

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 725 478**

51 Int. Cl.:

C08B 1/00 (2006.01)

C08B 15/02 (2006.01)

C08H 8/00 (2010.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.02.2016 PCT/EP2016/053418**

87 Fecha y número de publicación internacional: **01.09.2016 WO16135031**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.02.2016 E 16705162 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.02.2019 EP 3262078**

54 Título: **Procedimiento para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa**

30 Prioridad:

23.02.2015 EP 15156148

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

24.09.2019

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen , DE**

72 Inventor/es:

**RITTIG, FRANK;
KOCH, STEFAN;
KINDLER, ALOIS;
KOCH, MICHAEL;
LEIFELD, FERDINAND;
NAVICKAS, VAIDOTAS y
GRUEN, MARKUS**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 725 478 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa

5 Los azúcares generados a partir de biomasa que contiene celulosa se pueden usar como materia prima para la producción de combustibles, plásticos, y otros productos. Debido a la naturaleza finita y la inestabilidad de suministro de la materia prima fósil y por razones medioambientales, la sustitución de materia prima fósil por material de alimentación no fósil, es decir, materia prima obtenida a partir de recursos renovables, se hace cada vez más importante. Una fuente potencial de tal material de alimentación no fósil es la biomasa que contiene celulosa, que puede ser procesada por medio de sacarificación enzimática de celulosa a glucosa que se puede procesar de manera adicional en una pluralidad de productos, ya sea de manera química o por fermentación. Por ejemplo, por 10 medio de la fermentación de la glucosa obtenida, se puede obtener etanol (algunas veces se denomina bioetanol) que se puede usar como combustible para motores de combustión interna, por ej., para coches.

15 Con el fin de facilitar la sacarificación enzimática, la biomasa que contiene celulosa se somete normalmente a un tratamiento previo con el fin de aumentar la accesibilidad de la biomasa de celulosa por la degradación o la descomposición de la hemicelulosa y/o lignina presente en la biomasa que contiene celulosa. Varios procesos de pretratamiento son conocidos en la técnica.

20 La Patente WO 2008/134037 desvela un procedimiento para digerir una biomasa lignocelulósica, que comprende el tratamiento de una biomasa lignocelulósica con un tensioactivo y, de manera opcional, un ácido (por ej., ácido sulfúrico) y la incubación de la biomasa lignocelulósica tratada con tensioactivo con una enzima. Los tensioactivos preferidos se seleccionan del grupo que consiste en Tween 80, Tween 20, PEG (masa molar no especificada), DDBSA, glucocon/215, glucocon/225 y glucocon/625.

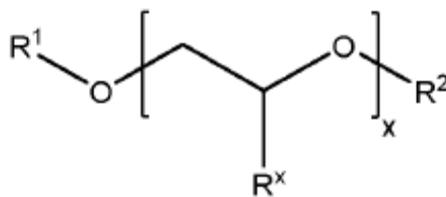
25 La Patente WO 2004/081185 desvela un procedimiento para la hidrólisis de lignocelulosa, que comprende el contacto de dicha lignocelulosa con al menos un producto químico en condiciones moderadas para generar un lignocelulosa tratada, y el contacto de dicha lignocelulosa tratada con al menos una enzima capaz de hidrolizar lignocelulosa, en el que dicha sustancia química se selecciona del grupo que consiste en agentes oxidantes, agentes desnaturalizantes, detergentes, disolventes orgánicos, bases y combinaciones de los mismos. En este sentido, por "detergente" se entiende un compuesto que puede formar micelas para secuestrar aceites. Dichos detergentes que incluyen tensioactivos aniónicos, catiónicos, y detergentes neutros, que incluyen, pero no se limitan a, Nonidet (N) P-40, dodecil sulfato de sodio (SDS, por su sigla en inglés), sulfobetaina, octilglucosido, desoxicolato, Triton X-100, y Tween 20.

30 En la publicación *Bioresource Technology* 169 (2014) 713 a 722 se estudia la capacidad de los aditivos seleccionados del grupo que consiste en polietilenglicol PEG 8000, (polietilenglicol que tiene una masa molar de aproximadamente 8000 g/mol), PEG 2000 (polietilenglicol que tiene una masa molar de aproximadamente 2000 g/mol), Triton-X, Tween 20, Tween 80, bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB, por su sigla en inglés) y urea para aumentar la hidrólisis enzimática de paja de trigo pretratada de manera térmica y ácida por medio de celulasa *Trichoderma reesei* a 50 °C. En la presente memoria, el aditivo se añade a una suspensión de paja de trigo pretratada de manera térmica y ácida. No se desvela la presencia de un aditivo durante el pretratamiento termo-ácido.

35 La técnica relacionada es también Hong-Yuan Wang *et al.*, *Bioresource Technology* vol. 102 Núm. 11, 24 de febrero de 2011, páginas 6515 a 6521, la Patente EP 0 472 474 A1, Hairong Zhang *et al.*, *Applied Bio-chemistry and Biotechnology* vol. 170, Núm. 7, 1 de agosto de 2013, páginas 1780 a 1791; las Patentes WO 2013/162881 A1, US 7.419.568 B2, EP 2 033 974 A1 y WO 2015/049345 A1.

40 Las Patentes WO 2008/134037 y WO 2004/081185 desvelan de forma general clases genéricas de aditivos para el pretratamiento de la biomasa que contiene celulosa antes de la sacarificación. Sin embargo, se ha encontrado que la estructura química, así como también el tamaño de la molécula de un aditivo de este tipo tiene una fuerte influencia sobre el efecto de dicho aditivo. De manera sorprendente, se ha encontrado que el uso de los compuestos de fórmula (I) como se define a continuación para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa, en especial para el pretratamiento de la biomasa que contiene celulosa antes de la sacarificación, tiene un efecto ventajoso sobre el rendimiento de la glucosa que se puede obtener por medio de la sacarificación enzimática de la biomasa que contiene celulosa tratada.

45 Estos y otros objetos se consiguen por medio del procedimiento para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa de acuerdo con la presente invención. Dicho procedimiento para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa comprende la etapa de someter una mezcla de tratamiento que comprende dicha biomasa que contiene celulosa, agua y ácido sulfúrico a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 a 4000 kPa en el que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido para generar una biomasa que contiene celulosa tratada, en el que dicha mezcla de tratamiento además 50 comprende uno o más compuestos de fórmula (I)

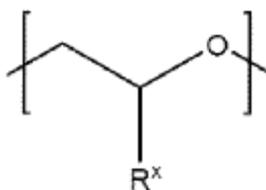


(I)

en el que en la fórmula (I)

R¹ se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y metilo

- 5 R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 9 a 22 átomos de carbono, cada R^x en cualquiera de dichos grupos x (II)



(II)

- 10 Es, de manera independiente del significado de R^x en los otros grupos (II), seleccionado del grupo que consiste en hidrógeno y metilo,

x es un número entero de 3 a 40,

y que además comprende una etapa de sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que se formen glucosa y/u otros azúcares.

