

REPUBLICA DE COLOMBIA



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-135299- -00000-0000

Fecha: 2013-06-04 16:31:59 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29

PATENTE DE INVENCION

EXPEDIENTE No. _____

Contiene los documentos relativos a la solicitud de Patente de:

Título: FRACCIONAMIENTO DE BAGAZO PARA LA PRODUCCIÓN QUÍMICA DE ETANOL

Solicitante: GREENFIELD ETHANOL INC

De: TORONTO, ONTARIO, CANADA

Apoderado: MAURICIO JARAMILLO C.

Bogotá, D.C., Junio de 2013

WF-5708

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL -PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I		☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II	
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)				
Solicitud Internacional No.		PCT/CA2011/050689		Fecha	04.11.2011
Publicación Internacional No.		WO2012058776		Fecha	10.05.2012
3	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)				
FRACCIONAMIENTO DE BAGAZO PARA LA PRODUCCIÓN QUÍMICA DE ETANOL					
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP)				
C08H 8/00 (2010.01), C12P 19/00 (2006.01), C12P 7/10 (2006.01)					
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria				
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE		IDENTIFICACIÓN	TIPO
GREENFIELD ETHANOL INC.					
6	DATOS DEL SOLICITANTE				
DIRECCIÓN		20 Toronto Street, Suite 1400, Toronto, Ontario M5C 2B8.		No. TELÉFONO	
CIUDAD		Toronto		CORREO ELECTRÓNICO	
DEPARTAMENTO/ESTADO		Ontario		NACIONALIDAD O	
PAÍS DE RESIDENCIA		Canada		LUGAR DE CONSTITUCIÓN Canada	
7	INVENTOR (ES) Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria				
APELLIDOS		NOMBRES		NACIONALIDAD	
1. DOTTORI.		Frank, A		Canada	
2. BENSON		Robert, Ashley, Cooper		Canada	
3. BENECH		Régis-Olivier		Canada	
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:					
8	DATOS INVENTOR (ES)				
PAÍS RESIDENCIA		DEPARTAMENTO/ESTADO		CIUDAD	DIRECCIÓN
1.Canada		Québec		Temiscaming	70 Thorne Avenue, Box 1173, Temiscaming,Québec J0Z 3R0.
2.Canada		Ontario		North Bay	6 Merlin Avenue, North Bay, Ontario P1A 3Y1.
3.Canada		Ontario		Chatham	7685 Riverview Line, Chatham, Ontario N7M 5J5.
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)					
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.					
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL X APODERADO				
APELLIDOS		NOMBRES		IDENTIFICACIÓN	
JARAMILLO CAMPUZANO		MAURICIO		C.C.80.421.942 T.P.74.555	
DIRECCIÓN		Calle 67 NO. 7 – 35, oficina 1204		No. TELÉFONO 3192900	
CIUDAD		Bogotá D.C.		CORREO ELECTRÓNICO jbenoit@gpzlegal.com	
PAÍS		Colombia		No. RADICACIÓN DE PROTOCOLO DE PODER GENERAL	

10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD X SI ☐ NO			
(33) PAÍS DE ORIGEN		CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO	(32) FECHA (AAAA/MM/DD)
1.Estados Unidos		US	61/410,701	2010/11/05
2.				
3.				
11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS			
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.</i>				
☐ SI ☐ NO				
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.				
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES			
<i>Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.</i>				
☐ SI ☐ NO				
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.				
13	REDUCCIÓN DE TASAS			
<i>Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.</i>				
☐ SI ☐ NO				
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.				
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐				
Universidades públicas o privadas ☐				
Entidades sin ánimo de lucro ☐				
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos				
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA X SI ☐ NO			
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.				
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	N°	Fecha	
16	FIRMA DEL SOLICITANTE, DEL APODERADO O DEL REPRESENTANTE LEGAL			
<i>Junto a cada firma, indicar el nombre del firmante y su calidad (si tal calidad no es obvia al leer el petitorio)</i>				
17	ANEXOS			
Documentación Técnica		Documentación Jurídica		
Solicitud Internacional en castellano				
1. X Descripción N° de folios: 17		9. ☐ Poderes, si fuera el caso.		
2. X Reivindicaciones N° Reivindicaciones: 15		10. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.		
3. X Dibujos y/o figuras N° folios: 3		11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.		
4. X Resumen.		12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.		
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.		13. Reducción de tasas		
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.		Micro, pequeñas o medianas empresas		
7. ☐ Arte final 12 x 12.		☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.		
8. ☐ Anexo formato digital.		☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.		
		Universidades públicas o privadas		
		☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación		
		Entidades sin ánimo de lucro		
		☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.		
		☐ Hoja de información complementaria.		
		☐ Otros, especificar		
		14. X Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.		
		15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.		
		16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.		
		17. X Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.		

(21) No. de solicitud:	C08H 8/00 (2010.01), C12P 19/00 (2006.01), C12P 7/10 (2006.01)
(22) Fecha de solicitud: 04/06/2013	(71) Solicitante(s): GREENFIELD ETHANOL INC.
(30) Prioridad:	(72) Inventor(es): DOTTORI, Frank, A.
(31) No. Prioridad: 61/410,701	BENSON, Robert, Ashley, Cooper.
(32) Fecha: 05.11.2010	BENECH, Régis-Olivier.
(33) País: Estados Unidos	(74) Apoderado(s): MAURICIO JARAMILLO C.
(54) Título: FRACCIONAMIENTO DE BAGAZO PARA LA PRODUCCIÓN QUÍMICA DE ETANOL CELULÓSICO	
Las casillas identificadas con 85, 86 y 87 sólo aplican para PCT	
(85) Fecha límite inicio Fase Nacional: 05/06/2013	
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT	(87) Publicación internacional
Fecha: 05.11.2010	Fecha: 10.05.2012
No. de solicitud PCT: PCT/CA2011/050689	No. Publicación: WO/2012/058776

Resumen reivindicación (es): Se define un proceso para el pre-tratamiento continuo y fraccionamiento de bagazo para producir una corriente de solidos de celulosa concentrada que es sensible a la hidrólisis enzimática. Compuestos químicos valiosos son recuperados mediante fraccionamiento de la corriente de líquido y vapor compuesto de productos de hidrólisis de degradación de la hemicelulosa. La glucosa celulósica-derivada es producida para fermentación a biocombustibles. Un concentrado de hemicelulosa es recuperado que puede ser convertido a productos de valor agregado incluyendo etanol.

