar compuesta de aproximadamente 35 a 50 % en peso de celulosa, de 20 a 30 % en peso de hemicelulosa y de 15 a 25 % en peso de lignina.

El compuesto ácido o básico A y el agua W1 requeridos se transportan respectivamente a la unidad de pretratamiento P por medio de los conductos 2 y 3 para realizar una reacción de hidrólisis en medio ácido o básico. En la unidad P, la carga de biomasa C se pone en contacto y se mezcla con agua W1 y el compuesto A en un reactor. La unidad de pretratamiento P puede implementar una acción mecánica, creada, por ejemplo, mediante una extrusora de tipo tornillo doble o una desfibradora.

Entre los compuestos ácidos, el compuesto A se puede seleccionar de entre ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido acético o ácido fórmico. Entre los compuestos básicos, el compuesto A se puede seleccionar de entre hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, amoníaco.

Durante la etapa de pretratamiento en la unidad P, se lleva a cabo al menos una etapa de calentamiento de la mezcla de biomasa C, agua W1 y del compuesto A en un reactor. El agua W1 se puede introducir en forma de vapor. El papel del pretratamiento es hacer que la celulosa sea accesible a las enzimas mediante la desestructuración de la matriz lignocelulósica. Durante el pretratamiento, se aborda preferentemente la hemicelulosa, que se encuentra disuelta en gran medida en la fase líquida.

De acuerdo con una primera realización, se realiza un pretratamiento alcalino en la unidad P. Por ejemplo, en la unidad P, se puede implementar un pretratamiento con sulfato de sodio, también llamado proceso Kraft, utilizado tradicionalmente en los procesos de producción de productos de papel, llamado Kraft o “pulpeo al sulfato”, al final del cual se obtienen pulpas de papel. El pretratamiento químico alcalino realizado en la unidad P también puede ser un pretratamiento mediante explosión de fibras con amoníaco, también conocido como AFEX (explosión por fibra de amoníaco) o un pretratamiento mediante percolación utilizando amoníaco con reciclado, también llamado pretratamiento de ARP (percolación por reciclado de amoníaco).

El procedimiento con sulfato de sodio o proceso Kraft se basa en el uso de sosa y sulfato de sodio. El tratamiento químico de las astillas de madera se hace a 150 - 175 °C durante un período de 1 a 7 horas, dependiendo del sustrato utilizado. Las pulpas de papel Kraft se producen a partir de las biomásas más diversas, pero más particularmente a partir de especies arborescentes resinosas (madera blanda como las píceas o los pinos) o caducifolias (madera dura como los eucaliptos) o incluso los residuos lignocelulósicos agrícolas (paja de trigo, arroz, etc.). Se delignifican parcialmente mediante cocción a alta temperatura y en presencia de sosa. Esta delignificación se controla a través de los parámetros operativos de los reactores. La cocción se realiza en un reactor vertical, donde bajan las astillas por gravedad y se reúnen con los diversos licores de cocción. El sulfuro de sodio se prepara directamente a partir de sulfato de sodio por combustión. Durante la cocción, el sulfuro de sodio se hidroliza a sosa, a NaHS y a H₂S. Los diversos compuestos de azufre presentes reaccionan con la lignina para dar tioligninas más fácilmente solubles. El licor aplicado a las virutas se llama licor blanco. El licor extraído del reactor o digestor que contiene los compuestos eliminados de la pared se llama licor negro. Como resultado de este pretratamiento alcalino, se logra la producción de un sustrato pretratado, enriquecido con celulosa, ya que contiene entre el 60 y el 90 % de celulosa y entre el 5 y el 20 % de hemicelulosa.

El procedimiento de ARP (percolación por reciclado de amoníaco) es un procedimiento de pretratamiento que utiliza amoníaco con reciclaje. Este tipo de procedimiento es descrito en particular por Kim y col., 2003, *Biores. Technol.* 90 (2003) págs. 39 - 47. La alta temperatura de percolación conduce a una solubilización parcial simultánea de la lignina y de las hemicelulosas, Esta solución luego se calienta para reciclar el amoníaco y recuperar, por un lado, la lignina extraída, por ejemplo, para una recuperación energética y, por otro lado, los azúcares solubles resultantes de las hemicelulosas.

El procedimiento de AFEX (explosión por fibra de amoníaco) consiste en introducir el sustrato lignocelulósico en un cocedor a alta presión en presencia de amoníaco, en causar luego una relajación explosiva en la salida del reactor y

reciclar el amoniaco en forma gaseosa. Este tipo de procedimiento es descrito en particular por Teymouri y col., 2005, Biores. Technol. 96 (2005) págs. 2014 - 2018. Este procedimiento conduce principalmente a una desestructuración de la matriz de la biomasa, pero no hay separación física de los compuestos de lignina, hemicelulosa y celulosa al final del tratamiento.

5 De acuerdo con una segunda realización, se realiza un pretratamiento ácido en la unidad P. Por ejemplo, en la unidad P, se puede implementar un pretratamiento del tipo de cocción con ácido diluido. En esta realización, la biomasa se pone en contacto con un ácido fuerte diluido en agua, por ejemplo, ácido sulfúrico, sometiendo la biomasa a bajos contenidos de materias secas, generalmente comprendido entre el 5 y el 20 % de materia seca. La biomasa, el ácido y el agua se ponen en contacto en un reactor y se les sube la temperatura, generalmente entre 120 °C y 200 °C. Durante este procedimiento, los compuestos hemicelulósicos se hidrolizan principalmente a azúcares, lo que permite la desestructuración de la matriz lignocelulósica. Al final de este pretratamiento ácido, se logra la producción de un sustrato pretratado sólido, enriquecido con celulosa y con lignina, así como una fracción líquida enriquecida con azúcares.

