



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 308 893**

⑫ Número de solicitud: 200601568

⑬ Int. Cl.:

C12N 1/12 (2006.01)

C12P 7/64 (2006.01)

C12P 7/20 (2006.01)

C12P 5/00 (2006.01)

C12P 1/00 (2006.01)

C10L 1/00 (2006.01)

B01D 53/84 (2006.01)

⑭

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

⑮ Fecha de presentación: **09.06.2006**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **01.12.2008**

Fecha de la concesión: **07.04.2010**

Fecha de modificación de las reivindicaciones:
25.02.2010

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **21.04.2010**

⑱ Fecha de publicación del folleto de la patente:
21.04.2010

⑲ Titular/es: **Bernard A.J. Stroïazzo-Mougin
c/ Josep Poveda Verdú, 4F
03560 El Campello, Alicante, ES
Cristian Gomis Catalá**

⑳ Inventor/es: **Stroïazzo-Mougin, Bernard A.J. y
Gomis Catalá, Cristian**

㉑ Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

㉒ Título: **Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética.**

㉓ Resumen:

Procedimiento de obtención de compuestos energéticos
mediante energía electromagnética.

La presente invención se refiere a un procedimiento de
obtención de compuestos energéticos mediante energía
electromagnética producida por la luz solar o artificial me-
diante el uso de cultivos de fitoplancton.

ES 2 308 893 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 40.2.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética.

5 **Campo técnico de la invención**

La presente invención se refiere a un procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética producida por la luz solar y artificial mediante el uso de cultivos de fitoplancton.

10 La invención se adscribe al sector técnico del aprovechamiento de las energías renovables mediante la acción de organismos fitoplanctónicos pertenecientes normalmente a las siguientes familias taxonómicas: Cloroficeas, Baciliarioficeas, Dinoficeas, Criptoficeas, Crisoficeas, Haptoficeas, Prasinoficeas, Rafidoficeas... en general las familias taxonómicas que agrupan especies de la división cromofita caracterizadas todas ellas por ser organismos unicelulares, flagelados o no, y con una fase vital estrictamente planctónica (holoplanctónica) o al menos una de sus fases
15 planctónica (meroplanctónicas).

Particularmente mediante el presente procedimiento se consiguen obtener biocombustibles, productos secundarios tales como naftas, queroseno ...

20 **Estado de la técnica**

Hasta la fecha, la obtención de biocombustibles se viene practicando a partir de cultivos de vegetales superiores, normalmente del grupo de las fanerógamas o plantas con flor (girasol, palmera, palmito,...), y normalmente sobre superficie terrestre (vegetales terrestres).

25 La obligación por parte de las zonas económicas de cumplir con los objetivos impuestos por el protocolo de Kyoto sobre reducción de las emisiones de CO₂/SO₂ y otros gases que producen el denominado efecto invernadero está llevando a los países a buscar combustibles alternativos y renovables para evitar posibles sanciones fiscales.

30 Aunque en algunas regiones está aumentando la producción de energía solar y eólica, estas tecnologías resultan muy costosas y no son viables en todas las zonas climáticas. En estas condiciones, los biocarburantes están llamados a desempeñar un papel fundamental como sustitutos de los combustibles fósiles, especialmente para aplicaciones de transporte y calefacción.

35 Los costes de producción de biocarburantes a partir de plantas, como los aceites de palma y de colza, han sido siempre motivo de preocupación. Teniendo en cuenta los bajos índices de producción de aceite por hectárea, se necesitarían enormes cantidades de recursos para que se pudiera alcanzar una producción comercial. La tierra y el agua son dos recursos escasos y es preferible emplearlos para producir alimentos, que además resultan más rentables para los agricultores. Además el abonado intensivo se presenta como una forma de contaminación terrestre e hídrica de
40 primera magnitud. Así mismo los monocultivos extensivos son uno de los principales enemigos de la biodiversidad.

El fitoplancton representa una solución viable al problema anteriormente enunciado puesto que en torno al 50% de la masa en seco de los organismos unicelulares en general es susceptible de ser transformada en biocombustible. Por otra parte, la producción anual por hectárea de biocombustible a partir de fitoplancton es 40 veces más alta que con el
45 siguiente producto más rentable, el aceite de palma. Un inconveniente es que la producción de aceite de fitoplancton requiere cubrir vastas extensiones de tierra con agua poco profunda, así como la introducción de grandes cantidades de CO₂, un elemento fundamental para que el fitoplancton produzca aceite. Los sistemas de producción algológica en abierto tienen un coste relativamente bajo, pero el proceso de recogida resulta muy laborioso y, por ello, costoso. Por otra parte, los cultivos de fitoplancton se llevan a cabo en sistemas abiertos, lo cual hace que sean vulnerables
50 a la contaminación y a problemas de los cultivos, los cuales pueden llevar a la pérdida total de la producción. En este mismo sentido una ventaja del procedimiento descrito en la presente invención es que el sistema se mantiene cerrado y en condiciones tales que no se produce contaminación en el cultivo por bacterias, hongos... porque además de estar cerrado, el cultivo es enriquecido mediante nutrientes, y para que sea axénico se incorporan fungicidas y antibióticos.