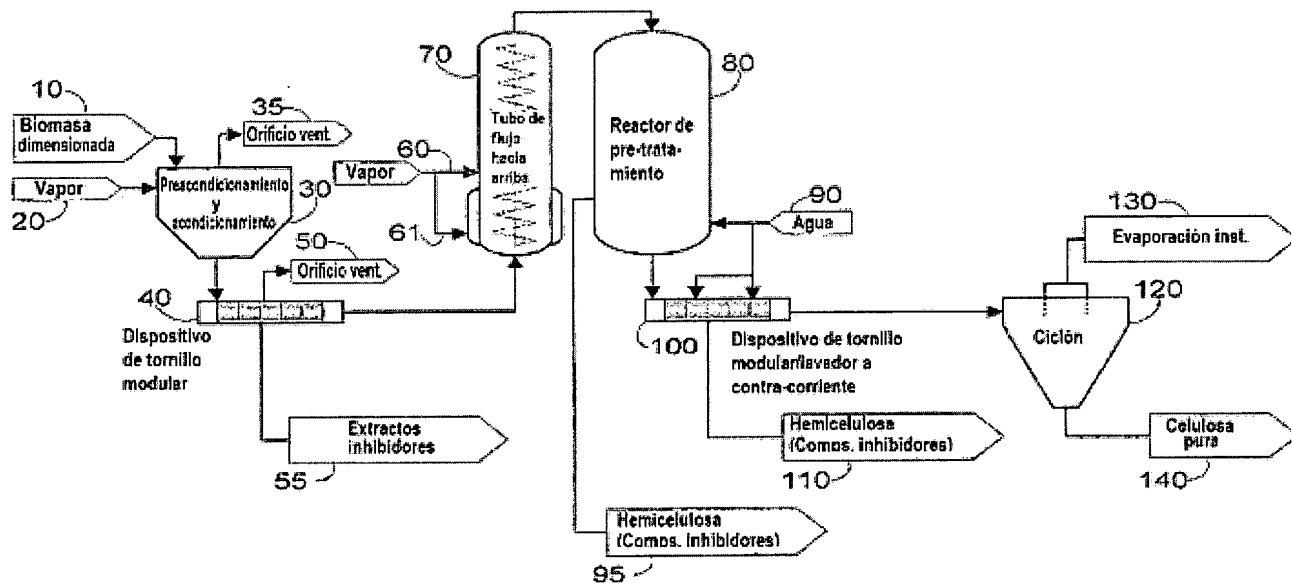


Fig 1

FRACCIONAMIENTO DE BAGAZO PARA LA PRODUCCIÓN QUÍMICA DE ETANOL

CELULÓSICO

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención es concerniente en general con la producción de etanol a partir de biomasa lignocelulósica y en particular con un proceso para extraer celulosa y hemicelulosa de bagazo de caña de azúcar.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Las preocupaciones con respecto a los altos precios del petróleo, seguridad de suministro y calentamiento global han elevado la demanda por energía renovable. La energía renovable es energía producida de biomasa de vara de planta. Aplicaciones de energía renovable tales como etanol combustible son vistas como una contribución valiosa a la reducción del consumo de combustible fósil. Las políticas públicas han apoyado la creación de una industria de etanol de combustible basada extensamente en el uso de maíz como materia prima. La producción de etanol combustible ayuda a estabilizar el ingreso de la granja y reduce los subsidios de la granja. Sin embargo, a medida que la demanda se incrementa por el etanol combustible, materias primas adicionales tales como biomasa lignocelulósica están bajo consideración (1-3).

El etanol combustible es creado por la fermentación de azúcares derivados de almidón. El etanol es destilado y deshidratado para crear un sustituto de gasolina libre de agua de alto octanaje. El etanol de combustible es combinado con gasolina para producir un combustible híbrido que tiene ventajas ambientales cuando se compara con gasolina sola y puede ser usado en vehículos energizados por gasolina manufacturados desde de la década de 1980. La mayoría de los vehículos energizados por gasolina pueden funcionar en una combinación que consiste de gasolina y hasta 10% de etanol, conocida como "E-10" (4-10).

En tanto que el maíz es la materia prima principal para producir etanol en Norteamérica, la materia prima de etanol dominante en regiones más calientes es la caña de azúcar. Ya es evidente que el uso a gran escala de etanol por combustible requerirá nuevas tecnologías que permitirán que la industria expanda sus opciones de materia prima para incluir celulosa (4-10).

El etanol celulósico es manufacturado a partir de biomasa lignocelulósica. La biomasa lignocelulósica puede ser agrupada en cuatro categorías principales: (1) residuos de madera (incluyendo aserrín y desechos de fábrica de papel), (2) desperdicio de papel municipal, (3)

desperdicios agrícolas (incluyendo rastrojo de maíz, mazorcas de maíz y bagazo de caña de azúcar) y (4) cosecha de energía dedicadas que están en su mayoría compuestas de céspedes de madera altos que crecen rápido, tales como césped switch y Miscanthus (8-11).

La biomasa lignocelulósica está compuesta de tres polímeros principales que componen las paredes celulares de la planta: Celulosa, hemicelulosa y lignina. La celulosa es un polímero de D-glucosa. La hemicelulosa contiene dos polímeros diferentes, esto es, xilano, un polímero de xilosa y glucomanana, un polímero de glucosa y manosa. La lignina es un polímero de guayacilpropano y unidades de siringuilpropano (12-14).

Las fibras de celulosa están bloqueadas a una estructura rígida de hemicelulosa y lignina. La lignina y hemicelulosas forman complejos enlazados químicamente que enlazan la hemicelulosa solubles en agua a un arreglo tridimensional, cementado conjuntamente mediante lignina. La lignina cubre las fibrillas de celulosa y las protege de la degradación enzimática y química. Estos polímeros proveen paredes celulares de la planta con fuerza y resistencia a la degradación, que hace a la biomasa lignocelulósica un desafío para usar como sustrato para la producción de biocombustible. La variación en el contenido u organización de estos polímeros afecta significativamente las etapas globales de la producción de etanol celulósico (12-14).

La celulosa o β -1-4-glutana es un polímero de polisacárido lineal de glucosa compuestos de unidades de celobiosa (12-13). Las cadenas de celulosa están empacadas por enlaces de hidrogeno en miofibrillas (14). Estas fibrillas son anexadas entre sí mediante hemicelulosa, polímeros amorfos de diferentes azúcares y cubiertos por lignina.

La hemicelulosa es una barrera física que rodea las fibras de celulosa y protege la celulosa contra la degradación. Hay evidencia de que la hemicelulosa, que contiene polímeros de xilosa (xilano), limita la actividad de enzimas celulolíticas, disminuyendo mediante esto la velocidad de conversión de glucosa. (11-14). Así, para la producción de azúcares fermentables y etanol, es deseable presentar a la hidrólisis enzimática una celulosa altamente reactiva de bajo contenido de xilano.

La lignina es una molécula muy compleja construida de unidades de fenil propano enlazadas en una estructura tridimensional que es particularmente difícil de biodegradar. La lignina es el componente más recalcitrante de la pared celular de la planta. Hay enlaces químicos entre polímeros de lignina, hemicelulosa y celulosa. Hay evidencia de que mientras más alta es la proporción de lignina, más alta es la resistencia a la hidrólisis química y biológica. La lignina y

algunos derivados de lignina solubles inhiben los procesos de hidrólisis enzimática y fermentación (14-15). Así, es deseable usar una materia prima lignocelulósica que se sea baja en lignina.

El contenido de lignina del bagazo es variable y varía de bajo (10%) a alto (25% en peso en una base de materia seca) el bajo contenido de lignina de algunos residuos de bagazo hacen a este producto de desperdicio una materia prima de biomasa buena para la producción de etanol mientras que el bagazo de alto contenido de lignina es más apropiado para aplicaciones de co-
generación, en las cuales el bagazo es usado como fuente de combustible para proveer tanto energía térmica usada en la fábrica y electricidad, que es comúnmente vendida a la red de energía del consumidor.

El trabajo publicado en cuanto a los varios procesos para la producción de azúcares fermentables a partir de biomasa celulósica muestra la existencia de una relación inversa entre el contenido de lignina y la eficiencia de hidrólisis enzimática de polímeros a base de azúcar (16). Las microfibrillas lignocelulósicas son asociadas en forma de macrofibrilas. Esta estructura complicada y la presencia de lignina provee paredes celulares de planta con fuerza y resistencia a la degradación, que también hace estos materiales un desafío para usar como sustratos para la producción de biocombustible y bioproductos. Así, el pre-tratamiento es necesario para producir celulosa altamente reactiva que reacciona bien con catalizadores tales como enzimas (17).

La celulosa purificada y xilo-oligosacáridos libres de lignina son valiosos para muchos propósitos. Específicamente, la celulosa reactiva extraída de biomasa con bajo contenido de lignina puede ser fácilmente hidrolizado a monómeros de azúcar fermentables y luego fermentados a etanol y otros biocombustibles. Los xilo-oligosacáridos libres de lignina extraídos de la fracción de hemicelulosa son valiosos y pueden ser usados fácilmente en la preparación de sustancias prebióticas para aplicaciones de alimentos y farmacéutica.

El mejor método y condiciones de pre-tratamiento variaran y dependerán extensamente en el tipo de material de partida lignocelulósico usado (18-19). La configuración de pre-tratamiento y condiciones de operación deben ser ajustadas con respecto al contenido u organización de polímeros lignocelulósicos en el material de partida para obtener optima conversión de celulosa a azúcares fermentable (11). La proporción de celulosa a lignina es el factor principal. Otros parámetros para considerar son el contenido de hemicelulosa, grado de acetilación de hemicelulosa, área superficial accesible a celulosa, grado de polimerización y cristalinidad (11).