15 De acuerdo con una tercera realización, también se puede implementar el procedimiento conocido como “explosión de vapor” o “SteamEx” o “Steam Explosion” de acuerdo con la terminología anglosajona, en la unidad P. Se trata de un procedimiento en donde la biomasa lignocelulósica se pone en contacto con agua en un reactor de tiempo de estancia bajo, generalmente comprendido entre 2 y 15 minutos y a temperaturas moderadas, generalmente entre 120 °C y 250 °C y a una presión comprendida entre 5 y 50 bares. El agua se puede complementar con un compuesto ácido, por ejemplo, ácido sulfúrico o un compuesto básico. En la salida del reactor, la biomasa se relaja, por ejemplo, a presión atmosférica, en un recipiente separador de gas / sólido para producir una biomasa pretratada con alto contenido de materia seca, generalmente comprendido entre el 20 y el 70 % de materia seca.

25 La unidad P puede comprender etapas adicionales, por ejemplo, de ajuste de pH, que están destinadas a facilitar la implementación y la eficacia de las etapas de hidrólisis enzimática y de fermentación.

Se evacúa de la unidad P un sustrato pretratado por el conducto 4. El sustrato pretratado está compuesto por azúcares disueltos en fase líquida y materia sólida compuesta por lignina, celulosa y hemicelulosa que no ha sido licuada en el pretratamiento P. El flujo de sustrato pretratado que fluye en el conducto 4 contiene preferentemente entre el 10 % en peso y el 60 % en peso de materia seca e incluso más preferentemente entre el 20 % en peso y el 55 % en peso de materia seca.

35 El sustrato pretratado se introduce en un reactor de la unidad H para pasar por una etapa llamada “hidrólisis enzimática”. El agua W2 y las enzimas E se agregan respectivamente en el reactor de la unidad H a través de los conductos 5 y 6 para realizar una reacción de hidrólisis enzimática del sustrato pretratado. Las cantidades de sustrato pretratado con agua y enzima se ajustan en la etapa en la unidad H para que el medio de reacción comprenda un contenido de materia sólida generalmente comprendido entre el 5 % y el 40 % en peso, preferentemente entre el 10 % y el 25 % en peso. La hidrólisis enzimática se realiza preferentemente a un pH comprendido entre 4 y 5,5 y a una temperatura comprendida entre 35 °C y 60 °C. Las enzimas E pueden ser producidas por un microorganismo, por ejemplo, hongos pertenecientes a los géneros *Trichoderma*, *Aspergillus*, *Penicillium* o *Schizophyllum* o las bacterias anaeróbicas pertenecientes, por ejemplo, al género *Clostridium*. Las enzimas producidas por estos microorganismos contienen en particular las celulasas y opcionalmente hemicelulasas, adaptadas para llevar a cabo una hidrólisis completa de la celulosa y opcionalmente de las hemicelulosas. Las celulasas, respectivamente las hemicelulasas transforman la celulosa por hidrólisis, respectivamente la hemicelulosa, en azúcares que pueden disolverse en fase acuosa. En la unidad H, las condiciones de la hidrólisis enzimática, principalmente el índice de materia seca de la mezcla a hidrolizar y la cantidad de enzimas utilizadas, se seleccionan de tal manera que se obtiene una solubilización de la celulosa comprendida entre el 20 % y el 99 % en peso, preferentemente entre el 30 % y el 95 % en peso con respecto al peso total de celulosa contenida en el sustrato pretratado. Se evacúa de la unidad H un sustrato hidrolizado por el conducto 7. De este modo, el flujo de sustrato hidrolizado proveniente de H comprende azúcares disueltos en fase acuosa y materia sólida compuesta principalmente de lignina y celulosa y hemicelulosa que no han sido hidrolizadas.

55 Dicho sustrato hidrolizado se somete luego, en la unidad Ex1, a una etapa de separación entre líquido y sólido, con el fin de extraer su materia sólida, especialmente la lignina que no ha sido hidrolizada en la unidad H. La extracción de la materia sólida tiene lugar en la unidad Ex1, que puede implementar una de las siguientes técnicas: centrifugado, escurrido o prensado, filtración, decantación. La unidad Ex1 produce un flujo empobrecido con materia sólida evacuado por el conducto 8 y un flujo enriquecido con materia sólida, especialmente con lignina, evacuado por el conducto 9.

60 El flujo empobrecido con sólido se introduce luego a través del conducto 8 en la unidad F para someterse a una etapa de fermentación. En la unidad F, el flujo empobrecido con sólido se pone en contacto con uno o varios microorganismos de fermentación LEV introducidos por el conducto 10. Los microorganismos LEV se pueden seleccionar, por ejemplo, de entre los siguientes elementos: las levaduras del género *Saccharomyces*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces uvarum*, *Saccharomyces diastaticus*, *Kluyveromyces fragilis*, *Candida shehatae*, *Pichia stipitis*, *Pachysolen tannophilis* o las bacterias del género

Zymomonas mobilis, Clostridium, Escherichia coli. Preferentemente, se utiliza una levadura adaptada para producir etanol, por ejemplo, las levaduras... Los azúcares fermentables son transformados así en alcoholes y/o solventes por los microorganismos. La etapa de fermentación en la unidad F se puede realizar a una temperatura comprendida entre 30 °C y 35 °C. En esta unidad F, la reacción de fermentación produce un vino de fermentación que contiene los productos de la reacción de fermentación, evacuado a través del conducto 11, por ejemplo, alcoholes o solventes orgánicos.

El vino de fermentación se introduce a través del conducto 11 en la unidad de separación S para extraer del mismo los compuestos de interés evacuados por el conducto 12, por ejemplo, alcoholes o solventes orgánicos. Los residuos de la separación, comúnmente llamados vinazas, son evacuados de la unidad de separación S a través del conducto 13. Las vinazas comprenden generalmente agua y cualquier producto líquido o sólido no convertido o no extraído en las etapas anteriores en las unidades H, Ex1 y F. La unidad de separación S puede implementar una o varias destilaciones, y opcionalmente una separación de las materias en suspensión, por ejemplo, por centrifugado, decantación, filtración.