55 Muchas patentes muestran procedimientos de obtención de biocombustibles mediante plantas como es el caso de la patente ES2192978 "Proceso de elaboración de un biocombustible para motores Diésel procedente de ésteres metílicos de aceite de *Brassica carinata* sin ácido erúico" o la patente ES2201894 "Procedimiento para producir combustibles biodiésel con propiedades mejoradas a baja temperatura", o la patente ES2207415 "Biocombustible versátil utilizable en cualquier tipo de motor de combustión interna o quemador convencional" o la patente ES2245270 "Procedimiento para la obtención de combustible para motores de ciclo diésel a partir de aceites vegetales usados". Sin embargo ninguna de estas patentes describe un procedimiento tan novedoso como el que se describe en la presente invención puesto que frente al resto de los sistemas descritos en el estado de la técnica, este se realiza en sistemas cerrados y por lo tanto con un control absoluto de las condiciones de reacción. No se realiza mediante sistemas convencionales que
60 utilizan plantas y vegetales tales como la soja, la colza, la mostaza, el aceite de palma... que si bien es cierto logran poder obtenerse a partir de ellos biocombustibles, estos se generan en una cantidad infinitamente menor que mediante el fitoplancton que son uno de los objetos de la presente invención.

ES 2 308 893 B2

La solicitud de patente WO 03/094598 A1 con título "Photobioreactor and process for biomass production and mitigation of pollutants in flue gases" describe un modelo de fotobiorreactor genérico principalmente centrado en la descontaminación de gases tipo COx, SOx y NOx. Básicamente es un sistema que trabaja en discontinuo (distinguiendo fotoperíodo día/noche) y es abierto, no siendo su medio líquido axénico. No controla las concentraciones de nitrógeno y dióxido de carbono, con la finalidad de aumentar la producción de biocombustibles. No está pensado para trabajar con cepas algales monoespecíficas ni monoclonales. Su diseño no contempla como principal objetivo la producción de biocombustibles, sino que se centra en la depuración de gases. Por otra parte respecto de los organismos fotosintéticos a los que hace referencia no exige condiciones que inhabiliten el sistema.

En comparación con la presente invención objeto de patente, se presenta un sistema totalmente novedoso, que se basa por contrapartida en las siguientes características:

- Es totalmente cerrado.
- Es totalmente axénico.
- Trabaja en continuo.
- Trabaja con cepas mono específicas y monoclonales.
- No acepta cualquier organismo fotosintético, sino que exige al menos que no sean formadores bioincrustaciones sobre la superficie interior del fotoconvertidor.
- Exige que las especies de fitoplancton no formen colonias.
- Exigen que las especies de fitoplancton no genere exomucilagos.
- Exige que la especie cultivada contenga al menos un 5% de ácidos grasos.
- Potencia la utilización de especies fitoplanctónicas no flageladas y flotantes.
- No acepta cualquier tipo de líquidos como medio de cultivo, se centra en el agua dulce, salobre y de mar.
- Centra su principal objetivo en la obtención de compuestos de síntesis metabólica con propiedades energéticas o con propiedades preenergéticas dirigidas fundamentalmente a la obtención de biocombustibles.

Por otra parte, hasta el momento, no hay ningún procedimiento de este tipo, mediante el cual se puedan obtener además de biodiésel, libre de cualquier tipo de contaminación, otros productos secundarios, pero no por ello menos importantes como son los querosenos, naftas, fertilizantes, glicerina, energía eléctrica la cual parte de ella servirá para suministrar la energía necesaria al sistema, energía calorífica que servirá como fuente para desarrollar procesos de desalinización de agua del mar...

Otra ventaja del procedimiento descrito en la presente invención es que se realiza de manera continua, de tal manera que se asegura la productividad de biomasa por el fitoplancton durante las 24 horas del día frente a sistemas descritos en la literatura en los cuales se trabaja en condiciones discontinuas y por lo tanto la eficacia y productividad del sistema se ve determinado por las horas solares y por la ubicación geográfica en la cual se lleve a cabo el presente procedimiento.

Todo este procedimiento se puede llevar a cabo mediante la acción del fitoplancton que lleva a cabo la fotosíntesis mediante la captación de energía solar, dióxido de carbono y agua. El enriquecimiento en nutrientes y un aporte extraordinario de CO₂ (normalmente obtenidos de la pirólisis de residuos sólidos urbanos, residuos sólidos industriales y biomasa de origen vegetal) contribuirán al aumento de la producción planctónica y por tanto de la concentración de compuestos precursores para la obtención de biocombustibles. Es por lo tanto el conjunto, un procedimiento para el aprovechamiento de energías limpias como la energía solar y como consecuencia obtener un reciclado de materiales de desecho que serán la fuente de carbono y nitrógeno indispensables para que el fitoplancton produzca hidratos de carbono, lípidos y otros compuestos secundarios. Gracias a este procedimiento y llevando a cabo reacciones de transesterificación sobre los lípidos y posterior separación se consigue obtener glicerina pura y biocombustible entre otros compuestos.