- 15 La etapa de someter una mezcla de tratamiento como se definió con anterioridad que comprende dicha biomasa que contiene celulosa, agua, ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I) a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa en el que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido y facilite la sacarificación, ya sea sacarificación enzimática o química, de la biomasa que contiene celulosa tratada obtenida. Por lo tanto, en un procedimiento preferido de acuerdo con la presente invención, dicho paso proporciona un pretratamiento útil de la biomasa que contiene celulosa para la sacarificación, ya sea sacarificación enzimática o química, o para la producción de pulpa soluble.

- 20 La biomasa que contiene celulosa tratada de manera típica comprende celulosa, hemicelulosa y lignina como componentes principales. En contraste con la biomasa que contiene celulosa antes del procesamiento, en la biomasa que contiene celulosa tratada el contenido de hemicelulosa y/o lignina de manera típica es reducido debido a la descomposición de xilosa y otros productos de degradación que pueden incluir cantidades menores de glucosa.
- 25 Por consiguiente, en un procedimiento preferido de la presente invención, la composición de la mezcla de tratamiento y la temperatura y la presión a la que se somete dicha mezcla de tratamiento se seleccionan tal como para disminuir la cantidad de hemicelulosa y/o lignina en la biomasa que contiene celulosa.

- 30 Sin desear estar ligado a ninguna teoría específica, en la actualidad se supone que los compuestos de fórmula (I) se unen a los componentes de lignina de la biomasa que contiene celulosa para evitar de este modo que la lignina inhiba la actividad de las enzimas en la sacarificación enzimática de la biomasa que contiene celulosa tratada. Además, los compuestos de fórmula (I) pueden facilitar la hinchazón de la biomasa que contiene celulosa, que da como resultado la estabilización de una estructura abierta de la biomasa que contiene celulosa, lo que mejora el acceso de ácido sulfúrico, así como también de enzimas para la sacarificación enzimática subsiguiente. De manera más específica las moléculas de los compuestos de fórmula (I) pueden llenar los huecos en la biomasa tratada que se forman debido a la descomposición de la hemicelulosa y/o lignina, para evitando de ese modo la densificación y el colapso de la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que en la sacarificación enzimática se facilite el acceso de las enzimas.

- 40 Un aspecto adicional de la presente invención se refiere al uso de un compuesto de fórmula (I) como se definió con anterioridad para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa, en especial para el pretratamiento de la biomasa que contiene celulosa antes de la sacarificación.

Mezcla de tratamiento

La mezcla de tratamiento comprende una fase sólida que comprende la biomasa que contiene celulosa y una fase líquida acuosa que comprende agua, ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I).

5 La biomasa que contiene celulosa que es adecuada para el procesamiento por el procedimiento de la presente invención se puede seleccionar del grupo que consiste en biomasa vegetal, residuos agrícolas, residuos forestales, residuos del procesamiento de azúcar, residuos de papel y mezclas de los mismos. Por motivos económicos y ecológicos, la biomasa que contiene celulosa en la forma de desechos y residuos se prefiere en especial. Además de la celulosa, la biomasa que contiene celulosa de manera típica comprende lignina y/o hemicelulosa.

10 Preferentemente, dicha mezcla de tratamiento comprende de 3% en peso a 75% en peso, más preferentemente de 8% en peso a 70% en peso, más preferentemente 15% en peso a 60% en peso, lo más preferentemente 25% en peso a 50% en peso, en particular preferentemente 30% en peso a 45% en peso de biomasa que contiene celulosa, en cada caso en base al peso total de dicha mezcla de tratamiento. Con una menor concentración de biomasa que contiene celulosa en la mezcla de tratamiento, el procedimiento se vuelve ineficiente, ya que un volumen muy grande de mezcla de tratamiento se maneja para la obtención de una pequeña cantidad de biomasa que contiene celulosa tratada. Con una mayor concentración de biomasa en la mezcla de tratamiento, hay un problema de que no
15 toda de la biomasa que contiene celulosa está en contacto con el ácido sulfúrico y los uno o más compuestos de fórmula (I) como se definió con anterioridad.

20 Preferentemente, la concentración de ácido sulfúrico en dicha mezcla de tratamiento está en el intervalo de 0,1% en peso a 25% en peso, más preferentemente 0,5% en peso a 10% en peso, lo más preferentemente 1% en peso a 5% en peso en cada caso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento.

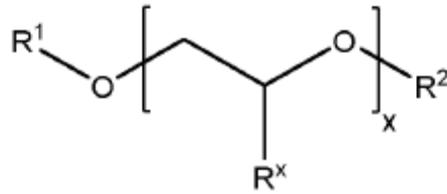
25 A una concentración por debajo de 0,1% en peso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento, la cantidad de ácido sulfúrico en la mezcla de tratamiento por lo general es demasiado baja de forma que el ácido sulfúrico no tiene ningún efecto significativo sobre el rendimiento de la glucosa en la sacarificación posterior. Por otra parte, cuanto mayor sea la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla de tratamiento, mayor es la cantidad de subproductos indeseables. El ácido sulfúrico puede actuar como un agente de oxidación y/o como un agente deshidratante, por lo tanto, se pueden formar subproductos no deseados por medio de la coquización y/o la sulfatación de los constituyentes de la biomasa. La formación de tales subproductos a su vez da como resultado la reducción de la cantidad de material disponible para la sacarificación, la contaminación de la mezcla de reacción, la desactivación de las enzimas usadas para la sacarificación, la contaminación del equipo de reacción (es decir, por medio de la formación de depósitos insolubles) y las dificultades para separar las fases de la mezcla de tratamiento.
30

35 Por esta razón, se prefiere que la concentración de ácido sulfúrico no exceda de 25% en peso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento y, preferentemente, se mantiene tan baja como sea posible. Esto se hace aún más importante a temperaturas de procesamiento más altas, ya que las temperaturas de procesamiento más altas también promueven la formación de subproductos no deseados. Por lo tanto, cuanto mayor sea la temperatura de tratamiento, menor debe ser la concentración de ácido sulfúrico que se selecciona. Una baja concentración de ácido sulfúrico también se prefiere con respecto a la sacarificación enzimática posterior, debido a que la actividad de la enzima disminuye si el pH es demasiado bajo. En consecuencia, una baja concentración de ácido sulfúrico en la mezcla de tratamiento permite la sujeción directa de la mezcla de tratamiento que contiene la biomasa que contiene celulosa tratada a la sacarificación enzimática sin la eliminación de la fase líquida que contiene ácido acuoso (véase también más abajo).
40

45 En este sentido, se debe considerar que otros ácidos, si están presentes en la mezcla de tratamiento, contribuyen a la disminución del valor del pH y pueden promover aún más la formación de subproductos no deseados. Por consiguiente, la concentración total de ácidos preferentemente se mantiene baja. A este respecto se prefiere en especial que en dicha mezcla de tratamiento la cantidad de ácido metanosulfónico sea de menos de 100% en peso, preferentemente 90% en peso o menos, preferentemente 50% en peso o menos y más preferentemente 10% en peso o menos, en base al peso del ácido sulfúrico presente en la mezcla de tratamiento, y preferentemente la mezcla de tratamiento no contiene más de 1% en peso de ácido metanosulfónico en base al peso del ácido sulfúrico presente en la mezcla de tratamiento.