El procedimiento no de acuerdo con la invención mostrado esquemáticamente en la figura 1 tiene la desventaja de evacuar una parte de los compuestos recuperables, es decir, azúcares, que permanecen contenidos en la materia sólida evacuada por el conducto 9 durante la operación de extracción de los sólidos en la unidad Ex1. Estos azúcares presentes en forma líquida en el hidrolizado que fluye en el conducto 7 corren el riesgo de separarse de manera imperfecta en la etapa Ex1 con las herramientas conocidas por el experto en la técnica, por ejemplo, herramientas de centrifugado, extracción, decantación o prensado. Al menos una fracción de los azúcares se evacúa a través del conducto 9 causando una pérdida de eficacia del procedimiento.

El procedimiento de acuerdo con la invención propone remediar este problema de pérdida de azúcares en la materia sólida implementando una operación de lavado del flujo enriquecido con sólido en el conducto 9, permitiendo el reciclaje de los azúcares en el procedimiento sin añadir una dilución adicional en el mismo. La invención se entenderá mejor tras la lectura de la descripción de las figuras 2 y 3, que muestran esquemáticamente dos implementaciones del procedimiento de acuerdo con la invención. Las referencias de la figura 2 idénticas a las de la figura 1, designan los mismos elementos.

De acuerdo con la invención, se puede llevar a cabo la etapa de separación de la materia sólida del líquido en la unidad Ex1 de modo que el flujo empobrecido con sólido 8 contenga menos del 15 % en peso, y preferentemente menos del 10 % en peso, y más preferentemente, menos del 5 % en peso de materia sólida. El resto del flujo 8 puede comprender azúcar disuelto en fase acuosa. Además, se puede llevar a cabo la etapa de separación de la materia sólida del líquido en la unidad Ex1 de tal manera que el flujo enriquecido con sólidos 9 contenga entre el 15 % y el 55 % en peso, y preferentemente entre el 20 % y el 45 % en peso, y más preferentemente entre el 25 % y el 35 % en peso de materia sólida. Debido a las limitaciones de los equipos de separación entre sólidos y líquidos de la unidad Ex1, el flujo enriquecido con sólidos 9 contiene al menos un 45 % de líquido, que puede estar compuesto en particular de azúcar disuelto en fase acuosa.

Con referencia a la figura 2, se lleva a cabo, en la unidad L, una etapa de lavado de la materia sólida contenida en el flujo que llega a través del conducto 9. En la unidad L, se transporta un flujo líquido a través del conducto 14 para realizar un lavado de la materia sólida contenida en el flujo que llega a través del conducto 9. El flujo líquido se pone en contacto con la materia sólida, y luego el líquido se separa de la materia sólida. La etapa de lavado en la unidad L puede ser realizada por percolación, mediante operaciones de mezcla y separación de líquido / sólido sucesivas o mediante cualquier otra técnica conocida por el experto en la técnica. El lavado permite extraer a través del conducto 15 un flujo líquido enriquecido con compuestos de interés, es decir, azúcares, así como un flujo empobrecido con compuestos de interés a través del conducto 16. El flujo 15 se recicla seguidamente en la unidad H, para reutilizar los azúcares en la etapa de hidrólisis enzimática.

Con referencia a la figura 2, el flujo líquido transportado por el conducto 14 puede ser un flujo de agua dulce W3 o una porción de las vinazas provenientes de la unidad S transportada por los conductos 13 y luego 13a en la unidad L. De acuerdo con la invención, el hecho de reciclar el flujo enriquecido con compuestos de interés a través del conducto 15 en la unidad H permite limitar o incluso eliminar, el suministro de agua dulce W2 directamente en la unidad H. Por ejemplo, el flujo 15 representa entre el 50 % en peso y el 1500 % en peso, preferentemente entre el 100 % en peso y el 600 % en peso, del caudal de sustrato pretratado introducido a través del conducto 4 en la unidad H. Por lo tanto, la presente invención permite limitar o incluso evitar cualquier dilución adicional de los flujos en el procedimiento relacionada con el uso del agua para el lavado del flujo 9.

El flujo que fluye en el conducto 15 contiene compuestos hidrolizados reutilizables, en particular azúcares, que no han sido enviados a la fermentación. El reciclaje de estos compuestos en la unidad H de hidrólisis enzimática puede tener un efecto inhibitorio en esta etapa del procedimiento, debido a la acumulación de los productos de reacción en el medio. De manera alternativa, estos compuestos pueden requerir condiciones de fermentación y/o microorganismos de fermentación que son diferentes a los de la etapa F. Para reducir el impacto negativo del reciclaje en el rendimiento de la unidad H o para aumentar la producción de productos resultantes de la fermentación, la presente invención propone la implementación del procedimiento de la figura 3 en la que el flujo que

fluye en el conducto 15 se dirige a una etapa de fermentación adicional, antes de ser enviado nuevamente a la unidad H. Las referencias de la figura 3 idénticas a las de las figuras 1 y 2 designan los mismos elementos.