Descripción

Un primer aspecto principal de la presente invención, es un procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética como aparece reflejado en la figura 1, caracterizado porque dicho procedimiento se realiza en un fotoconvertidor (1) de producción masiva, el cual trabaja en continuo y es un sistema cerrado; es decir es un sistema que trabaja durante las 24 horas del día.

En el fotoconvertidor (1) para la obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética está presente un cultivo controlado de fitoplancton que son especies vegetales que presentan la singularidad de que son células individuales que tienen una eficacia y una eficiencia mucho mayor que la que pueda plantearse con cualquier organismo vivo pluricelular. El fitoplancton utilizado en el presente procedimiento está basado en cepas algales unicelulares que se emplean para la alimentación de rotíferos y artemia en la cría de alevines de peces en las piscifactorías existentes en el mundo. El fitoplancton tiene en general una concentración de grasas y de hidratos de carbono que oscila entre un 5 y un 80% de su peso seco (según el género y especie), y su cultivo o desarrollo en masa sirve para la obtención de biocombustibles y la reducción del CO₂ atmosférico, en lugar de emplearse para la alimentación en procesos relacionados con la cría de pescado y otros organismos acuáticos.

La comunidad fitoplanctónica usada en el presente procedimiento sin sentido limitativo, pertenece normalmente a las siguientes familias taxonómicas: Cloroficeas, Bacillarioficeas, Dinoficeas, Criptoficeas, Crisoficeas, Haptoficeas, Prasinoficeas, Rafidoficeas... en general las familias taxonómicas que agrupan especies de la división cromofita caracterizadas todas ellas por ser organismos unicelulares, flagelados o no, y con una fase vital estrictamente planctónica (holoplanctónica) o al menos una de sus fases planctónica (meroplanctónicas).

El cultivo del presente fitoplancton se realiza mediante la adición de los nutrientes necesarios y el cultivo es anéxico y monoespecífico, entendiendo por cultivo anéxico a aquel que está libre de contaminación por bacterias, hongos...

El procedimiento desarrollado en la presente invención está caracterizado porque presenta las siguientes etapas:

Se cultiva el fitoplancton en los fotoconvertidores (1) de tal manera que se les expone a la radiación electromagnética (2) tanto natural como artificial. En este mismo sentido la energía electromagnética suministrada comprende longitudes de onda del espectro que desde 430 a 690 nm.

En este mismo sentido, para que el cultivo evolucione, se inyectan los nutrientes (3) necesarios para el desarrollo del mismo. De esta manera, el fitoplancton realiza la fotosíntesis (4) y empieza a producir biomasa, la cual posteriormente es separada del agua (5) mediante técnicas conocidas por el estado de la técnica pero principalmente dicha separación se realiza mediante centrifugación, floculación, concentración y/o evaporación.

Las condiciones de cultivo del fitoplancton en los fotoconvertidores son las siguientes:

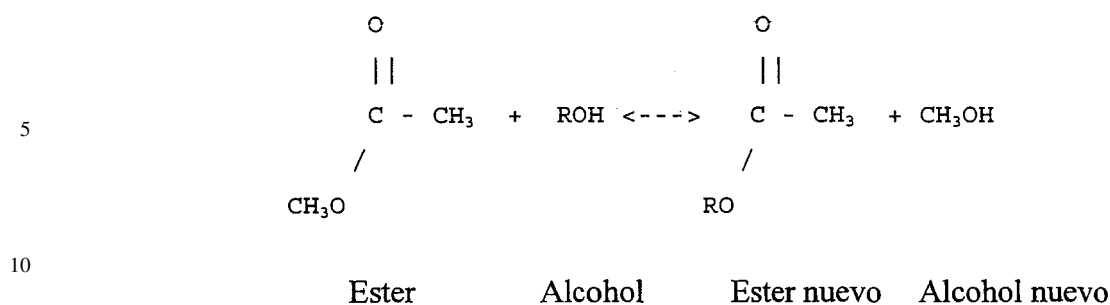
- Temperatura: desde 15 a 35°C, preferentemente desde 20 a 30°C.
- Intensidad de Luz solar: 600 a 800 vatios/m².
- Intensidad de luz artificial: 4 a 30 vatios/m².
- Salinidad: 0 por mil hasta 50 por mil.
- Concentración fitoplancton en el medio de cultivo: desde 1.000.000 de células/ml hasta 400.000.000 células/ml.
- pH: desde 7 a 8,4.

La biomasa producida por la comunidad fitoplanctónica tras la fotosíntesis, contendrá principalmente fundamentalmente lípidos (ácidos grasos) (7), hidratos de carbono (8), pigmentos, silicatos, celulosas, hemicelulosas y en general productos derivados del metabolismo secundario de los vegetales fitoplanctónicos cultivados.