50 El valor de pH de la mezcla de tratamiento preferentemente está en un intervalo de 0 a 2,5, más preferentemente de 0,5 a 2,0.

La mezcla de tratamiento de acuerdo con la invención comprende uno o más compuestos de fórmula (I)

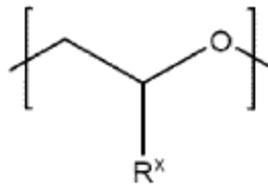


(I)

en el que en la fórmula (I)

R¹ se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y metilo

- 5 R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 9 a 22 átomos de carbono, cada R^x en cualquiera de dichos grupos x (II)



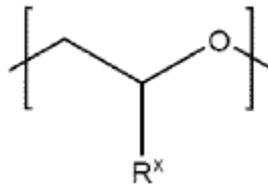
(II)

- 10 Es, de manera independiente del significado de R^x en los otros grupos (II), seleccionado del grupo que consiste en hidrógeno y metilo,

x es un número entero de 3 a 40.

Dichos compuestos de fórmula (I) se pueden obtener por medio de la alcoxilación de un alcohol ramificado o no ramificado que tiene de 9 a 22 átomos de carbono con la cantidad correspondiente de óxido de alquileo seleccionado del grupo de óxido de etileno y óxido de propileno (poliadición de monómeros de óxido de alquileo).

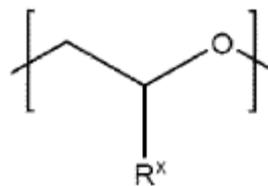
- 15 Dentro de los compuestos de fórmula (I) los grupos (II)



(II)

(en la que R^x es como se definió con anterioridad) se distribuyen ya sea de una manera aleatoria, en forma de gradiente o de bloque.

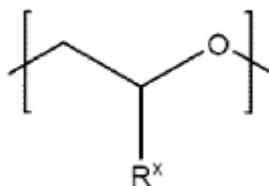
- 20 Los compuestos de fórmula (I) con una distribución de bloque de los grupos (II)



(II)

se pueden obtener por medio de la poliadición por bloques de los monómeros de óxido de alquileo correspondientes.

- 25 Los compuestos de fórmula (I) con distribución aleatoria de los grupos (II)



(II)

- 5 se pueden obtener por medio del suministro de los monómeros de óxido de alquileo correspondientes de manera simultánea al reactor.
- Ciertos compuestos preferidos de fórmula (I) son etoxilatos de alcoholes grasos de alcoholes grasos saturados de 9 a 22 átomos de carbono, preferentemente de 10 a 18 átomos de carbono, lo más preferentemente de 12 a 14 átomos de carbono, en el que en dichos etoxilatos el número de unidades de óxido de etileno es de 3 a 40, preferentemente de 5 a 30, más preferentemente de 7 a 15, en particular preferentemente de 8 a 20.
- 10 Se prefieren los compuestos de fórmula (I) en la que
- R¹ es hidrógeno
- y/o
- cada R^x es hidrógeno y/o
- 15 R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 10 a 18 átomos de carbono
- y/o
- x es un número entero de 5 a 30.
- También se prefieren los compuestos de fórmula (I) en la que R¹ es hidrógeno
- y
- 20 cada R^x es hidrógeno y
- R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 10 a 18 átomos de carbono
- y
- x es un número entero de 5 a 30.
- 25 Más en particular se prefieren los compuestos de fórmula (I) en la que R¹ es hidrógeno
- y
- cada R^x es hidrógeno
- y
- 30 R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y
- x es un número entero de 5 a 30.
- En particular se prefieren los compuestos de fórmula (I) en la que
- (a) R² es un alquilo ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 7 a 25 o
- (b) R² es un alquilo no ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 7 a 25
- 35 En especial se prefieren los compuestos de fórmula (I) en la que
- (a) R² es un alquilo ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 8 a 20 o

(b) R² es un alquilo no ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 8 a 20, preferentemente de 8 a 12.

5 En compuestos preferidos en particular de fórmula (I) R² es un alquilo ramificado que tiene 13 átomos de carbono. Una mezcla de alcohol C13 que es adecuada para la preparación de un compuesto de fórmula (I) de este tipo se puede obtener por el proceso desvelado en la Patente US 6.963.014. Dicho proceso comprende a) la colocación de una corriente de hidrocarburo C4 que contiene buteno y que contiene menos de 5% en peso, con base en la fracción de buteno, de isobuteno en contacto con un catalizador heterogéneo que contiene níquel a temperatura elevada, b) el aislamiento de una fracción de olefina C12 de la mezcla de reacción, c) la hidroformilación de la fracción de olefina por medio de una reacción con monóxido de carbono e hidrógeno en presencia de un catalizador de cobalto y d) la hidrogenación del producto del punto c). Dicha mezcla de alcohol C13 de manera típica tiene un grado de ramificación en el intervalo de 2,2 a 2,5. Con el fin de obtener un compuesto de fórmula (I), dicha mezcla de alcohol C13 se somete a etoxilación.

Debido a su estructura química, los compuestos de fórmula (I) como se definió con anterioridad, en especial los compuestos preferidos definidos con anterioridad de fórmula (I) se comportan como tensioactivos.

15 Preferentemente, los uno o más compuestos de fórmula (I) como se definió con anterioridad son solubles en agua.

Preferentemente, la concentración total de los compuestos de fórmula (I) en dicha mezcla de tratamiento está en el intervalo de 0,05% en peso a 25% en peso, más preferentemente 0,1% en peso a 12% en peso, lo más preferentemente 0,5% en peso a 8% en peso en cada caso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento.