5 Con referencia a la figura 3, el flujo 15 proveniente de la unidad de lavado L se pone en contacto en la unidad F1 con microorganismos LEV1 introducidos a través del conducto 18. Los microorganismos LEV1 se pueden seleccionar, por ejemplo, de entre los siguientes elementos: las levaduras del género *Saccharomyces*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces uvarum*, *Saccharomyces diastaticus*, *Kluyveromyces fragilis*, *Candida shehatae*, *Pichia stipitis*, *Pachysolen tannophilis* o las bacterias del género *Zymomonas mobilis*, *Clostridium*, *Escherichia coli*. En la unidad F1, tiene lugar una reacción de fermentación, que produce un vino de fermentación enriquecido con productos de la reacción de fermentación, por ejemplo, alcoholes o solventes orgánicos, evacuados a través del conducto 17. Este vino, empobrecido con productos hidrolizados, pero rico en compuestos reutilizados, se recicla en la unidad H a través del conducto 17. Su reciclado permite reducir la dilución de los flujos tratados, reutilizando al mismo tiempo los compuestos de interés recuperados, en particular los azúcares transformados en productos de fermentación, y asegurando un aumento del rendimiento global del procedimiento.

La etapa de fermentación en la unidad F1 puede ser idéntica o diferente a la fermentación realizada en la unidad F, de acuerdo con las necesidades del procedimiento. El hecho de implementar una fermentación en la unidad F1 diferente a la realizada por la unidad F permite tratar, en condiciones de fermentación específica, compuestos que no están, o solo están ligeramente fermentados en la unidad F. Por ejemplo, la unidad F se opera a una temperatura diferente a la de la unidad F1 o la unidad F utiliza un microorganismo (por ejemplo, *S. cerevisiae*) diferente al utilizado en la unidad F1 (por ejemplo, *C. shehatae*), para fermentar de manera óptima diferentes compuestos de interés. La realización de la figura 3 se adapta particularmente bien al caso en el que al menos una parte de las vinazas del flujo 13 se utiliza como líquido de lavado en la unidad L. De hecho, la composición del flujo 15 en este caso es muy diferente a la del flujo 8 y las condiciones operativas y/o de otras levaduras pueden adaptarse mejor al medio.

EJEMPLOS

30 Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo 1 según el procedimiento de la figura 1 (no de acuerdo con la invención)

35 En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base seca)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %
Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

40 Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la materia seca (MS) del sólido al comienzo del pretratamiento es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 200 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática.

Hidrólisis enzimática y separación:

50 La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de proceso W2 con el sustrato pretratado. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 85,5 g de hexosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida, en particular la lignina, se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 28,4 % de materia sólida. Dada la naturaleza de la separación, este flujo sigue conteniendo una cantidad significativa de azúcares atrapados. La pérdida de azúcares durante esta etapa se estima en un 20,7 %.

60 Conversión en etanol:

El líquido clarificado se envía a los fermentadores de la unidad F. El microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae*. Junto con los rendimientos de la hidrólisis enzimática, el rendimiento global de la conversión de la celulosa en etanol es de 0,41 g de etanol por g de celulosa introducida. Las pentosas presentes no son convertidas por el microorganismo de fermentación seleccionado. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 43,9 g de etanol / kg de vino.

Separación y recuperación del etanol:

La separación en la unidad S se hace por destilación. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **76.889 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **11,9 toneladas de agua / tonelada de etanol producido**.

Ejemplo 2 según el procedimiento de la figura 1 (no de acuerdo con la invención)

En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base MS)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %
Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la MS del sólido al comienzo del pretratamiento es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 200 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H.

Hidrólisis enzimática y separación:

La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de proceso con el sustrato pretratado. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 85,5 g de hexosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida, en particular la lignina, se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 28,4 % de materia sólida.

Lavado del flujo de materia sólida:

Dada la naturaleza de la separación, aproximadamente el 20 % de los azúcares hidrolizados permanecen atrapados en la materia sólida. Luego se realiza un lavado a contracorriente de la materia sólida para reducir las pérdidas. En esta operación, se utilizan 115 toneladas / hora de agua de proceso. Las pérdidas de azúcares bajan a un **1,4 %**. El jugo azucarado recuperado se mezcla con el líquido clarificado antes de ser enviado a la fermentación.

Conversión en etanol:

El líquido clarificado mezclado con el jugo azucarado se envía a los fermentadores de la unidad F. Debido a la baja concentración de hexosas de los jugos de lavado recuperados, el mosto contiene solo 76,2 g de hexosas por kg de mosto al comienzo de la etapa de fermentación, **un valor 10,9 % menor que el obtenido al final de la hidrólisis enzimática**. El microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae*. Junto con los rendimientos de la hidrólisis enzimática, el rendimiento global de la conversión de la celulosa en etanol es de 0,50 g de etanol por g de celulosa introducida. Las pentosas presentes no son convertidas por el microorganismo de fermentación seleccionado. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 36,0 g de etanol / kg de vino.

Separación y recuperación del etanol:

La separación en la unidad S se hace por destilación. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **95.752 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **19,1 toneladas de agua / tonelada de etanol producido**.

Ejemplo 3 según el procedimiento de la figura 2 (de acuerdo con la invención)

En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base MS)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %
Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la MS del sólido al comienzo de la explosión es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 202 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática.

Hidrólisis enzimática y separación:

La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de dilución que llega a través del conducto 15 con el sustrato pretratado. Esta agua de dilución contiene 51,1 g de productos hidrolizados / kg de solución procedentes del reciclaje del agua utilizada para el lavado del flujo de materia sólida obtenido a partir de la operación de separación líquido / sólido al final de la hidrólisis enzimática. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 97,8 g de hexosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida, en particular la lignina, se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 30,0 % de materia sólida.

Lavado del flujo de materia sólida:

Para recuperar los azúcares atrapados en la materia sólida, se implementa una etapa de lavado de la materia sólida. En este ejemplo, la totalidad del agua enviada como agua de dilución a la etapa de hidrólisis enzimática se utiliza primero para lavar la materia sólida en la unidad de lavado a contracorriente L en tres etapas de contacto. Luego, el agua de lavado se introduce en la unidad H. De este modo, las pérdidas de azúcares **se reducen en un 92,0 %** en comparación con los resultados del ejemplo 1, es decir, el **1,6 %** de la pérdida total.