Un pre-tratamiento efectivo debe cumplir con los siguientes requerimientos: (a) producción

de fibra celulósica reactiva para ataque enzimático, (b) evasión de destrucción de celulosa y hemicelulosa y (c) evasión de la formación de posibles inhibidores para enzimas hidrolíticas y microorganismos de fermentación (17-20).

Varios métodos han sido investigados para el pre-tratamiento de materiales lignocelulósicos para producir celulosa reactiva. Estos métodos son clasificados en pre-tratamientos físicos, pre-tratamientos biológicos y pre-tratamientos físico químicos (21-22).

El arte previo enseña que los pre-tratamientos físicos y biológicos no son apropiados para aplicaciones industriales. Los métodos físicos, tales como molienda, irradiación y extrusión son altamente demandantes de energía y producen celulosa de bajo grado. También, las velocidades de los tratamientos conocidos son muy bajas (11, 23-25).

Los pre-tratamientos que combinan tanto procesos químicos como físicos son denominados como procesos fisicoquímicos (26). Estos métodos están entre los más efectivos e incluyen los procesos más promisorios para procesos industriales. La hidrólisis de hemicelulosa es casi completa. A medida que el área superficial de celulosa se incrementa, se presenta una disminución en el grado de polimerización y cristalinidad de celulosa. Estos cambios incrementan extensamente la reactividad de celulosa global. Las velocidades de tratamiento son usualmente rápidas (16-26). Estos métodos de pre-tratamiento usualmente emplean técnicas hidrolíticas utilizando ácidos (hidrólisis de hemicelulosa) y álcalis para la remoción de lignina (27-39).

El proceso de explosión de vapor está bien documentado. Procesos por lotes y continuos han sido probados en laboratorio y a escala piloto por varios grupos de investigación y compañías (40-44). En el pre-tratamiento de explosión de vapor, la biomasa es tratada a alta presión y a altas temperaturas bajo condiciones acidas, esto es 160°C a 260°C por 1 minuto a 20 minutos, a valores de pH < pH 4.0 (21, 17-23). La presión de la biomasa pre-tratada es reducida repentinamente, lo que hace que los materiales sufran una descompresión explosiva que conduce a la desfibrilación de las fibras lignocelulósicas (45-47).

El pre-tratamiento de explosión de vapor no es muy efectivo para disolver lignina, pero somete a disrupción la estructura de lignina e incrementa la susceptibilidad de la celulosa a la hidrólisis enzimática. El pre-tratamiento de explosión de vapor en general da como resultado un rendimiento de celulosa extenso y a una cierta extensión, a la degradación de xilosa y glucosa (40-44).

El pre-tratamiento de explosión de vapor ha sido aplicado exitosamente a un amplio

intervalo de biomasa lignocelulósicas. El ácido acético, ácido sulfúrico o dióxido de azufre son los catalizadores más comúnmente usados (40-44). Los pre-tratamientos de explosión de vapor catalizados por ácido diluido o dióxido de azufre se refieren al uso de ácido sulfúrico diluido al 0.1-1.0% o dióxido de azufre al 0.5-4.0% (45-47).

5 En los procesos de pre-tratamiento catalizados por ácido los catalizadores deben ser reciclados o la corriente pre-hidrolizada obtenida debe ser diluida con el fin de reducir las concentraciones de compuestos tóxicos e inhibidores a un nivel aceptable con respecto a enzimas celulolíticas y organismos de fermentación. Como resultado, grandes cantidades de agua son requeridas antes de la etapa de hidrólisis enzimática. Esto da como resultado no solamente costo
10 de equipo de capital incrementado (tanque) sino también un costo de operación incrementado al limitar el título de etanol final debido al factor de dilución aplicado a la corriente de masa pre-hidrolizada, que luego incrementa espectacularmente los requerimientos de energía y costo de destilación (11-20, 45-47).

 En el proceso de auto hidrólisis, no se requiere ácido agregado para llegar a valores de pH
15 menores de 4.0. El ácido acético es liberado durante el rompimiento de la hemicelulosa acetilada resultante del vapor de alta presión aplicado a la biomasa durante la etapa de cocción. El grado de acetilación de hemicelulosa es variable entre diferentes fuentes de biomasa (11, 41, 48). El contenido de hemicelulosa del bagazo es alto. Mucho de la hemicelulosa está acetilada, lo que significa que el rompimiento y la solubilización de la hemicelulosa que ocurre durante el pre-
20 tratamiento conduce a la formación de ácido acético.

 La presencia de ácido acético reduce la necesidad de catalizadores ácidos, que es benéfico al proceso de pre-tratamiento y procesamiento corriente abajo resultante. Sin embargo, el ácido acético es un inhibidor poderoso tanto de la hidrólisis como el proceso de fermentación de glucosa. El ácido acético permanece en la biomasa pre-tratada y se transporta a la hidrólisis y
25 etapas de fermentación. Se desea un proceso que incluya una etapa de pre-tratamiento llevada a cabo a valores de pH <4.0 para maximizar la solubilización de hemicelulosa. Sin embargo, después del pre-tratamiento con vapor, el ácido acético y productos de degradación de pre-tratamiento deben ser removidos para mejorar la capacidad de digestión de la celulosa en la etapa de hidrólisis enzimática y para permitir una conversión más rápida y completa de glucosa y etanol en la etapa
30 de fermentación.

 El pre-tratamiento de biomasa lignocelulósica es proyectado de tal manera que sea la

única etapa de procesamiento más cara, representando alrededor del 20% del costo total. La intensidad de capital del pre-tratamiento de biomasa lignocelulósica es un problema (49). Así, se desea un proceso para el fraccionamiento eficiente de biomasa lignocelulósica en múltiples corrientes que (i) contengan compuestos de valor agregado y (ii) puedan mejorar significativamente la economía global de una instalación de producción de biocombustible.

La importancia comercial creciente de los xilo-oligosacáridos, oligómeros de azúcar no digeribles compuesto de unidades de xilosa, está basado en sus propiedades de salud benéficas; particularmente la actividad prebiótica y los hace buenos candidatos como bioproductos de alto valor agregado. Mezclas de xilo-oligosacárido de la auto-hidrólisis de varios residuos agrícolas exhiben un mayor potencial prebiótico similar a los productos de xilo-oligosacáridos disponibles comercialmente (50-52).

Como es evidente de la discusión anterior de los procedimientos conocidos, la mejora del rendimiento de etanol global y la reducción del uso de enzimas o tiempo de hidrólisis están en general enlazados a costos de operación incrementados. Los costos incrementados pueden superar el valor del rendimiento del valor de etanol incrementado, volviendo a los métodos existentes económicamente inaceptables.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

Es ahora un objeto de la presente invención proveer un proceso que supere por lo menos una de las desventajas anteriores.

En comparación con otra biomasa tales como mazorcas, el contenido más bajo de grupos acetilo en el bagazo, acoplado con un contenido de lignina más alto, hace al bagazo más difícil de pre-tratar. Por ejemplo, las mazorcas comúnmente tienen grupos acetilo en una concentración de alrededor de 4.6-5.5% en base de materia seca. Las mazorcas tienen comúnmente un contenido de lignina en el intervalo de 4 a 7% en base de materia seca. Este es contenido de lignina más bajo que aquel del bagazo. Debido a la concentración de grupos acetilo y lignina, la auto hidrólisis puede ser obtenida en mazorcas sin la adición de ácido.

En contraste con las mazorcas, la concentración de grupos acetilo en el bagazo esta comúnmente en un intervalo de alrededor de 3.2-3.5% en una base de materia seca. Comúnmente, el bagazo tiene un contenido de lignina de entre 17 y 20%, que es de hasta 5 veces la cantidad de lignina encontrada en las mazorcas. Puesto que el bagazo tiene un contenido bajo

de grupos acetilo y un contenido más alto de lignina que aquel de las mazorcas, los procesos convencionales para tratar el bagazo requieren el uso de ácido mineral agregado para ayudar con la hidrólisis. Sin embargo, la adición de ácido mineral es desventajosa ya que la cataliza la concentración de lignina que hace a la celulosa menos accesible a la hidrólisis enzimática.