20 A una concentración por debajo de 0,05% en peso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento, la cantidad de compuestos seleccionados del grupo que consiste en los compuestos de fórmula (I) en la mezcla de tratamiento es demasiado baja, de forma que dichos compuestos no tienen ningún efecto significativo sobre el rendimiento de glucosa en la sacarificación posterior, en comparación con la biomasa que contiene celulosa tratada obtenida por medio del procesamiento bajo condiciones idénticas, con la única excepción de que la mezcla de tratamiento no comprende ningún compuesto de fórmula (I). Por razones económicas, la concentración de los compuestos seleccionados del grupo que consiste en compuestos de fórmula (I) preferentemente es de no más de 25% en peso en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento. Además, los compuestos de fórmula (I) se comportan como tensioactivos, y en una alta concentración de tensioactivos se puede formar espuma en la mezcla de tratamiento, que es perjudicial para el procesamiento de la mezcla de tratamiento.

Preferentemente, en la mezcla de tratamiento la cantidad total de biomasa que contiene celulosa, agua, ácido sulfúrico y compuestos de fórmula (I) es de al menos 95% en peso, preferentemente al menos 98% en peso, más preferentemente al menos 99% en peso en base al peso total de la mezcla de tratamiento.

35 Preferentemente, la mezcla de tratamiento usada en el procedimiento de acuerdo con la invención se obtiene por medio de la adición de una solución de tratamiento acuosa que contiene ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I) a dicha biomasa que contiene celulosa.

40 Preferentemente la solución de tratamiento acuosa definida con anterioridad se añade a la biomasa que contiene celulosa en una cantidad tal que se obtiene una mezcla de tratamiento que comprende de 3% en peso a 75% en peso, más preferentemente 8% en peso a 70% en peso, más preferentemente 15% en peso a 60% en peso, lo más preferentemente 25% en peso a 50% en peso, en particular preferentemente 30% en peso a 45% en peso de biomasa que contiene celulosa, en cada caso en base al peso total de dicha mezcla de tratamiento.

45 Preferentemente, la concentración de ácido sulfúrico en dicha solución de tratamiento acuosa está en el intervalo de 0,1% en peso a 5,5% en peso, preferentemente 0,2% en peso a 5,0% en peso, más preferentemente 0,3% en peso a 3,0% en peso, lo más preferentemente 0,4% en peso a 1,5% en peso en cada caso en base al peso total de dicha solución de tratamiento acuosa.

Preferentemente, la concentración total de los compuestos de fórmula (I) en dicha solución de tratamiento acuosa está en el intervalo de 0,01% en peso a 5% en peso, preferentemente 0,05% en peso a 3,0% en peso, más preferentemente 0,1% en peso a 2,0% en peso, lo más preferentemente 0,1% en peso a 1,0% en peso en cada caso en base al peso total de dicha solución de tratamiento acuosa.

50 Más preferentemente, en dicha solución de tratamiento acuosa

- la concentración de ácido sulfúrico está en el intervalo de 0,1% en peso a 5,5% en peso, preferentemente 0,2% en peso a 5,0% en peso, más preferentemente 0,3% en peso a 3,0% en peso, más preferentemente 0,4% en peso a 1,5% en peso y

55 - la concentración total de los compuestos de fórmula (I) en dicha solución de tratamiento acuosa está en el intervalo de 0,01% en peso a 5% en peso, preferentemente 0,05% en peso a 3,0% en peso, más

preferentemente 0,1% en peso a 2,0% en peso, lo más preferentemente 0,1% en peso a 1,0% en peso en cada caso en base al peso total de dicha solución de tratamiento acuosa.

Condiciones de procesamiento

- 5 En el procedimiento de la presente invención, dicha mezcla de tratamiento se somete a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C, en el que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido.
- Cuando la temperatura está por debajo de 100 °C, el rendimiento de glucosa que se puede obtener por medio de la sacarificación de dicha biomasa que contiene celulosa tratada se reduce de manera significativa.
- 10 Cuando la temperatura está por encima de 220 °C, la cantidad de subproductos indeseables resultantes de la descomposición de la celulosa y/o hemicelulosa, como furanos, furfural y hidroximetilfurfural, es demasiado alta. La formación de estos subproductos reduce la cantidad de celulosa disponible para la sacarificación y/o inhibe la actividad de las enzimas necesarias para la sacarificación enzimática.
- 15 En cuanto a la selección de la presión, es importante que la presión sea lo suficientemente alta para evitar la vaporización completa del agua, con el fin de permitir la interacción entre la biomasa que contiene celulosa y el ácido sulfúrico disuelto en el agua. Por otra parte, por razones económicas y técnicas, la presión preferentemente es lo más baja posible.
- 20 Preferentemente, en el procedimiento de acuerdo con la presente invención una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa (en la que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido) se mantiene por una duración de no más de 120 minutos, preferentemente de no más de 60 minutos, más preferentemente de no más de 30 minutos, con especial preferencia de no más de 20 minutos y lo más preferentemente de no más de 10 minutos. A partir de ese entonces, se deja que la mezcla de tratamiento se enfríe y/o se baja la presión.
- 25 Preferentemente, la temperatura está en un intervalo de 110 °C a 180 °C, preferentemente de 120 °C a 175 °C. Preferentemente, la presión está en un intervalo de 100 kPa a 1600 kPa, más preferentemente de 100 kPa a 1300 kPa, más preferentemente de 100 kPa a 1000 kPa. Además, preferentemente, la temperatura está en un intervalo de 110 °C a 180 °C, preferentemente 120 °C a 175 °C, y la presión está en un intervalo de desde 100 kPa a 1600 kPa, preferentemente 100 kPa a 1300 kPa, más preferentemente 100 kPa a 1000 kPa.
- 30 Aquéllos con experiencia son conscientes de la interdependencia entre los parámetros de la concentración del ácido sulfúrico, la temperatura y la duración del tratamiento. Por lo tanto, cuanto menor sea la concentración de ácido sulfúrico, mayor será la temperatura y/o la duración del tratamiento que han de ser seleccionados y viceversa (véase también más arriba). Con base en sus conocimientos, aquéllos con experiencia en la técnica seleccionarán los parámetros en consecuencia, o determinarán la combinación adecuada de dichos parámetros por simple experimentación de rutina.
- 35 Se prefiere en especial un procedimiento de la invención en el que se combinan dos o más, preferentemente todas las características preferidas descritas con anterioridad en relación con las condiciones de procesamiento.
- Se prefiere de manera adicional un procedimiento de la invención en el que se combinan dos o más, preferentemente todas las características preferidas descritas con anterioridad en relación con las condiciones de procesamiento y la composición de la mezcla de tratamiento.
- 40 A este respecto se prefiere en especial un procedimiento de acuerdo con la presente invención que comprende las etapas de
- la preparación de una solución de tratamiento acuosa que contiene 0,4% en peso a 1,5% en peso de ácido sulfúrico y 0,1% en peso a 1% en peso de uno o más compuestos de fórmula (I)
 - la adición de dicha solución de tratamiento acuosa a dicha biomasa que contiene celulosa de forma que se obtenga una mezcla de tratamiento que comprende dicha biomasa que contiene celulosa, agua y ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I), dicha mezcla de tratamiento que comprende 30% en peso a 45% en peso de biomasa que contiene celulosa, en base al peso total de dicha mezcla de tratamiento
 - el sometimiento de dicha mezcla de tratamiento a una temperatura en el intervalo de 120 °C a 175 °C, en el que dicha temperatura se mantiene durante una duración de no más de 40 minutos para generar una biomasa que contiene celulosa tratada.
- 50 En el procedimiento definido con anterioridad, los uno o más compuestos de fórmula (I) se seleccionan preferentemente entre los compuestos preferidos definidos con anterioridad de fórmula (I).