Conversión en etanol:

El líquido clarificado se envía a los fermentadores de la unidad F. El microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae*. Junto con los rendimientos de la hidrólisis enzimática, el rendimiento global de la conversión de la celulosa en etanol es de 0,48 g de etanol por g de celulosa introducida. La disminución en el rendimiento se explica por la mayor concentración de productos hidrolizados en la etapa de hidrólisis enzimática, que afecta ligeramente la reacción. Las pentosas presentes no son convertidas por el microorganismo de fermentación seleccionado. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 50,7 g de etanol / kg de vino.

Separación y recuperación del etanol:

La separación en la unidad S se hace por destilación. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **88.182 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **10,4 toneladas de agua / tonelada de etanol producido**, es decir el 12,6 % y el 45,5 % de reducción en comparación con los consumos de agua en los ejemplos 1 y 2, respectivamente.

Ejemplo 4 según el procedimiento de la figura 3 (de acuerdo con la invención)

En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base MS)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %
Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

5 La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la MS del sólido al comienzo del pretratamiento es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 200 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática.

10 Hidrólisis enzimática y separación:

15 La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de dilución que llega a través del conducto 17 con el sustrato pretratado. Esta agua de dilución contiene 25,6 g de etanol / kg de solución, originada por la fermentación del reciclado de agua de lavado del flujo de materia sólida resultante de la operación de separación líquido / sólido al final de la hidrólisis enzimática. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 85,8 g de hexosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 29,3% de materia sólida.

Lavado del flujo de materia sólida:

25 Para recuperar los azúcares atrapados en la materia sólida, se implementa una etapa de lavado de la materia sólida. En este ejemplo, la totalidad del agua enviada como agua de dilución a la etapa de hidrólisis enzimática se utiliza primero para lavar la materia sólida en la unidad de lavado a contracorriente L en tres etapas de contacto. De este modo, las pérdidas de azúcares **se reducen en un 93,0 %** en comparación con los resultados del ejemplo 1, es decir, el **1,4 %** de pérdida total.

30 Conversión en etanol:

35 El líquido clarificado proveniente del decantador se envía a los fermentadores de la unidad F. El agua de lavado de los sólidos también se envía a la fermentación a los fermentadores de la unidad F1. Estas dos etapas se implementan por separado. En este ejemplo, el microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae* en las dos plantas F y F1. Luego, el agua de lavado fermentada en la unidad F1 se introduce en la unidad H. El rendimiento global del procedimiento de conversión de la celulosa introducida en etanol, que comprende las dos fermentaciones distintas y el rendimiento de la hidrólisis enzimática, es de 0,51 g de etanol por g de celulosa introducida. La introducción de una etapa de fermentación del agua de dilución antes de la introducción en la hidrólisis enzimática tiene un efecto positivo en el procedimiento en comparación con el ejemplo 2, porque en este caso el rendimiento de la hidrólisis enzimática no se ve afectada por el agua de dilución reciclada. Las pentosas presentes no son convertidas por el microorganismo de fermentación seleccionado. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 54,6 g de etanol / kg de vino.

45 Separación y recuperación del etanol:

La separación se hace por destilación en la unidad S. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **95.187 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **9,6 toneladas de agua / tonelada de etanol producido**, es decir 19,3 % y 49,7 % de reducción en comparación con los consumos de los ejemplos 1 y 2, respectivamente.

50 **Ejemplo 5 según el procedimiento de la figura 1 (no de acuerdo con la invención)**

En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

55 Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base MS)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %

ES 2 716 607 T3

Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

5 La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la MS del sólido al comienzo del pretratamiento es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 200 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática.

10 Hidrólisis enzimática y separación:

15 La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de proceso con el sustrato pretratado. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 85,5 g de hexosas por kg de mosto y 70,0 g de pentosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida, en particular la lignina, se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 28,4 % de materia sólida. Dada la naturaleza de la separación, este flujo sigue conteniendo una cantidad significativa de azúcares atrapados. La pérdida total de azúcares durante esta etapa se estima en un **20,7 %**.

20 Conversión en etanol:

25 El líquido clarificado se envía a los fermentadores de la unidad F. El microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae* que proviene de una cepa modificada capaz de realizar la cofermentación de las hexosas y las pentosas. Junto con los rendimientos de la hidrólisis enzimática, el rendimiento global de la conversión de la celulosa en etanol es de 0,41 g de etanol por g de celulosa introducida. La conversión de las pentosas en etanol asciende a 0,09 g de etanol por g de pentosa introducida. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 52,8 g de etanol / kg de vino.

30 Separación y recuperación del etanol:

35 La separación en la unidad S se hace por destilación. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **91.699 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **10,0 toneladas de agua / tonelada de etanol producido**.

Ejemplo 6 según el procedimiento de la figura 2 (de acuerdo con la invención)

40 En este ejemplo, se presenta un procedimiento de producción de etanol a partir de paja con las características siguientes:

Carga: paja de trigo, caudal 89,60 toneladas / hora, composición media:

	% (base MS)
Celulosa	39,1 %
Hemicelulosa	26,9 %
Lignina	17,9 %
Otros (cenizas, extraíbles, etc.)	16,1 %

45 Preparación de carga y pretratamiento en la unidad P:

50 La paja se muele en una rejilla de 50 mm y luego se impregna con ácido H₂SO₄ diluido a 0,7 g / litro. La impregnación está acompañada de una separación sólido / líquido y el licor de impregnación se recicla, la MS del sólido al comienzo del pretratamiento es del 45 %. El pretratamiento por explosión de vapor se realiza a 200 °C en una configuración continua empleando un corto tiempo de estancia. El medio se relaja repentinamente a una presión de 1,3 atm. El sustrato pretratado se envía al reactor de hidrólisis enzimática.