5 Los inventores han ahora encontrado sorprendentemente que el uso de ácido mineral puede ser evitado completamente durante el pre-tratamiento del bagazo al seleccionar cuidadosamente las condiciones de tratamiento que dan como resultado el pre-tratamiento de auto-hidrólisis. Esto fue sorprendente e inesperado en vista del contenido relativamente más bajo de grupos acetilo y el contenido más alto de lignina en el bagazo. En particular, los inventores
10 descubrieron sorprendentemente que al controlar las condiciones de temperatura presión y tiempo de tratamiento un pre-tratamiento eficiente de biomasa de bagazo puede ser obtenido sin la necesidad de adición de ácido. Los inventores han descubierto adicionalmente que la cantidad de ácido acético en el pre-hidrolizado obtenido puede ser reducida al controlar estrechamente las condiciones de tratamiento durante la etapa de pre-tratamiento. En particular, los inventores han
15 encontrado inesperadamente condiciones de temperatura, presión y tiempo de tratamiento a los cuales ácido acético suficiente es producido para pre-tratar la biomasa de bagazo mediante el tratamiento de auto hidrólisis, mientras que al mismo tiempo limita el contenido de ácido acético en el pre-hidrolizado a un nivel que no provoca ningún retardo significativo en el proceso de fermentación corriente abajo.

20 Los inventores también han descubierto que las actividades celulósicas de las enzimas celulolíticas son inhibidas específicamente por las formas solubles de hemicelulosa, esto es xilo-oligosacáridos solubles y xilosa. Los productos de descomposición de hemicelulosa liberados durante el pre-tratamiento de bagazo que permanece en la biomasa pre-tratada y transportados a las etapas de hidrólisis y fermentación, pueden afectar negativamente la conversión enzimática de
25 celulosa a glucosa.

Así, se describe un nuevo proceso para el pre-tratamiento de explosión de vapor continuo de bagazo de caña de azúcar en donde ningún ácido mineral es agregado y la cantidad de ácido acético liberado en la etapa de pre-tratamiento es controlada para maximizar la eficiencia de la etapa de exposición al vapor.

30 Un tiempo de residencia suficiente es provisto para asegurar rendimiento/hidrólisis apropiado de la hemicelulosa y activación de la fracción de celulosa.

Las fibras de bagazo tratados por explosión al vapor son extraídas bajo presión antes de salir del reactor de pre-tratamiento. Se usa agua mínima como eluyente para remover la hemicelulosa sobre el agua y productos de degradación de celulosa tales como xilosa, xilo-oligosacáridos, furanos, ácidos grasos, esteroides, éster, éteres y ácido acético.

5 Los inventores han descubierto que la remoción completa de los compuestos inhibidores no es requerido ni deseable para la obtención del proceso de pre-tratamiento más económicamente viable. Los inventores han identificado un intervalo estrecho de condiciones de extracción para la remoción de compuestos inhibidores en los cuales la hemicelulosa y productos de hidrólisis y degradación de hemicelulosa y otros inhibidores están todavía presentes, pero
10 reducidos a un nivel en donde tienen un efecto inhibitor mucho muy reducido sobre las enzimas. Además, el fraccionamiento de la biomasa todavía provee una cantidad económica de hemicelulosa valiosa. La extracción es obtenida con un volumen más bajo de eluyente y nivel de dilución haciendo al proceso mucho más efectivo en el costo. En efecto, el costo de extracción es significativamente menor que el valor del rendimiento de etanol incrementado, dosificaciones de
15 enzima más bajas y los tiempos de procesamiento reducidos obtenidos. Cuando son combinados con la temperatura de tratamiento ideal, tiempo y purga de impureza, se obtiene un proceso económico para convertir bagazo a azúcar fermentable.

Un elemento importante adicional del nuevo proceso es la extracción continua de una purga de líquido del proceso de pre tratamiento. Esta purga incrementa la hemicelulosa recuperada
20 al minimizar la formación de furfural de azúcares monoméricos liberados durante el pre-tratamiento. La purga de líquidos del sistema de pre-tratamiento es combinada con la hemicelulosa extraída. Extracción se refiere en general a un proceso de una sola etapa o múltiples etapas para remover porciones líquidas de las fibra con o sin adición o utilización de un eluyente (la etapa de dilución). Comúnmente, la extracción es mejorada mediante el uso de un dispositivo de compresión
25 mecánico tal como un dispositivo de tornillo modular. El eluyente puede ser reciclado para incrementar la economía de su uso o ser usado por ejemplo en el proceso conocido de lavado a contra corriente como ejemplo. Los componentes licuados en la lignomasa celulósica tratada con vapor y los componentes disueltos son subsecuentemente removidos de los sólidos fibrosos. En general, esto remueve la mayoría de los componentes disueltos, el agua de lavado, que consiste
30 principalmente de productos de hidrólisis y degradación de hemicelulosa que son inhibidores a las etapas de hidrólisis y fermentación corriente abajo.

El sistema de extracción en general usa un dispositivo que emplea prensado mecánico u otros medios para separar los sólidos de líquido o aire de sólidos. Esto se puede llevar a cabo bajo presión como se describe anteriormente y/o bajo presión atmosférica llevada a cabo con varios tipos diferentes de máquinas que varían y el detalle de las cuales no es esencial para esta invención.

La corriente de extracto que contiene la corriente de xilo-oligosacárido es combinada con la purga de líquido del sistema de pre-tratamiento. La corriente combinada es recolectada y concentrada a la sequedad deseada para aplicaciones adicionales. Una etapa de refinación final es requerida para producir xilo-oligosacáridos con un grado de pureza apropiada para aplicaciones farmacéuticas, alimentación y aplicaciones agrícolas. La evaporación al vacío puede ser aplicada con el fin de incrementar la concentración y simultáneamente remover componentes volátiles tales como ácido acético y sabores o sus precursores. La extracción de solventes, absorción y precipitación de intercambio iónico han sido propuestas por aquellos experimentados en el arte.

Un equilibrio es preferiblemente mantenido entre la remoción de componentes solubles en agua (fracción de xilo-oligosacárido) y la necesidad de minimizar la cantidad de agua de lavado/eluyente agregada. Es deseable minimizar el uso de agua, ya que la fracción de xilo-oligosacárido debe ser concentrada para su uso eventual, lo que requiere equipo y energía, ambos de los cuales deben ser minimizados.

Además, la economía de producción de etanol demanda la maximización del valor en todas las corrientes de productos secundarios del proceso. Como un ejemplo, el ácido acético puede ser recuperado como venta como un químico industrial. También, los xilo-oligosacáridos (oligómeros de azúcar no digeribles compuestos de unidades de xilosa) tienen propiedades de salud benéficas; particularmente su actividad prebiótica. Esto los hace buenos candidatos como bioproductos de alto valor agregado.

En el nuevo proceso, la celulosa activada presurizada es vaporizada instantáneamente a un ciclo al liberar rápidamente la presión para asegurar una descompresión explosiva del bagazo pre-tratado a sólidos fibrosos y vapores. Esto abre las fibras para incrementar el acceso para las enzimas. La celulosa purificada con un bajo nivel de hemicelulosa residual puede ser enviada a las etapas de hidrólisis y fermentación.

En un aspecto, la invención provee un proceso continuo para fraccionamiento de biomasa de bagazo de caña de azúcar que comprende las etapas de: (a) someter la biomasa de bagazo a

tratamiento de auto-hidrólisis sin la adición de ácido al exponer la biomasa de bagazo a vapor a una temperatura preseleccionada de entre 170 y 220°C y una presión de reacción preseleccionada de entre 7 Kg/cm² (100 libras/pulgada cuadrada manométricas) y 22.6 Kg/cm² (322 libras/pulgada cuadrada manométricas) por un tiempo de exposición preseleccionado de entre 5 y 90 minutos, para remover una cantidad deseada de una fracción de hemicelulosa de la biomasa de bagazo y activar una fracción de celulosa de la biomasa de bagazo para obtener una biomasa de bagazo pre-hidrolizada y durante la etapa de exposición a la temperatura y presión de reacción preseleccionadas: (i) purgar continuamente el condensado del líquido y vapor formados para remover y recolectar una primera corriente de líquido que incluye componentes soluble en agua y una primera corriente de vapor que incluye compuestos químicos volátiles, (b) extraer selectivamente a la presión de reacción pre-seleccionada de la biomasa de bagazo pre-hidrolizada que contiene componentes de hidrólisis y degradación de hemicelulosa, (c) liberar rápidamente la presión de reacción pre-seleccionada después de la etapa de extracción para la descompresión explosiva del bagazo pre-hidrolizado a sólidos celulósicos pre-tratados, vapor y condensado y (d) recolectar el vapor y condensado de la descompresión explosiva para la separación y recuperación de productos secundarios.