A continuación los lípidos e hidratos de carbono producidos por el fitoplancton como parte de su biomasa, son separados y extraídos (6) del resto de la biomasa mediante el uso de disolventes orgánicos (tipo hexano o similar) y/o técnicas de dispersión molecular, punto crítico, presión de vapor,...

Con los lípidos obtenidos en la etapa anterior se lleva a cabo un proceso de transesterificación (9), de tal manera que se obtiene glicerina (11), ásteres (13) que actúan o funcionan como un biocombustible y subproductos no por ello de menor importancia que los anteriores.

Se entiende por transesterificación a aquel procedimiento químico mediante el cual se intercambia el grupo alcoxi de un éster por otro alcohol, como se muestra en la siguiente reacción:



Para poder llevar a cabo la transesterificación de los lípidos obtenidos como parte de la biomasa producida por el fitoplancton descrito en el presente procedimiento, se usa etanol y metanol procedentes de un reactor de tipo Fischer Tropsch (20) que a su vez es alimentado mediante gas de síntesis (19), vapor de agua y calor procedentes de un gasificador por pirólisis (17) de desechos procedentes de vertederos (16) pasando previamente por un intercambiador de calor (18).

Se entiende por un reactor de tipo Fischer Tropsch a aquel en el cual el gas de síntesis es convertido en cadenas parafínicas lineales largas, definas ligeras, y agua. De esta manera se obtienen hidrocarburos líquidos, se realiza una refinación de la corriente de hidrocarburos producidos y se separan en productos finales. Mediante este procedimiento, los productos finales obtenidos están libres de azufre y de aromáticos, lo cual los hace altamente deseables. Además, el biocombustible obtenido tiene un alto número de octano que lo hace compatible con las especificaciones para diésel limpio.

Se entiende por gasificador de pirólisis a aquel mediante el cual se permite aprovechar y reciclar la mayoría de los residuos disponibles. El proceso permite tratar tanto residuos urbanos, industriales, bien segregados, bien mezclados. También se puede técnicamente y sin más dificultades tratar en las mismas plantas industriales tóxicos, hospitalarios, neumáticos, es decir, proponer una solución global y definitiva a los problemas planteados por los residuos. Entre las diversas ventajas es que el proceso es económicamente viable y menos costoso que cualquier otro proceso, y en particular, procesos de incineración, termólisis, o metanización, y que el proceso es totalmente ecológico, sin ningún impacto medioambiental y ofrece una solución definitiva al problema de los residuos, es decir, una solución “vertedero cero”. Mediante el gasificador de pirólisis se consigue que todos los residuos sean transformados en gas de síntesis, ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y sulfuro de hidrógeno que son estos tres últimos, tres productos de relativamente fácil inertización.

Se entiende por gas de síntesis a aquel que está compuesto por una mezcla de monóxido de carbono, en adelante CO, e hidrógeno, en adelante H₂, que se consigue a partir de una mezcla de metano, en adelante CH₄, y oxígeno, en adelante O₂, obtenido del aire y vapor de agua mediante un gasificador de pirólisis.

A partir de este punto se separan los ésteres (13) de la glicerina (11) y del resto de subproductos mediante gradientes de densidad, de tal manera que se obtienen 3 fracciones que son los ésteres (13) obtenido a través de un percolador (12), para la utilización principalmente en la industria de la automoción, glicerina y los productos secundarios.

La concentración obtenida de ésteres que actúan o funcionan como un biocombustible, según el procedimiento desarrollado en la presente invención, es de 0,7 g/l a 8 g/l. Preferentemente se obtienen concentraciones de 0,7 g/l a 6 g/l de ésteres.

Los hidratos de carbono (8) obtenidos de la biomasa procedente del fitoplancton se les somete a una catálisis (14) de tal manera que se obtienen productos con alto valor energético, como por ejemplo naftas y querosenos (15), polímeros y gases procedentes de la catálisis de los hidratos de carbono. Ejemplos de métodos de catálisis y separación de productos energéticos pueden encontrarse, por ejemplo, en: Ragauskas *et al*, “The path forward for biofuels and biomaterials”, Science, 2006, vol. 311; Huber *et al*, “Production of liquid alkanes by aqueous-phase processing of biomass-derived carbohydrates”, Science, 2006, vol. 308, y EP 221679 A2.

Según otro aspecto fundamental de la presente invención, los nutrientes que se aportan al cultivo del fitoplancton presente en el fotoconvertidor, están previamente ionizados de tal manera que su fijación y asimilación sea más rápida y efectiva. Los nutrientes inyectados en el presente procedimiento son el dióxido de carbono, en adelante CO₂, NOx (en forma de nitrato, nitritos, amonio, óxido nitroso,...), vitaminas, antibióticos, fungicidas, agua, oligoelementos y ácido ortofosfórico.