Equipo de procesamiento

Con el fin de permitir un procesamiento eficiente de la biomasa que contiene celulosa de acuerdo con la presente invención, es importante que los constituyentes sólidos de la mezcla de reacción estén en contacto íntimo con la fase líquida de la mezcla de reacción y si está presente el vapor formado por medio de la vaporización parcial del agua de la mezcla. Este contacto íntimo preferentemente existe todo el tiempo que la mezcla de reacción se somete a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa (en el que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido). En consecuencia, para el procedimiento de la presente invención, se puede usar cualquier tipo de reactor que permite el cumplimiento de esta condición.

De manera más específica, se puede usar un reactor giratorio, por ej., en forma de un tambor giratorio. De manera alternativa, se puede usar un reactor que tiene medios para mezclar los reactivos, por ej., un reactor de tanque agitado. Diferentes medios de mezcla son aplicables, por ej., mezclador de amasado, mezclador de paletas, mezclador de cinta.

Otro tipo adecuado de reactor es un reactor de percolación en el que la biomasa que contiene celulosa se mantiene en un lecho fijo, por ej., una columna, un tubo, un tambor o un recipiente, y la solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I) se hace fluir a través del lecho, por ej., un tipo de reactor de lecho percolador que permite el flujo de líquido que implica relativamente pequeño volumen de líquido. Preferentemente, el reactor está diseñado de forma que permita la recirculación de la solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I).

Un tipo adecuado adicional de reactor es un reactor de tipo tornillo. En tal tipo de reactor, se proporciona una mezcla radial de los sólidos (es decir, la biomasa que contiene celulosa) a lo largo de la longitud del eje del reactor, y la solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I) es un flujo ya sea en cocorriente o en contracorriente a los sólidos. Si está presente, el vapor formado por la vaporización parcial del agua de la solución de tratamiento acuosa es un constituyente adicional de dicho flujo cocorriente o contracorriente a los sólidos.

También son posibles combinaciones de los tipos de reactor mencionados con anterioridad.

El procedimiento puede ser operado en un modo de funcionamiento discontinuo, semicontinuo o continuo.

El calentamiento de la mezcla de tratamiento a la temperatura de procesamiento deseada se consigue por medio de calefacción eléctrica, vapor u otros medios adecuados conocidos para aquéllos con experiencia en la técnica.

El reactor puede ser diseñado como un reactor de paso único de forma que para etapas de procesamiento adicionales como la sacarificación la biomasa que contiene celulosa tratada se elimine del reactor y se transfiera a uno o más reactores en los que se llevan a cabo tales etapas de procesamiento adicionales. De manera alternativa, el reactor puede estar diseñado como un reactor de múltiples etapas que permite la posterior sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada sin tomar la biomasa que contiene celulosa tratada fuera del reactor.

Etapas de procesamiento adicionales

Preferentemente, el procedimiento de acuerdo con la presente invención además comprende una etapa seleccionada del grupo que consiste en

- la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que la glucosa y/u otros azúcares se formen y de manera opcional la fermentación y/o el procesamiento químico de la glucosa formada y/u otros azúcares y
- el procesamiento adicional de la biomasa que contiene celulosa tratada para obtener pulpa soluble.

En una primera alternativa preferida, la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada se efectúa por medio de enzimas (sacarificación enzimática, algunas veces también se denomina como paso de hidrólisis enzimática). En la etapa de sacarificación enzimática, se añaden enzimas adecuadas a la biomasa que contiene celulosa tratada para convertir la celulosa contenida en glucosa y/u otros azúcares, por ej., xilosa. Los reactores adecuados, condiciones de procesamiento y enzimas para la sacarificación enzimática son conocidos por aquéllos con experiencia en la técnica. La etapa de sacarificación enzimática por lo general se lleva a cabo en reactores de tanque agitados o fermentadores bajo un pH, una temperatura y condiciones de mezclado controladas. La etapa de sacarificación enzimática puede durar hasta 200 horas. La sacarificación enzimática se lleva a cabo normalmente a temperaturas de aproximadamente 30 °C a aproximadamente 65 °C, en particular alrededor de 50 °C, y a un pH en el intervalo de aproximadamente 4 y aproximadamente 6, en especial alrededor de pH 5,5. Para producir glucosa que puede ser metabolizada por la levadura, la sacarificación enzimática de manera típica se lleva a cabo en presencia de una enzima beta-glucosidasa. Preferentemente, se usa una formulación enzimática que comprende una o más enzimas seleccionadas del grupo que consiste en beta-glucosidasas, exo-celobiohidrolasas, endo y exo-glucanasas, hidrolasas de glucósido y xilanasas. En algunos casos se prefiere usar enzimas que son térmicamente

estables y permitir que la sacarificación enzimática se lleve a cabo a temperaturas de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 80 °C.

5 En una segunda alternativa preferida, la sacarificación se consigue por medio de un procesamiento químico, en especial termoquímico, de la biomasa que contiene celulosa tratada, dicho procesamiento químico no involucra enzimas. De manera más específica, los azúcares fermentables y de lignina se pueden producir a partir de la biomasa que contiene celulosa tratada (que se puede obtener por el procedimiento de la presente invención) por medio del tratamiento con un fluido supercrítico o casi supercrítico o por tratamiento hidrotérmico.

10 Los azúcares obtenidos por la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada pueden servir como materia prima para la obtención de una pluralidad de otros productos, ya sea por medio de la fermentación o por medio de la transformación química de los azúcares obtenidos por la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada.

15 En la etapa de fermentación, la glucosa obtenida por medio de la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada se fermenta a etanol por medio de un organismo de fermentación, tal como levadura. Los reactores adecuados, las condiciones de procesamiento y los organismos de fermentación para la fermentación son conocidos para aquéllos con experiencia en la técnica. Las etapas de sacarificación enzimática y fermentación se llevan a cabo de manera simultánea en un recipiente o en recipientes separados. En la primera alternativa, la fermentación se lleva a cabo de manera simultánea con la sacarificación enzimática en el mismo recipiente bajo pH controlado, la temperatura y las condiciones de mezclado. Los productos típicos de la fermentación de la glucosa incluyen etanol, butanol, ácido láctico, butanodiol, aminoácidos y ácido succínico.