Hidrólisis enzimática y separación:

55 La concentración de sólidos en la entrada del reactor de hidrólisis enzimática en la unidad H es del 14 %. Para alcanzar este nivel de dilución, se mezclan 114,3 toneladas / hora de agua de dilución con el sustrato pretratado. Esta agua de dilución contiene 51,3 g de hexosas / kg de solución y 121,1 g de pentosas / kg de solución procedentes del reciclaje de las vinazas producidas durante la destilación y utilizadas para el lavado del flujo de

5 materia sólida obtenida tras la operación de separación líquido / sólido al final de la hidrólisis enzimática. En las condiciones de implementación de la hidrólisis enzimática, se produce un mosto que contiene 98,0 g de hexosas por kg de mosto y 114,4 g de pentosas por kg de mosto. Este mosto es enviado a un decantador en la unidad Ex1, donde la materia sólida, en particular, la lignina, se separa del mosto antes de la etapa de fermentación de los azúcares producidos. En esta etapa de separación, el líquido clarificado se envía a la fermentación y se produce un flujo que contiene un 31,4% de materia sólida.

Lavado del flujo de materia sólida:

10 Para recuperar los azúcares atrapados en la materia sólida, se implementa una etapa de lavado de la materia sólida. En este ejemplo, la totalidad del agua enviada como agua de dilución a la etapa de hidrólisis enzimática en la unidad H proviene de las vinazas producidas en la destilación en la unidad S. Estas vinazas se utilizan primero para lavar la materia sólida en la unidad de lavado a contracorriente L en tres etapas de contacto. Luego, las vinazas
15 provenientes de la unidad L se introducen en la unidad H. **Las pérdidas de hexosas se reducen de este modo en un 92,0 % en comparación con los resultados del ejemplo 5, es decir, el 1,6 % de la pérdida total. Como las vinazas tienen más concentración de pentosas que de hexosas, las pérdidas totales en pentosas observadas son del orden del 19,1 %, 7,7 % más bajas que las pérdidas del ejemplo 5.**

20 Conversión en etanol:

El líquido clarificado se envía a los fermentadores de la unidad F. El microorganismo de fermentación es *Saccharomyces cerevisiae* que proviene de una cepa modificada capaz de realizar la cofermentación de las hexosas y las pentosas. Junto con los rendimientos de la hidrólisis enzimática, el rendimiento global de la conversión de la
25 celulosa en etanol es de 0,48 g de etanol por g de celulosa introducida. La conversión de las pentosas en etanol asciende a 0,09 g de etanol por g de pentosa introducida. La disminución en el rendimiento se debe a la mayor concentración de productos hidrolizados en la etapa de hidrólisis enzimática. El título etanólico del flujo enviado a la destilación es de 65,8 g de etanol / kg de vino.

30 Separación y recuperación del etanol:

La separación se hace por destilación en la unidad S. El rendimiento de extracción es del 99,6 %. Por lo tanto, el procedimiento permite producir **112.379 toneladas de etanol** al año y tiene un consumo específico de agua de proceso de **0,0 tonelada de agua / tonelada de etanol producido en funcionamiento continuo.**

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de producción de alcohol y/o solvente a partir de una carga de biomasa, en el que se llevan a cabo las siguientes etapas:
 - a) se lleva a cabo una etapa de pretratamiento mediante la puesta en contacto y el calentamiento de la carga de biomasa con agua y un compuesto ácido o básico, para obtener un sustrato pretratado,
 - b) el sustrato pretratado se pone en contacto con al menos enzimas celulasas y con un flujo líquido de lavado obtenido en la etapa d) para obtener un hidrolizado que comprende una materia sólida y una fase líquida que contiene azúcares,
 - c) se extrae al menos una parte de la materia sólida contenida en el hidrolizado para obtener un hidrolizado empobrecido con materia sólida y un flujo enriquecido con materia sólida,
 - d) el flujo enriquecido con materia sólida se lava con un flujo líquido que comprende al menos una parte del flujo de vinaza obtenido en la etapa f) para obtener dicho flujo líquido de lavado, reciclando el flujo líquido de lavado en la etapa b),
 - e) se lleva a cabo una fermentación alcohólica del hidrolizado empobrecido con materia sólida obtenido en la etapa c) por medio de un microorganismo alcoholígeno para producir un vino de fermentación,
 - f) se lleva a cabo una etapa de separación del vino de fermentación para obtener al menos un flujo purificado que comprende un alcohol o un solvente y al menos un flujo de vinaza.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que en la etapa b), el flujo líquido de lavado tiene un caudal comprendido entre el 50 % y el 1500 % en peso del caudal de sustrato pretratado.
3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 y 2, en el que antes de llevar a cabo la etapa b), el flujo líquido de lavado obtenido en la etapa d) se somete a una segunda etapa de fermentación alcohólica por medio de un organismo alcoholígeno.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, en el que la segunda etapa de fermentación alcohólica se lleva a cabo en condiciones operativas diferentes a las condiciones operativas de la fermentación alcohólica de la etapa e).
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 3 y 4, en el que se lleva a cabo la segunda etapa de fermentación alcohólica con un organismo alcoholígeno diferente al organismo alcoholígeno de la fermentación alcohólica de la etapa a).
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que en la etapa d), el flujo enriquecido con materia sólida se pone en contacto con un flujo líquido, y luego se separa el flujo líquido de la materia sólida.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que se realiza la etapa d) de modo que dicho flujo enriquecido con materia sólida comprenda entre un 15 % en peso y un 55 % en peso de materia sólida y de modo que dicho hidrolizado empobrecido con materia sólida comprenda menos del 15 % en peso de materia sólida.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que las enzimas celulasas y/o hemicelulasas son producidas por un microorganismo seleccionado de entre los hongos pertenecientes a los géneros *Trichoderma*, *Aspergillus*, *Penicillium* o *Schizophyllum* o las bacterias anaeróbicas pertenecientes al género *Clostridium*.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que el microorganismo alcoholígeno se selecciona de entre los microorganismos del género *Saccharomyces*, *Saccharomyces cerevisiae*, *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces uvarum*, *Saccharomyces diastaticus*, *Kluyveromyces fragilis*, *Candida shehatae*, *Pichia stipitis*, *Pachysolen tannophilis*, *Zymomonas mobilis*, *Clostridium*, *Escherichia coli*.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que la carga de biomasa está compuesta de al menos uno de los siguientes elementos: madera, plantas cultivadas, residuos lignocelulósicos agrícolas, residuos de la industria de procesamiento de los materiales lignocelulósicos.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que en la etapa a), se lleva a cabo una explosión de vapor de la biomasa comprimiendo y luego llevando a cabo una relajación de la biomasa mezclada con agua y un compuesto ácido.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, en el que en la etapa e) se implementa un organismo alcoholígeno que produce al menos etanol.