Los antibióticos añadidos al cultivo son una mezcla de penicilina y estreptomicina a un rango de concentraciones de 100 a 300 mg/l cada uno de ellos, preferentemente se a un rango de concentraciones de 150 a 250 mg/l y más preferentemente a una concentración de 200 mg/l para cada uno de los componentes de la mezcla.

Los fungicidas añadidos al cultivo son una mezcla de griseofulvira y nistatina a un rango de concentraciones de 100 a 300 mg/l cada uno de ellos, preferentemente se a un rango de concentraciones de 150 a 250 mg/l y más

preferentemente a una concentración de 200 mg/l para cada uno de los componentes de la mezcla.

El agua añadida para el cultivo del fitoplancton puede ser de tipo dulce, salobre o salada.

5 A continuación se exponen una serie de ejemplos de realización que no tienen sentido limitativo a lo expresado en el presente procedimiento, objeto de la invención.

Breve descripción de las figuras

10 - Figura 1: Esquema del procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética mediante fotoconvertidores y el empleo de fitoplancton.

15 - Figura 2: Representación gráfica de las termogravimetrías realizadas en el ejemplo de realización donde M1c es la muestra M1 a la cual se le ha realizado un tratamiento con ultrasonidos, una separación de los sólidos en suspensión por centrifugación y un tratamiento de éstos con n-hexano. M2c es la muestra M2 a la cual se le ha realizado un tratamiento con ultrasonido, una separación de los sólidos en suspensión por centrifugación y un tratamiento de éstos con n-hexano.

20 - Figura 3: Representación gráfica de los cromatogramas obtenidos para los extractos de las muestras centrifugadas y tratadas con agua destilada del ejemplo de realización (M1a y M2a). Donde M1a representa la muestra M1 a la cual se le somete a un centrifugado, adición de agua destilada y adición de n-hexano. M2a representa la muestra M2 a la cual se le somete a un centrifugado, adición de agua destilada y adición de n-hexano. En el eje de abscisas se mide el tiempo en minutos y en el de ordenadas se mide la absorbancia.

25 - Figura 4: Representación gráfica de los cromatogramas obtenidos para los extractos de las muestras centrifugadas y sin tratar con agua destilada del ejemplo de realización (M1c y M2c). Donde M1c es la muestra M1 a la cual se le ha realizado un tratamiento con ultrasonidos, una separación de los sólidos en suspensión por centrifugación y un tratamiento de éstos con n-hexano. M2c es la muestra M2 a la cual se le ha realizado un tratamiento con ultrasonido, una separación de los sólidos en suspensión por centrifugación y un tratamiento de éstos con n-hexano. En el eje de abscisas se mide el tiempo en minutos y en el de ordenadas se mide la absorbancia.

- Figura 5: Representación de una microfotografía electrónica de barrido de *Actinodiscus sp.*

35 - Figura 6: Representación de una microfotografía electrónica de barrido de *Chaetoceros sp.*

- Figura 7: Representación de una microfotografía electrónica de barrido de *Cocconeis sp.*

Ejemplos de realización

40 Obtención de ácidos grasos a partir de fitoplancton

• Se estudiaron dos muestras consistentes en una suspensión de fitoplancton en agua salada. Dichas muestras se designan como M1 y M2.

45 • Se estudió la posibilidad de extraer los ácidos grasos generados por el fitoplancton mediante la extracción con disolventes en las siguientes condiciones:

- Por separación de los sólidos suspendidos en las muestras, tratamiento con agua destilada y posterior adición de disolvente a la fase acuosa.

50 - Por separación de los sólidos suspendidos en las muestras y posterior tratamiento directo de éstos con el disolvente.

55 - Se ensayaron dos disolventes: diclorometano y hexano.

- Algunas muestras se sometieron a ultrasonidos con el fin de estudiar la influencia de esta técnica sobre la extracción de las sustancias solubles en la fase orgánica.

60 • Para la separación de los sólidos suspendidos de la matriz de agua salada se ensayaron dos procedimientos: filtración y centrifugación. En las condiciones empleadas, la separación por filtración no resultó eficaz ya que los materiales sólidos obstruían los filtros. Se obtuvieron buenos resultados mediante la separación por centrifugación en las siguientes condiciones:

- velocidad de giro: 1700 rpm

65 - tiempo = 10 minutos

- temperatura = 27-32°C

- Las fases orgánicas procedentes de todos los ensayos realizados se analizaron mediante cromatografía de gases, con detección de los compuestos separados en el cromatógrafo mediante espectrometría de masas (GC/MS).