20 La transformación química de los azúcares obtenidos por la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada se refiere a los procesos en los que dichos azúcares se someten a una reacción química que no implica la fermentación para obtener otros productos químicos. Preferentemente, dicha reacción química se lleva a cabo en presencia de uno o más catalizadores que no son enzimas. Los productos típicos que se pueden obtener por medio de la transformación química de la glucosa incluyen alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, hidroximetilfurfural y derivados de los mismos.

25 En un procedimiento preferido de la presente invención, la fase líquida de la mezcla de tratamiento se separa al menos parcialmente de la biomasa que contiene celulosa tratada antes de la sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada, por ej., por medio de la filtración y el lavado posterior de la biomasa que contiene celulosa tratada. La fase líquida de la mezcla de tratamiento consiste en una solución acuosa, que contiene azúcares de hemicelulosa (por ej., xilosa) y otros productos de descomposición solubles en agua formados en la etapa de someter la mezcla de tratamiento a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa. Esta solución acuosa se puede usar como materia prima para otros procesos. Los productos típicos que se pueden obtener por medio de la transformación química de xilosa incluyen alcoholes de azúcar, ácidos de azúcar, furfural y derivados de los mismos.

35 La separación de los constituyentes líquidos de la mezcla de tratamiento de la biomasa que contiene celulosa tratada antes de la sacarificación enzimática tiene la ventaja de que los subproductos como furanos, furfural y hidroximetilfurfural que pueden actuar como inhibidores de la enzima se eliminan de la biomasa que contiene celulosa tratada soluble en agua que se somete a separación enzimática. Una desventaja de este procedimiento específico es que los compuestos de fórmula (I) se pueden extraer de la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que cualquier posible efecto positivo (como se describe con anterioridad) de la presencia de los compuestos de fórmula (I) durante la sacarificación enzimática se puede reducir.

40 En un procedimiento preferido alternativo de acuerdo con la presente invención, las enzimas para la sacarificación se añaden a la mezcla de tratamiento que comprende la biomasa que contiene celulosa tratada sin la eliminación previa de la fase líquida a partir de la biomasa que contiene celulosa tratada, para reducir de ese modo la complejidad del procedimiento de procesamiento general. Además, en este procedimiento, los compuestos de fórmula (I) permanecen en la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que los efectos positivos descritos con anterioridad se pueden obtener tanto como sea posible. Para este procedimiento específico de la presente invención, es en especial importante que la concentración de ácido en la mezcla de tratamiento sea baja y que la etapa de someter la mezcla de tratamiento a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa se lleve a cabo de forma que la cantidad de subproductos tales como furanos, furfural y hidroximetilfurfural que pueden actuar como inhibidores de enzimas sea tan pequeña como sea posible. Si es necesario el ácido en la mezcla de tratamiento se neutraliza para ajustar el pH a un valor adecuado para la sacarificación enzimática.

55 Otro campo de aplicación de la presente invención está relacionado con la producción de pulpa soluble. La pulpa soluble (también llamada celulosa soluble) es una pulpa de madera blanqueada o borra de algodón que tiene un alto contenido de celulosa (> 90%). Tiene un alto nivel de brillo y una distribución de peso molecular uniforme. Esta pulpa se fabrica para usos que requieren una alta pureza química y un contenido particularmente bajo de hemicelulosa, dado que la hemicelulosa puede interferir con los procesos posteriores. La pulpa soluble se llama así debido a que no se hace en el papel, pero se disuelve bien en un disolvente o por derivatización en una solución homogénea, lo

que la hace completamente químicamente accesible y elimina cualquier estructura fibrosa restante. Una vez disuelto, se puede girar en fibras textiles, o se puede hacer reaccionar químicamente para producir celulosas derivatizadas, tales como triacetato de celulosa, un material similar al plástico formado en fibras o películas, o éteres de celulosa tales como metilcelulosa, que se usa como espesante. La pulpa soluble se produce principalmente químicamente a partir de la pulpa de madera por el proceso de sulfito o el proceso artesanal con una etapa de prehidrólisis de ácido para eliminar las hemicelulosas. Como se señaló con anterioridad, en la biomasa que contiene celulosa tratada que se puede obtener por el procedimiento de la presente invención, el contenido de hemicelulosa y/o lignina de manera típica se reduce debido a la descomposición de xilosa. Por lo tanto, la biomasa que contiene celulosa tratada que se puede obtener por el procedimiento de la presente invención es adecuada para un procesamiento adicional para obtener pulpa soluble.

De aquí en adelante, la invención se describe de manera adicional por medio de ejemplos.

Ejemplos

1. Pretratamiento de la biomasa que contiene celulosa:

Un autoclave con un agitador de ancla se llena con una mezcla de tratamiento que consiste en

- una cantidad de paja picada como se especifica en la tabla 1 a continuación,
- y una solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico en la concentración especificada en la Tabla 1 y, de manera opcional, ya sea un compuesto de fórmula (I) (ejemplos 7 a 11) o un aditivo de comparación que no es un compuesto de fórmula (I) (ejemplos 2 a 6) como se especifica en cuanto al tipo y la concentración en la tabla 1.

En la mezcla de tratamiento definida con anterioridad, la fracción en peso de paja picada corresponde al 5% del peso total de la mezcla de tratamiento, y la fracción en peso de la solución de tratamiento acuosa corresponde al 95% del peso total de la mezcla de tratamiento.

De aquí en adelante, los compuestos de fórmula (I) y los aditivos de comparación que no son compuestos de fórmula (I) se denominan comúnmente como aditivos. Para la estructura química de dichos aditivos, véase la tabla 2 a continuación. Todos los aditivos son tensioactivos que están comercialmente disponibles y se usan comúnmente. El ejemplo de comparación 1 se lleva a cabo por el uso de una solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico en la concentración especificada en la Tabla 1 y sin aditivo.

Para la preparación de las soluciones de tratamiento acuosas definidas con anterioridad, una solución acuosa que comprende ácido sulfúrico al 96% en peso se diluye con agua desionizada.