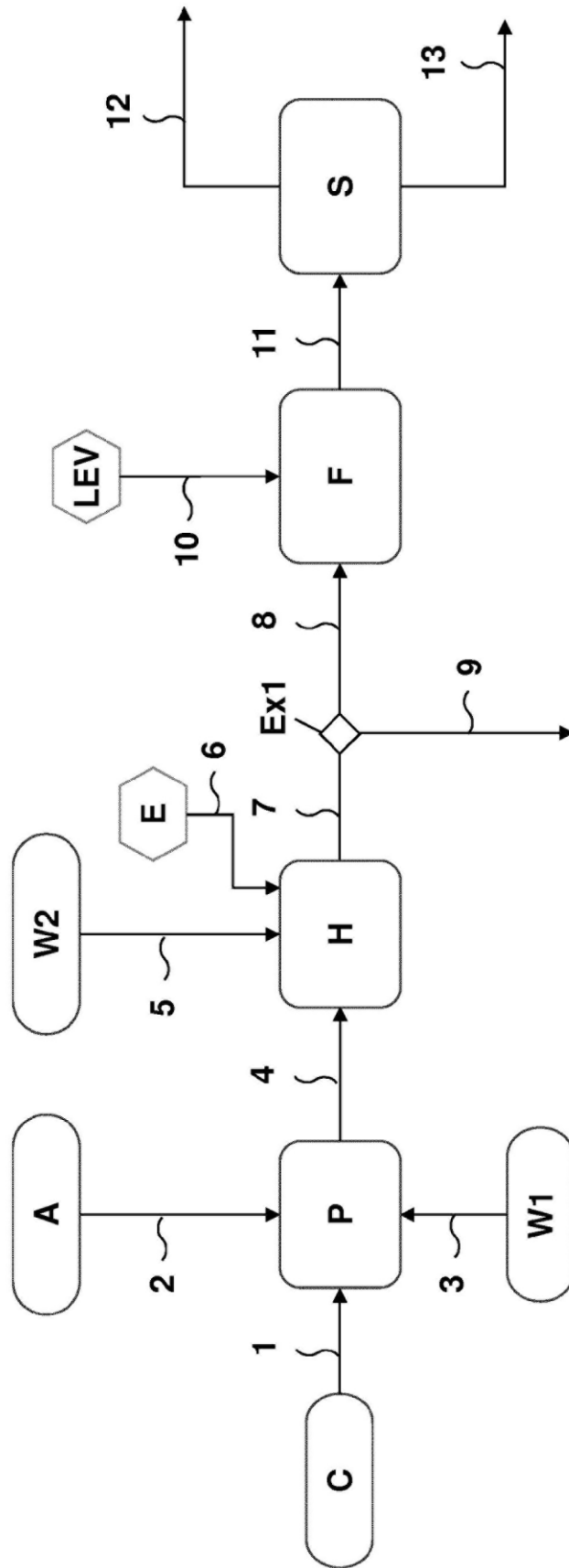


FIG.1

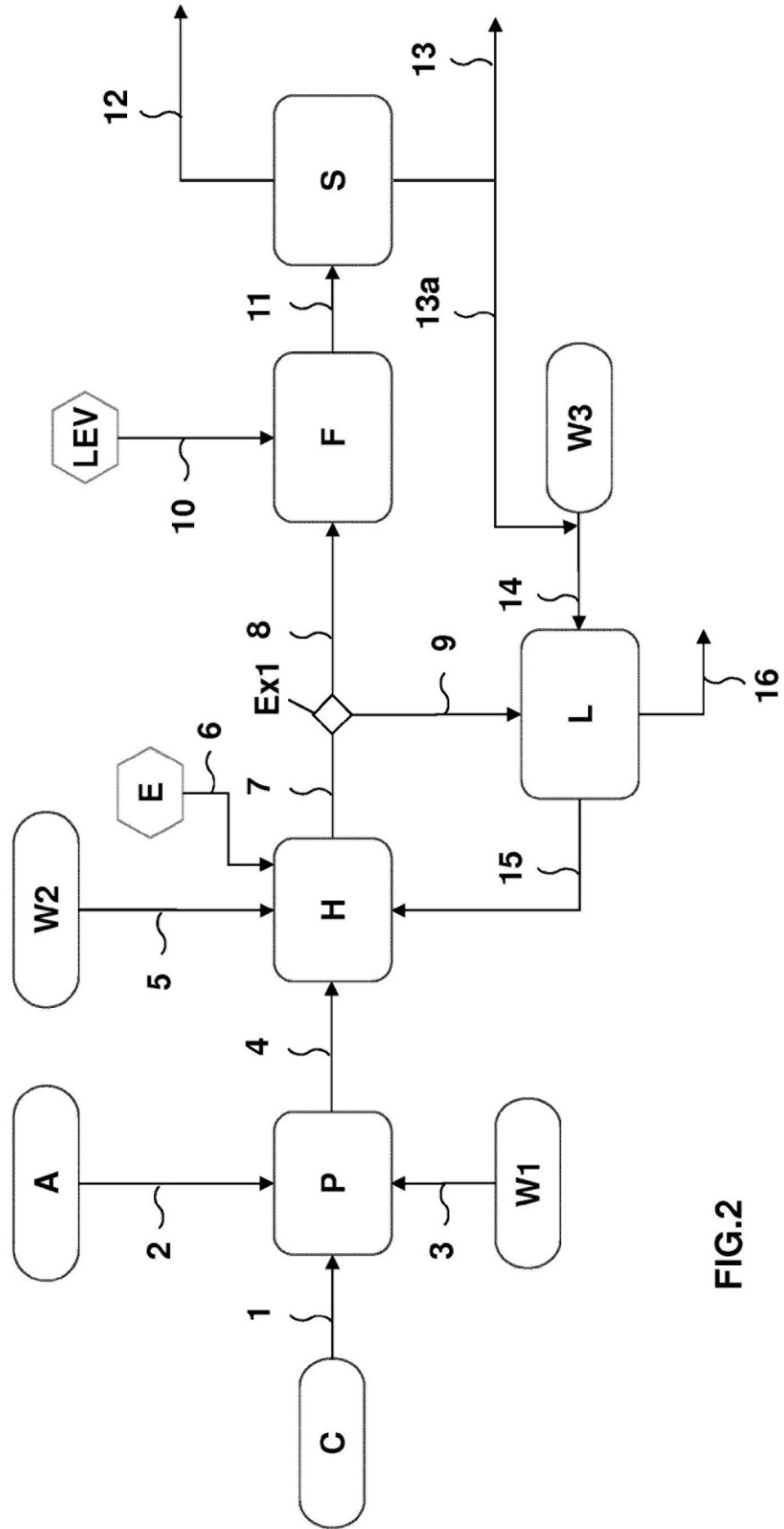