- Las muestras analizadas fueron las siguientes:

- M1a muestra M1, centrifugado; adición de agua destilada; adición de n-hexano.
- M2a: muestra M2, centrifugado; adición de agua destilada; adición de n-hexano.
- M1b: muestra M1; centrifugado; adición de agua destilada; adición de diclorometano.
- M2b: muestra M2; centrifugado; adición de agua destilada; adición de diclorometano.
- M1c: muestra M1; tratamiento con ultrasonidos; separación de los sólidos en suspensión por centrifugación; tratamiento de éstos con n-hexano.
- M2c: muestra M2; tratamiento con ultrasonido; separación de los sólidos en suspensión por centrifugación; tratamiento de éstos con n-hexano.
- M1E: muestra M1; tratamiento con ultrasonidos; adición de n-hexano.
- M2V: muestra M2; calentamiento; adición de n-hexano.

Los extractos procedentes de las muestras M1c y M2c se estudiaron mediante termogravimetría (pirólisis desde 50°C hasta 500°C a una velocidad de calefacción de 20°C/mm en atmósfera de nitrógeno). Los resultados fueron muy similares para ambas. Se comprobó que la fracción no volátil contenida en estos extractos era de alrededor de 0.001-0.003 g de material/g cultivo. A 500°C se obtuvo un residuo no volátil que suponía alrededor del 30-35% de la masa pirolizada. En la figura 2 se muestran los termogramas obtenidos.

En las siguientes figuras se presentan, a título de ejemplo, los cromatogramas obtenidos para las muestras (M1a y M2a) y (M1c y M2c), respectivamente. Como puede verse, el extracto obtenido cuando se usó n-hexano como disolvente presenta una gran variedad de compuestos y los espectros son muy similares en todos los casos. La identificación de los picos puso de manifiesto la existencia de una gran variedad de hidrocarburos saturados, fundamentalmente lineales. También se observó la aparición de picos correspondientes a ácidos grasos (hexadecanoico o palmítico a 20.986 mm y octadecanoico o esteárico a 22.986 mm) así como al monoestearato de glicerilo (29.795 mm). Por otro lado, la gran semejanza entre los cromatogramas obtenidos para los extractos de las muestras centrifugadas y tratadas con agua destilada (M1a y M2a) (figura 3) y sin tratar con agua destilada (M1c y M2c) (figura 4) pone de manifiesto que no es necesaria la adición de agua para favorecer la liberación por parte de las células de las sustancias solubles en n-hexano, por lo que la metodología a aplicar en futuros ensayos consistirá en el tratamiento directo de los sólidos en suspensión separados tras la etapa de centrifugado.

Por otro lado, los cromatogramas correspondientes a los extractos obtenidos a partir de las muestras tratadas con diclorometano presentaban un número de picos considerablemente inferior a los que se obtenían en presencia de n-hexano, indicando así la menor capacidad extractante del diclorometano, que por tanto es descartado para su utilización en futuros ensayos.

Los cromatogramas de los extractos correspondientes a las muestras M1E y M2V también mostraron la aparición de relativamente pocos picos, en comparación con los obtenidos para las muestras M1a, M2a, M1c y M2c, lo que puso de manifiesto la necesidad de proceder a la separación del fitoplancton de la suspensión salina en que se encuentran como paso previo a la adición del agente extractante.

- Los resultados obtenidos en los ensayos precedentes sugieren la posibilidad de extraer entre 1 y 2 g de compuestos orgánicos (solubles en n-hexano) por kg de cultivo. De acuerdo con los ensayos de termogravimetría, alrededor del 65-70% de esta cantidad es susceptible de degradación térmica por debajo de 500°C, mientras que los análisis por GC/MS muestran la presencia de una gran variedad de hidrocarburos así como también de algunos ácidos grasos y de sus correspondientes ésteres. Por lo tanto, a la vista de estos valores, cabe esperar que se pueda obtener hasta alrededor de 0.7 g de materiales potencialmente aprovechables por cada kg de cultivo (es decir, por cada kg de suspensión de fitoplancton en el agua salada), lo que es muy interesante desde el punto de vista energético.

Para completar esta fase de ensayos preliminares, y sin descartar la necesidad de un estudio sistemático para determinar la metodología óptima para la separación de los compuestos generados por el fitoplancton, se han seleccionado las siguientes condiciones de operación:

1. Separación del fitoplancton de la suspensión en que se encuentran mediante centrifugación y posterior decantación del líquido sobrenadante.

ES 2 308 893 B2

2. Adición de n-hexano a la fase sólida procedente de la etapa anterior. En este paso habrá que evaluar a) la relación óptima entre las cantidades respectivas de hexano y fitoplancton, b) el tiempo y el tipo de contacto que permiten la mejor separación (en los ensayos anteriores se dejaron las mezclas en tubos de ensayos durante 2-4 días y se procedía a una agitación manual a intervalos irregulares de tiempo), c) la conveniencia o no de proceder a una etapa de secado del fitoplancton previamente a la adición de disolvente.