Preferiblemente, la biomasa de bagazo tiene un contenido de humedad del 50% a 60% y es pre-calentada a una temperatura de alrededor de 100°C por un mínimo de alrededor de 10 minutos antes del pre-tratamiento.

Más preferiblemente, el contenido de humedad es de 60%.

Un elemento adicional de este nuevo proceso es la remoción de compuestos tóxicos antes del pre-tratamiento mediante la adición de una etapa de compresión mecánica antes del pre-tratamiento que mejora la fermentación al remover extractivos encontrados en la biomasa. Preferiblemente, el bagazo pre-calentado es comprimido de la presión atmosférica a una presión seleccionada requerida para el pre-tratamiento mientras que remueve una corriente de extractivos.

Preferiblemente, el líquido de la corriente de purga de pre-tratamiento es combinado con el líquido extraído de la biomasa de bagazo pre-hidrolizada.

Preferiblemente, el tiempo de exposición preseleccionado y temperatura pre-seleccionada son seleccionados para obtener un índice de severidad de 3.88 a 4.11. Más preferiblemente, el índice de severidad es de 4.0. Preferiblemente, la temperatura pre-seleccionada es de entre 190 y 210°C, la presión pre-seleccionada es de entre 11.6 Kg/cm² (165 libras/pulgada cuadrada

manométricas) y 18.3 Kg/cm² (260 libras/pulgada cuadrada manométricas) y tiempo de exposición pre-seleccionado es de entre 7 y 10 minutos. Mas preferiblemente la temperatura pre-seleccionada es de alrededor de 205°C, la presión preseleccionada es de alrededor de 16.5 Kg/cm² (235 libras/pulgada manométricas) y el tiempo de exposición preseleccionado es de alrededor de 8 minutos.

Preferiblemente, la biomasa de bagazo es lavada y subsecuentemente separada de la hemicelulosa disuelta y xilo-oligosacáridos libre de lignina y compuestos químicos inhibidores restantes antes de la descompresión explosiva.

Preferiblemente, la biomasa de bagazo es lavada bajo una presión de vapor que varía de 7 Kg/cm² (100 libras/pulgada cuadrada manométricas) a 20.4 Kg/cm² (290 libras/pulgada cuadrada manométricas) antes de la etapa de descompresión explosiva. Preferiblemente, los sólidos fibrosos pre tratados son lavados con agua.

Preferiblemente, los sólidos fibrosos lavados son separados del agua de lavado mediante un proceso de separación seleccionado del grupo que consiste de compresión, filtración, centrifugación y combinaciones de los mismos. Preferiblemente, el lavado es lavado a contra corriente. El agua de lavado es preferiblemente agua de lavado reciclada.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Otros objetos y ventajas de la invención se harán evidentes en la lectura de la descripción detallada y al referirse en las figuras en las cuales:

La Figura 1 muestra un diagrama de proceso de la unidad de pre-tratamiento continua propuesta en el ejemplo.

La Figura 2 muestra el porcentaje de recuperación total de celulosa y hemicelulosa producida en el fraccionamiento de bagazo.

La Figura 3 ilustra la susceptibilidad de la celulosa pre-tratada del bagazo a la hidrólisis enzimática (conversión de celulosa a glucosa) y capacidad de fermentación de celulosa hidrolizada (conversión de glucosa a etanol).

La Tabla 1 muestra los tiempos de conversión de celulosa a glucosa de hidrolizado de bagazo de consistencia del 12% a varios niveles de digestión versus índice de severidad para la biomasa de bagazo.

La hidrólisis fue llevada a cabo a 50°C, pH 5.0 y 0.4% de carga de enzima.

El pre-tratamiento de bagazo se llevó a cabo a escala piloto (500 kg por día). La hidrólisis de 250 litros de pre-hidrolizado de bagazo se llevó a cabo a 12% de consistencia, 50°C, pH 5.0 y 0.4% de carga de enzima. La fermentación del hidrolizado de bagazo se llevó a cabo a 33°C, pH 5.3 utilizando una levadura de fermentación grado C6 industrial.

5 El ajuste del pH de la hidrólisis y fermentación se llevó a cabo utilizando amoníaco líquido (30%). Los círculos grises indican concentración de glucosa. Los cuadros negros indican la concentración de etanol.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS MODALIDADES PREFERIDAS

10 Antes de explicar la presente invención en detalle, se comprenderá que la invención no está limitada a las modalidades preferidas contenidas en la presente. La invención es apta de otras modalidades y de ser llevada a la práctica o llevada a cabo en una variedad de maneras. Se comprenderá que la fraseología y terminología empleadas en la presente son por el propósito de descripción y no de limitación.

15 Las abreviaturas usadas en las figuras tienen el siguiente significado

°C, temperatura en grados Celsius

ms, milisegundos

DM, materia seca

SI, índice de severidad

20 Pre-tratamiento de bagazo de caña de azúcar

Esta invención es un nuevo proceso para el fraccionamiento de biomasa lignocelulósica de bagazo en dos componentes principales específicamente una fibra de mazorca rica en celulosa y una solución rica en xilo-oligosacáridos. El componente rico en celulosa es valioso para muchos propósitos. Específicamente, puede ser hidrolizado más fácilmente a glucosa que a su vez puede

25 ser fermentada más fácilmente a etanol u otros biocombustibles que en los procesos previos.

Un aspecto preferido de la invención es un proceso continuo para el tratamiento de bagazo que genera un pre-hidrolizado de celulosa altamente reactivo con un contenido reducido de compuestos que tienen un efecto inhibitor sobre la hidrólisis de celulosa y fermentación de glucosa.

30 Otro aspecto preferido de la invención es un proceso para el pre-tratamiento de bagazo, para generar una solución libre de lignina de xilo-oligosacáridos con una proporción de xilo-

oligosacárido a ácido acético y componentes volátiles de degradación de hemicelulosa mayor de 4.

El proceso preferido de la invención incluye las etapas de pre-vaporización de las fibras de bagazo previamente molidas para agregar humedad y remover aire. Esto es seguido por una etapa de compresión presurizada que remueve una cierta cantidad de extractivos tóxicos. Enseguida, la biomasa comprimida pre-al vapor es pre-tratada a 170°C a 220°C a una presión de 7 Kg/cm² (100 libras/pulgada cuadrada) a 22.6 Kg/cm² (322 libras/pulgada cuadrada manométricas) por 5 a 90 minutos sin el uso de catalizadores ácidos minerales. El pre-tratamiento incluye preferiblemente la purga continua de compuestos volátiles y compuestos líquidos. La etapa de exposición preferiblemente trata con vapor la biomasa a una temperatura y tiempo de retención para un índice de severidad de 3.8 SI a 4.1, el índice de severidad es calculado de acuerdo con la ecuación:

Indice de severidad = $\text{Log} \times \text{Exp} \{ \text{temperatura } ^\circ\text{C} - 100 / 14.75 \} \times \text{tiempo de retención (min)}.$

La etapa de exposición más preferiblemente tiene un índice de severidad de 4.0.

La exposición de bagazo a un índice de severidad de 4.0 conduce a un pH final de 3.5 a 4.0.