El autoclave se purga tres veces con gas nitrógeno y la mezcla de tratamiento se calienta a la temperatura de destino especificada en la tabla 1 bajo agitación (50 rpm). La presión resultante está en el intervalo de 280 kPa a 340 kPa. Después de alcanzar la temperatura objetivo, la temperatura se mantiene durante el intervalo de tiempo de acuerdo con la tabla 1. A partir de ese entonces el calentamiento se apaga, la mezcla se deja enfriar a temperatura ambiente, y luego el autoclave se descomprime y se vacía. La mezcla obtenida que comprende la biomasa que contiene celulosa tratada se filtra a través de una frita (tamaño de poro 2), y se determina el peso de la fase líquida obtenida como un filtrado, véase la tabla 1. Se determina el peso de la biomasa que contiene celulosa tratada (fase sólida) que se obtiene como residuo de la filtración, véase la tabla 1, y luego una muestra de la biomasa que contiene celulosa tratada obtenida se somete a sacarificación enzimática como se describe a continuación.

2. Sacarificación enzimática de la biomasa que contiene celulosa:

4,50 g de la biomasa que contiene celulosa tratada obtenida como se describe con anterioridad se pesan en un tubo de 50 ml y se llena con agua desionizada que contiene azida de sodio al 0,1% en peso a un volumen de 30 ml. Un valor de pH de 5,5 se ajusta por medio de la adición de 100 mM de tampón de fosfato. Una formulación enzimática que comprende una o más enzimas seleccionadas del grupo que consiste en beta-glucosidasas, exo-celobiohidrolasas, endo y exo-glucanasas, hidrolasas de glucósido y xilanasas se añade en la concentración como se especifica en la tabla 1. La mezcla se incuba en un termomezclador Eppendorf a 350 rpm y 53 °C (50 °C interna). En ciertos intervalos especificados en la Tabla 1, se toman muestras de 1 ml y se diluyen 1:1 con agua. Después de la centrifugación de la muestra, el sobrenadante claro se analiza por medio de HPLC para las concentraciones de glucosa y xilosa.

Los "rendimientos" como se indica en la Tabla 1 son ya sea los rendimientos absolutos indicados en unidades arbitrarias o los rendimientos absolutos normalizados. Por lo tanto, los rendimientos en la tabla 1 no se basan en un rendimiento teórico. Los rendimientos de glucosa obtenidos después de 24 horas y 48 horas de sacarificación enzimática se extrapolan a la cantidad de pretratamiento de biomasa y se normalizan con respecto al rendimiento después de 24 horas de sacarificación enzimática de acuerdo con el ejemplo Núm. 1 (que contiene celulosa tratada por el uso de una solución de tratamiento acuosa que comprende ácido sulfúrico y sin aditivos).

5 El pretratamiento y sacarificación enzimática de los ejemplos 1 a 11 se llevó a cabo en las mismas condiciones con la excepción del tipo de aditivo en la mezcla de tratamiento. De manera sorprendente, se ha encontrado que la presencia de un compuesto de fórmula (I) en la mezcla de tratamiento da como resultado un mayor rendimiento de la glucosa después de 24 y 48 horas de sacarificación enzimática (ejemplos 7 a 11), en comparación con el ejemplo 1, en el que no hay aditivo presente en la mezcla de tratamiento. Por otro lado, la presencia de un aditivo de comparación (ejemplos 2 a 6) en la mezcla de tratamiento en lugar de un compuesto de fórmula (I) da como resultado un aumento significativamente menor del rendimiento de la glucosa después de 24 horas (ejemplos 4 y 5) y 48 horas (ejemplos 3 a 5) de sacarificación enzimática o incluso en una disminución del rendimiento de la glucosa después de 24 horas (ejemplos 2, 3 y 6) y 48 horas (ejemplos 2 y 6) de sacarificación enzimática. Este hallazgo indica una fuerte influencia de la estructura química, así como también el tamaño de la molécula de tales aditivos. Además, los resultados muestran que no todos los tipos de tensioactivos tienen un efecto ventajoso sobre el rendimiento de la glucosa. De manera más específica algunos tipos de tensioactivos incluso tienen un efecto perjudicial.

15 Se hace notar que en los ejemplos descritos con anterioridad la concentración de la biomasa que contiene celulosa en base al peso total de la mezcla de tratamiento está más bien cerca del límite inferior del intervalo preferido definido con anterioridad de 3% en peso a 75% en peso. Sin embargo, es una práctica común en el campo técnico de la presente invención que el efecto de un aditivo con respecto a la biomasa se estudie inicialmente en presencia de una baja concentración de biomasa. Con base en los resultados obtenidos de los ejemplos descritos en la presente memoria, aquéllos con experiencia en base a su conocimiento serán capaces de escalar rutinariamente el procedimiento de la presente invención a concentraciones más elevadas de biomasa que contiene celulosa.

20

Tabla 1

Ejemplo Núm.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Pretratamiento de paja picada para obtener biomasa que contiene celulosa tratada											
Masa de paja picada/g	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5	7,5
Conc. de ácido sulfúrico /% en peso de solución de tratamiento acuoso	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35
Tipo de aditivo y conc. /% en peso de solución de tratamiento acuoso	/	0,25% de Aditivo 1	0,25% de Aditivo 2	0,25% de Aditivo 3	0,25% de Aditivo 4	0,25% de Aditivo 5	0,25% de Aditivo 6	0,25% de Aditivo 7	0,25% de Aditivo 8	0,25% de Aditivo 9	0,25% de Aditivo 10
Temperatura /°C	155	155	155	155	155	155	155	155	155	155	155
Tiempo de retención a temperatura diana / min	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Fase líquida (filtrado)/g	115,9	115	118,4	117	117,2	116,8	113,2	119,5	119,6	120,8	118,7
Fase sólida (residuo de filtración) /ç	25,3	27,2	24,1	26,3	26,8	27,5	30	24	26	21,9	27,1
Sacarificación enzimática											
Biomasa que contiene celulosa tratada usada /g	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5	4,5
Dosificación de enzima /mg de Proteína por g de biomasa que contiene celulosa tratada seca	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Concentración de glucosa después de 24 hs/mg/ml	7,7	5,93	7,82	7,86	8,37	3,92	9,83	14,15	12,26	15,9	9,04
Concentración de glucosa después de 48 hs/mg/ml	8,48	7,06	9,18	9,71	9,97	4,25	11,24	15,45	13,92	17,49	11,38
Cálculos											
Factor de biomasa que contiene celulosa tratada/usada en la sacarificación	5,62	6,04	5,36	5,84	5,96	6,11	6,67	5,33	5,78	4,87	6,02

(continuado)

Rendimiento extrapolado de glucosa a partir de biomasa que contiene celulosa tratada /absoluta											
Glucosa después de 24 hs de sacarificación enzimática /mg/m	43,27	35,86	41,89	45,96	49,85	23,94	65,56	75,47	70,86	77,38	54,43
Glucosa después de 48 hs de sacarificación enzimática /mg/m	47,7	42,66	49,17	56,74	59,38	25,97	74,92	82,41	80,4	85,11	68,55
Norma: Glucosa después de 24 hs de sacarificación enzimática (pretratamiento sin aditivo)	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27	43,27
Rendimiento de glucosa a partir de biomasa que contiene celulosa tratada / normalizado											
Glucosa después de 24 hs de sacarificación enzimática	1	0,83	0,97	1,06	1,15	0,55	1,52	1,74	1,64	1,79	1,26
Glucosa después de 48 hs de sacarificación enzimática	1,1	0,99	1,14	1,31	1,37	0,6	1,73	1,9	1,86	1,97	1,58