FIG.2

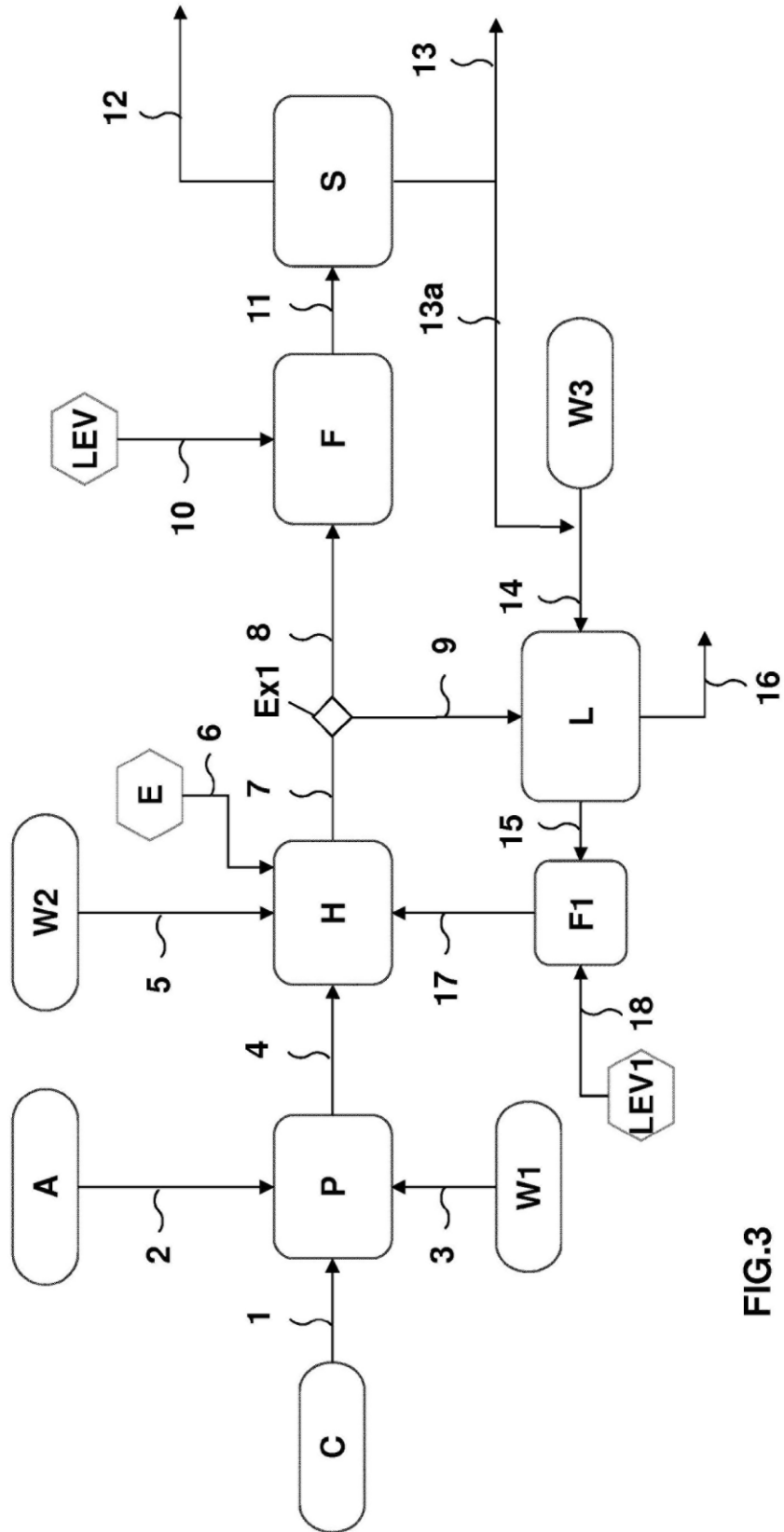


FIG.3