El proceso también incluye extracción de las fibras tratadas con vapor sin/con adición de eluyente bajo presión para remover los productos de hemicelulosa, ácidos y hemicelulosa y productos de degradación de celulosa solubles en agua. Como una opción, estos inhibidores pueden ser extraídos después del pre-tratamiento o ambos durante y después. La extracción de la biomasa soluble de la fibra preferiblemente da como resultado 4% a 10% de azúcares a base de xilosa que consisten de monómeros y oligosacáridos restantes en las fibras de pre-hidrólisis.

El extracto rico en hemicelulosa es combinado con la purga líquida del pre-tratamiento que contiene una cantidad adicional de hemicelulosa extraída bajo presión.

Las fibras extraídas, también denominadas como pre-hidrolizado, son separadas de los productos de reacción gaseosos en un separador de ciclón, recolectadas en el fondo del separador, luego sometidas a esfuerzo cortante y diluidas a la consistencia deseada y consistentemente transportados a la etapa de hidrólisis enzimática.

El pre-hidrolizado es diluido con agua a 10-30% de consistencia y luego se hace reaccionar con enzimas de celulasa para producir glucosa. La solución rica en glucosa es fácilmente utilizada en la etapa de fermentación subsecuente en donde un organismo convierte la glucosa a etanol.

EJEMPLO

En el siguiente ejemplo, los números de referencia se refieren a los elementos del sistema de pre-tratamiento y corrientes de proceso como se muestra en la Figura 1.

El pre-tratamiento de explosión de vapor continuo del bagazo se lleva a cabo en un sistema de pre-tratamiento de explosión de pistola de vapor continuo (Figura 1).

5 Fibras de bagazo al 50% al 70% de humedad (10) son recibidas y alimentadas a través de una tolva en forma de V y barrena de tornillo (no mostrada) utilizando una velocidad de alimentación de 40 kg de fibras de bagazo por hora en una base de materia seca.

10 Las fibras de bagazo son precalentadas con vapor vivo (20) a presión atmosférica, en una bandeja de retención o recipiente de pre-calentamiento y acondicionamiento (30) a una temperatura de 95°C-100°C por alrededor de 10-60 minutos. el contenido de humedad es ajustado a 75-80%. El aire y vapor son ventilados a través de un orificio de ventilación de aire (35) del recipiente de pre-calentamiento y acondicionamiento (30).

15 Las fibras de bagazo precalentadas son comprimidas en un primer dispositivo de tornillo modular (40) para remover el aire (50) a través de un orificio de ventilación de aire y extractos inhibidores (55). Las fibras de bagazo son luego alimentadas a un tubo de flujo hacia arriba presurizado (70).

20 El vapor saturado presurizado a temperatura de 205°C es inyectado corriente arriba de y/o al tubo de flujo hacia arriba (70) mediante inyección directa (60) y/o inyección directa de vapor (61) en una sección de encamisado del tubo de flujo hacia arriba hasta que se alcanza la presión de cocción deseada.

 Las fibras de bagazo se hacen mover a través del tubo de flujo hacia arriba con la ayuda de un transportador/mezclador de tornillo (3 minutos) y son descargadas al reactor de pre-tratamiento (80).

25 Las fibras de bagazo son descargadas continuamente del reactor de pre-tratamiento a un segundo dispositivo de tornillo modular presurizado (100) después de un tiempo de residencia de 5 minutos a 205°C en el reactor de pre-tratamiento (80).

 Durante el tiempo de residencia, el condensado y líquidos de reacción cocción recolectados en el fondo del reactor de pre-tratamiento son purgados a través de la válvula de control de descarga de purga (95).

30 Las fibras de bagazo pre-tratadas son lavadas con agua bajo presión de pre-tratamiento. Se agrega agua caliente (90) para diluir el bagazo pre-tratado a medida que las fibras son

descargadas del reactor de pre-tratamiento. Agua caliente adicional es también agregada a lo largo del dispositivo de prensado (100) para alcanzar una proporción de alrededor de 6:1 del agua de lavado a bagazo y obtener una mayor extracción de hemicelulosa. La solución de hemicelulosa extraída (110) es recolectada, combinada con la corriente de hemicelulosa de la purga líquida y concentrada a la sequedad deseada para aplicaciones adicionales.

Las fibras de bagazo lavadas presurizadas son sometidas a evaporación instantánea a un ciclo (120). Los sólidos, esto es, celulosa purificada recolectada en el fondo del separador de ciclo son sometidos a procesamiento adicional, esto es, sometidos a esfuerzo cortante y luego diluidos con agua dulce a la consistencia deseada para hidrólisis y fermentación.

Los componentes gaseosos son recolectados, condensados (130) y alimentado al tanque del condensado. Cualesquier emisiones gaseosas de los ciclones de vapor, el separador del ciclo y otras partes del montaje son recolectadas y tratadas en una unidad de control ambiental (no mostrada). Los gases limpios son expulsados a la atmósfera de la unidad de control ambiental.

La selección de óptimos de pre-tratamiento de bagazo se lleva a cabo a escala piloto utilizando 0.4% de carga de una mezcla comercial de celulosa y enzimas de hemicelulosa en una base de materia seca.

El pre-tratamiento de fibras de bagazo llevado a cabo con un índice de severidad de 4.0 SI conduce a la producción de los pre-hidrolizados de bagazo más digeribles. La severidad de 4.0 conduce a los tiempos más cortos para alcanzar el 50% a 90% de la conversión de celulosa a glucosa teórica máxima (véase, tabla 1).

La celulosa extraída del pre-tratamiento a escala piloto continuo fue altamente susceptible a hidrólisis enzimática. El 80% de la conversión de celulosa a glucosa teórica máxima fue obtenida en 111 horas utilizando 3% de carga del producto de enzima comercial (Tabla 1).

La extracción de celulosa del bagazo se llevó a cabo a escala piloto con un porcentaje de recuperación del 98% (Figura 2). El contenido de compuestos inhibidores en la celulosa extraída fue menor de 1% (peso/peso DM) ácido acético y no se detectaron furanos antes o enseguida de la hidrólisis enzimática y fermentación.

El 63% de la hemicelulosa entrante fue recuperado en forma soluble en la solución de xilo-oligosacáridos libres de lignina que consiste de una combinación de una purga de la etapa de pre-tratamiento y la corriente rica en hemicelulosa de la etapa de extracción (Figura 2). El 85% de los azúcares de hemicelulosa fueron recuperados en forma oligomérica.

Muestras del bagazo pre-tratado continuamente fueron hidrolizadas y fermentadas en una prueba de hidrólisis y fermentación por lotes de alimentación de 250 litros (Figura 3). Los resultados estuvieron de acuerdo con los resultados a escala de laboratorio (Tabla 1). Se alcanzó una concentración de 54 g/litro de glucosa cuando se obtuvo el 80% de la conversión de celulosa a glucosa teórica máxima, esto es, 110 horas de hidrólisis de suspensión al 3% de consistencia, utilizando solamente 0.3% de DM del producto celulasa comercial.

La capacidad de fermentación de la celulosa hidrolizada fue alta. Se alcanzó una concentración de 2.6% (peso/volumen) de alcohol en 20 horas (Figura 3). Esto es equivalente a un rendimiento de conversión de glucosa a etanol al 95%.

Muestras de biomasa fueron analizados en cada etapa del proceso utilizando los siguientes métodos analíticos:

Materia seca se llevó a cabo al incubar muestras sólidas (1 g a 2 g) y líquidas (5 g a 10 g) a 130°C por un periodo de 16 horas a 24 horas.

Análisis de HPLC: Cuantificación de productos solubles en muestra líquidas y suspensión se llevó a cabo mediante el análisis de cromatografía líquida de alto desempeño (HPLC). El sistema de HPLC usado fue uno de la serie AGILENT 1200 equipado con una columna de intercambio catiónico HPX 87H de BioRad un detector de índice de refracción y una bomba isocrática. Las muestras, esto es líquido, pasta aguada y sólidos en suspensión fueron centrifugados, filtrados y diluidos utilizando ácido sulfúrico 0.2 N también usado como eluyente.