Tabla 2

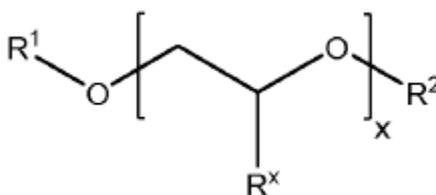
Nombre del aditivo	Compuesto de fórmula (I)	Estructura química
Aditivo 1	no	Carboximetilcelulosa que tiene 0,5 unidades carboxi por unidad de celulosa
Aditivo 2	no	Alquilpoliglucósido basado en alcoholes grasos C ₈ -C ₁₄ de origen de planta natural
Aditivo 3	no	Etoxilato de hexilo con aproximadamente 4 unidades de óxido de etileno
Aditivo 4	no	Etoxilato de fenilo con aproximadamente 15 unidades de óxido de etileno
Aditivo 5	no	Sulfonato de alquilbenceno C10-C13 lineal de sodio
Aditivo 6	sí	Etoxilato de alquilo C10 ramificado con aproximadamente 10 unidades de óxido de etileno
Aditivo 7	sí	Mezcla de etoxilatos de alquilo C12-C14 con un promedio de 9,5 unidades de óxido de etileno
Aditivo 8	sí	Etoxilato de alquilo C13 ramificado con aproximadamente 10 unidades de óxido de etileno
Aditivo 9	sí	Etoxilato de alquilo C13 ramificado con aproximadamente 20 unidades de óxido de etileno
Aditivo 10	sí	Etoxilato de alquilo C13 ramificado con aproximadamente 3 unidades de óxido de etileno

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa, que comprende la etapa de someter una mezcla de tratamiento que comprende dicha biomasa que contiene celulosa, agua y ácido sulfúrico a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 a 4000 kPa en el que la presión se selecciona de forma que, al menos una parte del agua esté en estado líquido para generar una biomasa que contiene celulosa tratada,

5

en el que dicha mezcla de tratamiento además comprende uno o más compuestos de fórmula (I)



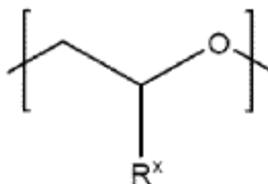
(I)

10

en el que en la fórmula (I)

R¹ se selecciona del grupo que consiste en hidrógeno y metilo

R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 9 a 22 átomos de carbono, cada R^x en cualquiera de dichos grupos x (II)



(II)

15

es, de manera independiente del significado de R^x en los otros grupos (II), seleccionado del grupo que consiste en hidrógeno y metilo,

x es un número entero de 3 a 40,

y que además comprende una etapa de sacarificación de la biomasa que contiene celulosa tratada de forma que se formen glucosa y/u otros azúcares.

20

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la concentración de ácido sulfúrico en la mezcla de tratamiento está en el intervalo de 0,1% en peso a 25% en peso, en base al peso total de la biomasa que contiene celulosa presente en la mezcla de tratamiento.

3. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que

25

en dicha mezcla de tratamiento la cantidad de ácido metanosulfónico es de menos de 100% en peso, en base al peso del ácido sulfúrico presente en la mezcla de tratamiento.

4. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que en uno o más de dichos compuestos de fórmula (I)

R¹ es hidrógeno

30

y

cada R^x es hidrógeno

y

R² se selecciona del grupo que consiste en alquilo ramificado y no ramificado que tiene de 10 a 18 átomos de carbono

35

y

x es un número entero de 5 a 30.

- 5
5. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que en uno o más de dichos compuestos de fórmula (I)
- (a) R² es un alquilo ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 7 a 25
- o
- (b) R² es un alquilo no ramificado que tiene de 12 a 14 átomos de carbono y x es un número entero de 7 a 25.
- 10
6. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que dicha biomasa que contiene celulosa se selecciona del grupo que consiste en biomasa vegetal, residuos agrícolas, residuos forestales, residuos del procesamiento de azúcar, residuos de papel y mezclas de los mismos.
- 15
7. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que la temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 kPa a 4000 kPa en el que la presión se selecciona de forma que al menos una parte del agua esté en estado líquido y se mantenga por una duración de no más de 120 minutos.
8. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que la temperatura está en un intervalo de 110 °C a 180 °C.
9. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que la presión está en un intervalo de 100 kPa a 1600 kPa.
- 20
10. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que dicha mezcla de tratamiento comprende de 3% en peso a 75% en peso, en base al peso total de dicha mezcla de tratamiento.
- 25
11. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que dicha mezcla de tratamiento se obtiene por medio de la adición de una solución de tratamiento acuosa que contiene ácido sulfúrico y uno o más compuestos de fórmula (I) a dicha biomasa que contiene celulosa.
12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que en dicha solución de tratamiento acuosa la concentración de ácido sulfúrico está en el intervalo de 0,1% en peso a 5,5% en peso,
- y/o
- la concentración total de los compuestos de fórmula (I) está en el intervalo de 0,01% en peso a 5% en peso,
- 30
- en cada caso en base al peso total de dicha solución de tratamiento acuosa.
13. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en el que en la mezcla de tratamiento la cantidad total de biomasa que contiene celulosa, agua, ácido sulfúrico y compuestos de fórmula (I) es de al menos 95% en peso, en base al peso total de la mezcla de tratamiento.
- 35
14. Procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, que además comprende una etapa seleccionada del grupo que consiste en
- la fermentación y/o el procesamiento químico de la glucosa formada y/u otros azúcares y
 - el procesamiento adicional de la biomasa que contiene celulosa tratada para obtener pulpa soluble.
- 40
15. El uso de un compuesto de fórmula (I) como se define en cualquiera de las reivindicaciones 1, 4 y 5 para el procesamiento de biomasa que contiene celulosa, en el que el procesamiento de la biomasa que contiene celulosa comprende la etapa de someter una mezcla de tratamiento que comprende dicha biomasa que contiene celulosa, agua y ácido sulfúrico a una temperatura en el intervalo de 100 °C a 220 °C a una presión en el intervalo de 100 a 4000 kPa en el que la presión se selecciona de forma que, al menos, una parte del agua esté en estado líquido para generar una biomasa que contiene celulosa tratada, en el que dicha mezcla de tratamiento además comprende uno o más compuestos de fórmula (I).