Las moléculas objetivo fueron monómeros de azúcar tales como glucosa y xilosa también como etanol, compuestos tóxicos tales como diferentes ácidos carboxílicos, es decir ácido acético, ácido succínico y ácido láctico y productos de degradación de carbohidratos tales como HMF y furfural. La concentración de productos secundarios de fermentación tal como glicerol es también medida.

El análisis elemental y análisis de química húmeda de muestras (lignina, proteína, grasa, ceniza, carbohidratos y fibras) se llevó a cabo por un laboratorio externo (DairyOne). Testigos internos, esto es, muestras con composición conocida y muestras por duplicado están incluidas en el conjunto de muestras enviadas para el análisis.

El análisis de composición de carbohidratos de las muestras se llevó a cabo utilizando un método de TAPPI modificado T249 y una GC 789A de Agilent equipada con una columna DB225 de Agilent. Brevemente, el método es modificado comenzando con la etapa de alquilación. En

En lugar de usar hidróxido de bario (tal como se requiere por el método de TAPPI), se usa hidróxido de amonio. La etapa de acetilación es alterada al usar un catalizador (1-metil imidazol) y un volumen más grande anhídrido acético que el que es requerido por el método T249 de TAPPI.

5

10

Tabla 1

Tiempo de Conversión (horas)	Índice de severidad (SI)	3.35*	3.55**	3.64	3.79	3.85	3.99	4.08	4.29	4.56
	Temperatura (°C)	190	190	200	205	200	205	215	215	215
	Tiempo (min)	5	8	5	5	8	8	5	8	15

15

Conversión (%)	50	>200	>200	56	35	30	25	32	38	48
	60	>200	>200	110	62	52	44	55	58	61
	70	>200	>200	>200	118	84	66	88	84	90
	80	>200	>200	>200	>200	178	111	126	140	157
	90	>200	>200	>200	>200	>200	200	>200	>200	>200

20

*El 20% de conversión se alcanzó en 100 horas

**El 30% de conversión fue alcanzado en 100 horas.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso continuo para el fraccionamiento de biomasa de bagazo de caña de azúcar, caracterizado porque comprende las etapas de:

a) someter la biomasa a tratamiento de auto-hidrólisis sin la adición de ácido para obtener una biomasa de bagazo pre-hidrolizada que expone la biomasa al vapor en un recipiente de reacción a una temperatura preseleccionada de entre 170°C y 120°C y una presión de reacción preseleccionada de entre 7 Kg/cm² (100 libras/pulgada cuadrada manométricas) y 22.6 Kg/cm² (322 libras/pulgada cuadrada manométricas), por un tiempo de exposición preseleccionado de entre 5 y 90 minutos para remover una cantidad deseada de una fracción de hemicelulosa de la biomasa de bagazo y activar una fracción de celulosa de la biomasa de bagazo y someter la biomasa al tratamiento de auto-hidrólisis sin la adición de ácido para obtener una biomasa de bagazo pre-hidrolizada durante la etapa de exposición a la temperatura preseleccionada y la presión de reacción preseleccionada, purgando continuamente el condensado de líquido y vapor formado durante la etapa de exposición para remover y recolectar una primera corriente de líquido que contiene compuestos solubles en agua y una primera corriente de vapor que contiene compuestos químicos volátiles;

b) extraer selectivamente a la presión de reacción seleccionada de la biomasa de bagazo pre-hidrolizada una segunda corriente de líquido que contiene componentes de hidrólisis y de degradación de hemicelulosa como una corriente de degradación de hemicelulosa;

c) liberar rápidamente la presión de reacción preseleccionada después de la etapa de extracción para la descompresión explosiva del bagazo pre-hidrolizado a los sólidos fibrosos pretratados, al vapor y condensado y

d) recolectar el vapor y condensado de la descompresión explosiva para la separación y recuperación de productos secundarios.

2. El proceso de la reivindicación 1, caracterizado porque la biomasa de bagazo es ajustada a un contenido de humedad del 50% a 70% y es precalentada a una temperatura de alrededor de 100°C por un mínimo de alrededor de 10 minutos antes del pre-tratamiento.

3. El proceso de la reivindicación 2, caracterizado porque el contenido de humedad es del 80%.

4. El proceso de la reivindicación 2, caracterizado porque la biomasa de bagazo precalentada es comprimida antes de la etapa de exposición a la presión seleccionada requerida para

la etapa de exposición para remover una tercera corriente de líquido que contiene extractivos.

5. El proceso de la reivindicación 1, caracterizado porque la primera corriente de líquido de la purga de pre-tratamiento es combinada con la segunda corriente de líquido extraída de la biomasa de bagazo pre-hidrolizada.

5 6. El proceso de la reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo de exposición pre-seleccionado y la temperatura pre-seleccionada son seleccionados para obtener un índice de severidad de 3.88 a 4.11.

7. El proceso de la reivindicación 6, caracterizado porque el índice de severidad es de 4.0.

8. El proceso de la reivindicación 1, caracterizado porque la temperatura pre-seleccionada
10 es de entre 190 y 210°C, la presión pre-seleccionada es de entre 11.6 Kg/cm² (165 libras/pulgada cuadrada manométricas) y 18.3 Kg/cm² (260 libras/pulgada cuadrada manométricas) y el tiempo de exposición seleccionado es de entre 7 y 10 minutos.

9. El proceso de la reivindicación 8, caracterizado porque la temperatura pre-seleccionada es de alrededor de 205°C, la presión pre-seleccionada es de alrededor de 16.5 Kg/cm² (235
15 libras/pulgada cuadrada manométricas) y el tiempo de exposición pre-seleccionado es de alrededor de 8 minutos.

10. El proceso de la reivindicación 8, caracterizado porque la biomasa de bagazo es lavada y subsecuentemente separada de la hemicelulosa y xilo-oligosacáridos libres de lignina disueltos y compuestos químicos inhibidores restantes antes de la descompresión explosiva.

20 11. El proceso de la reivindicación 10, caracterizado porque la biomasa de bagazo es lavada bajo una presión de vapor que varía de 7 Kg/cm² (100 libras/pulgada cuadrada manométricas) a 20.4 Kg/cm² (290 libras/pulgada cuadrada manométricas) antes de la descompresión explosiva.

25 12. El proceso de la reivindicación 8, caracterizado porque los sólidos fibrosos pre-tratados son lavado con agua.

13. El proceso de la reivindicación 12, caracterizado porque los sólidos fibrosos lavados son separados del agua de lavado mediante un proceso de separación seleccionado del grupo que consiste de compresión, filtración, centrifugación y combinaciones de los mismos.

30 14. El proceso de la reivindicación 13, caracterizado porque el lavado es lavado a contra corriente.

15. El proceso de la reivindicación 12, caracterizado porque el agua de lavado es agua de

lavado reciclada.

RESUMEN DE LA INVENCIÓN

Se define un proceso para el pre-tratamiento continuo y fraccionamiento de bagazo para producir una corriente de sólidos de celulosa concentrada que es sensible a la hidrólisis enzimática. Compuestos químicos valiosos son recuperados mediante fraccionamiento de la corriente de líquido y vapor compuesto de productos de hidrólisis de degradación de la hemicelulosa. La glucosa celulósica-derivada es producida para fermentación a biocombustibles. Un concentrado de hemicelulosa es recuperado que puede ser convertido a productos de valor agregado incluyendo etanol.

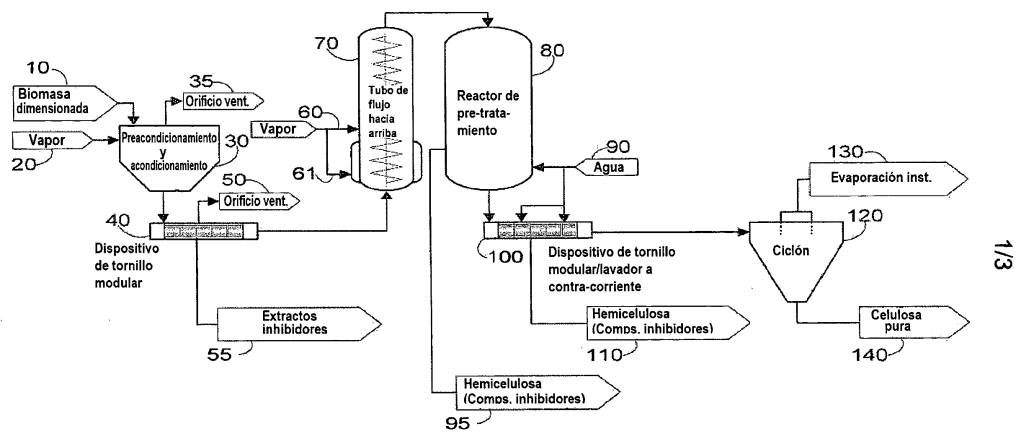


Fig 1

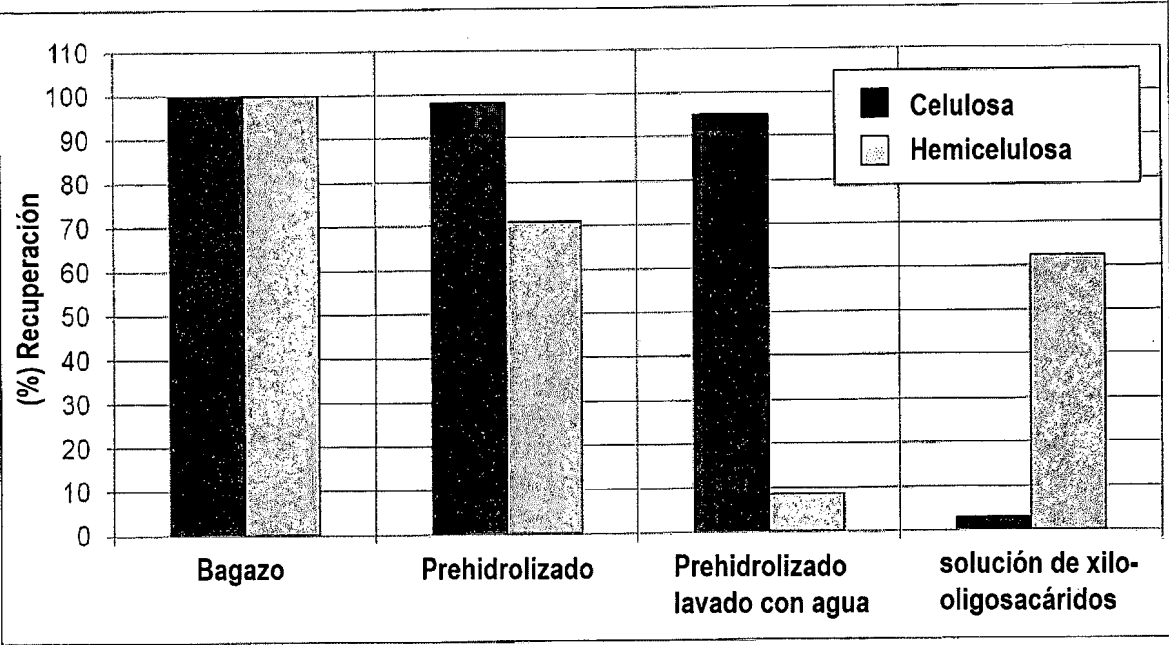


Fig 2

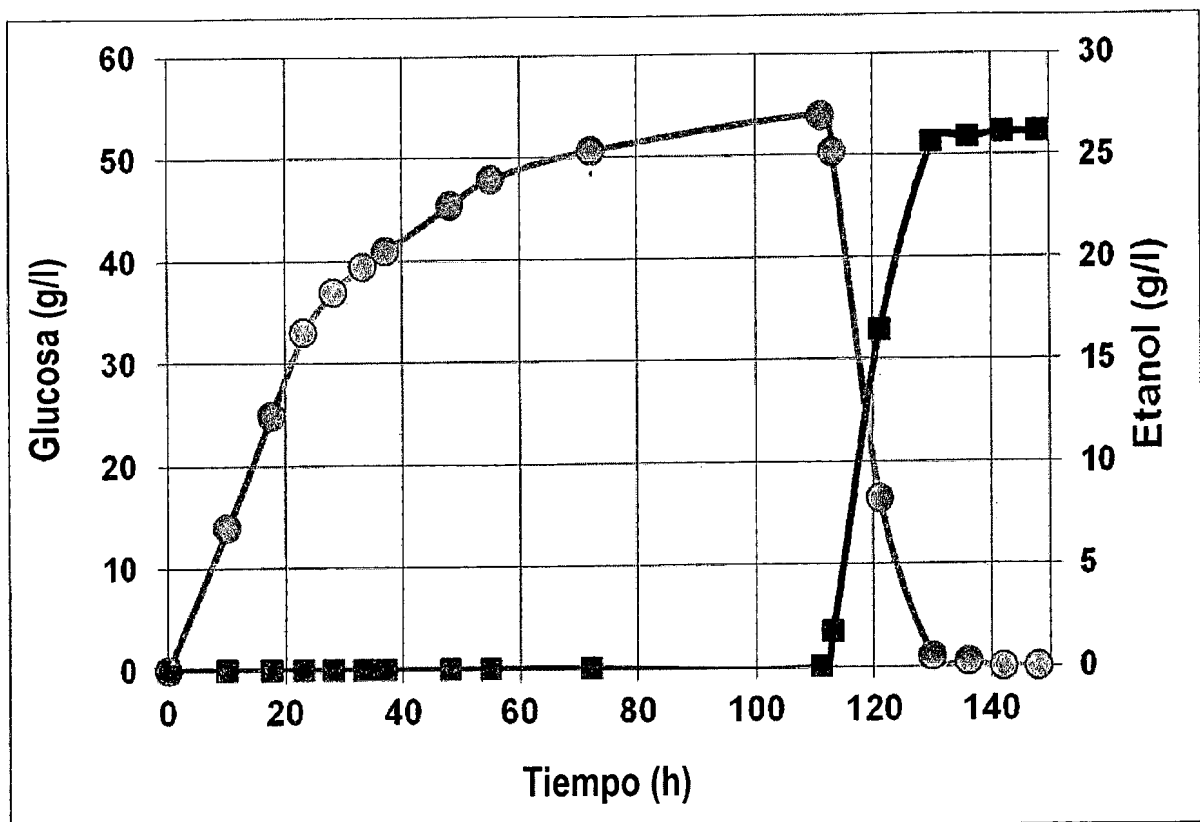


Fig 3

Greenfield 5708

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800.176.089-2

-/-



Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

RECIBO DE CAJA

No. 13 - 0037062

Bogotá D.C., Abril 19 de 2013 - 15:56:59

RECIBIDO DE : GOMEZ PINZON ASEMARCAS S.A.

NI 830.121.797

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR.PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	467130716	16/04/2013	2.253.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	500.000.00	500.000.00
				\$500.000.00

SON: **QUINIENTOS MIL PESOS MONEDA CORRIENTE***

Responsable: _____

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-135299- -00000-0000

Fecha: 2013-06-04 16:31:59 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mai: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Linea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

, Abril 19 de 2013 - 15:57:00

28

Greenfield 5708

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 13 - 0037061

Bogotá D.C., Abril 19 de 2013 - 15:56:59

RECIBIDO DE : GOMEZ PINZON ASEMARCAS S.A. NI 830.121.797

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	467130716	16/04/2013	2.253.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
5	50005-01-01 SOLICITUDES	1607 REIVINDICACION PATENTE UNITARIA ADICIONAL A LAS 10 INIC	30.000.00	150.000.00
				\$150.000.00

SON: **CIENTO CINCUENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 13-135299- -00000-0000

Fecha: 2013-06-04 16:31:59 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mai: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Linea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

, Abril 19 de 2013 - 15:57:00

29



No. 13-135299- -00000-0000

Fecha: 2013-06-04 16:31:59 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 29

PATENTE DE INVENCION ☐

MODELO DE UTIL.

- ☐ Indicación que se solicita una patente.
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Descripción de la invención
- ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒

MODELO DE UTILIDAD PCT ☐

Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

- ☒ Indicación que se solicita una PCT
- ☒ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
- ☒ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☒ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☒ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐

(Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita Diseño industrial
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐

(Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