3. Análisis de la fase extracto por diversas técnicas.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética que comprende las siguientes etapas:

- a. cultivo de fitoplacton en fotoconvertidores (1);
- b. exposición del fitoplacton a la energía electromagnética (2);
- c. inyección de nutrientes (3);
- d. realización de fotosíntesis por el fitoplancton (4);
- e. producción de biomasa por el fitoplancton;
- f. separación del agua del fitoplancton (5);
- g. separación y/o extracción (6) de los lípidos (7) e hidratos de carbono (8) de la biomasa obtenida del fitoplancton;
- h. transesterificación (9) de los lípidos obtenidos en la etapa g);
- i. separación de la glicerina (11) de los ésteres (13) a través de un separador (10);
- j. filtrar a través de un percolador (12) para obtener ésteres que actúan como un biocombustible (13);
- k. catálisis (14) de los hidratos de carbono (8) obtenidos en la etapa g); y

l. separación de los productos con alto valor energético (15), polímeros y gases procedentes de la catálisis de la etapa k.

caracterizado porque:

- en la etapa c) los nutrientes (3) son CO₂, NO_x, vitaminas, agua, oligoelementos y fosfatos;
- el fotoconvertidor (1) trabaja en continuo y cerrado al exterior;
- el cultivo de fitoplancton es monoespecífico y anéxico gracias a la incorporación de fungicidas y antibióticos, y
- los nutrientes (3) están ionizados.

2. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la etapa f), la separación del agua del fitoplancton (5) se lleva a cabo mediante centrifugación, floculación, concentración y/o evaporación.

3. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la etapa i), la separación de los ésteres (13) de la glicerina (11) se lleva a cabo mediante gradientes de densidad.

4. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la etapa b), la energía electromagnética (2) procede de la luz solar y de la luz eléctrica artificial.

5. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque los antibióticos son del grupo formado por la una mezcla de penicilina/estreptomicina.

6. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 5, **caracterizado** porque los antibióticos están en un rango de concentración cada uno de ellos de 100 a 300 mg/l.

7. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 5, **caracterizado** porque los antibióticos están en un rango de concentración cada uno de ellos de 150 a 250 mg/l.

8. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 5, **caracterizado** porque los antibióticos están a una concentración cada uno de ellos de 200 mg/l.

9. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque los fungicidas son del grupo formado por la una mezcla de griseofulvira/nistatina.

5 10. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 9, **caracterizado** porque los fungicidas están en un rango de concentración cada uno de ellos de 100 a 300 mg/l.

10 11. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 9, **caracterizado** porque los fungicidas están en un rango de concentración cada uno de ellos de 150 a 250 mg/l.

12. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 9, **caracterizado** porque los fungicidas están a una concentración cada uno de ellos de 200 mg/l.

15 13. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el agua es de tipo dulce, salobre y/o salada.

14. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la energía electromagnética (2) está en un rango de longitudes de onda del espectro que va desde 430 a 690 nanómetros.

25 15. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la biomasa obtenida en la etapa e) esta formada por lípidos (7), hidratos de carbono (8), pigmentos, silicatos y productos derivados del metabolismo secundario del fitoplancton cultivado.

16. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la separación de los lípidos (7) e hidratos de carbono (8) de la etapa g), se realiza mediante hexano y/o dispersión molecular.

30 17. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación 1, **caracterizado** porque en la etapa h), la transesterificación (9) se lleva a cabo mediante el uso de etanol y metanol procedentes de un reactor de tipo Fischer Tropsch (20).

35 18. Procedimiento de obtención de compuestos energéticos mediante energía electromagnética según la reivindicación anterior, **caracterizado** porque el reactor de tipo Fischer Tropsch (20) es alimentado mediante gas de síntesis (19), vapor de agua y calor procedentes de un gasificador por pirólisis (17) o desechos procedentes de vertederos (16) pasando previamente por un intercambiador de calor (18).

40

45

50

55

60

65

Figuras:

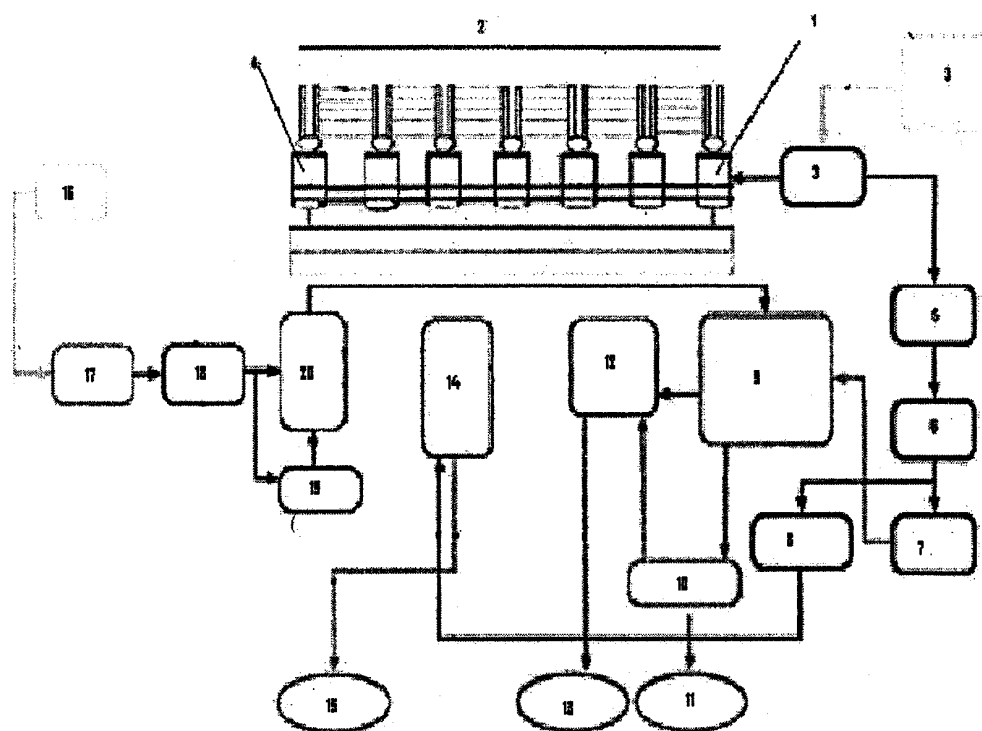


Figura 1

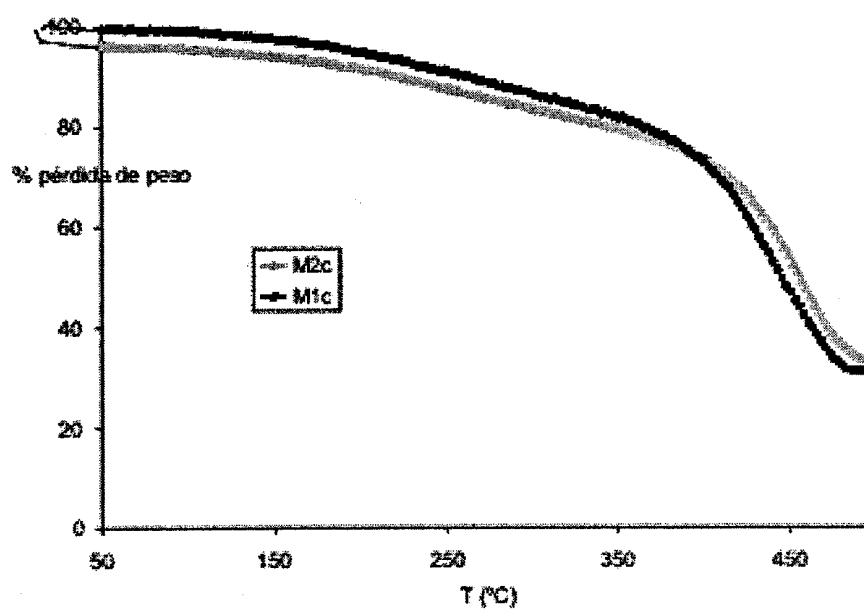


Figura 2

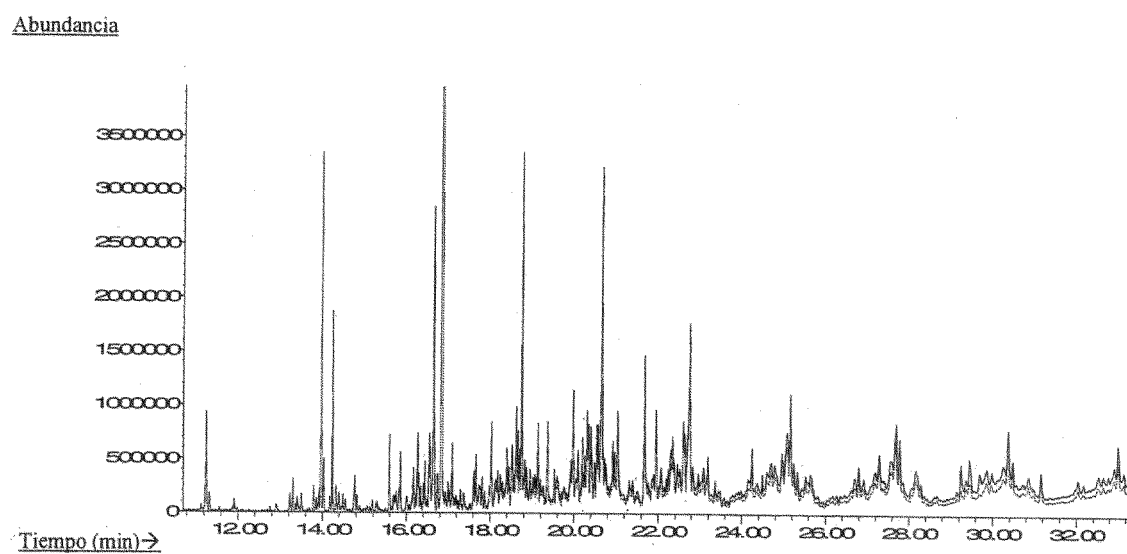


Figura 3

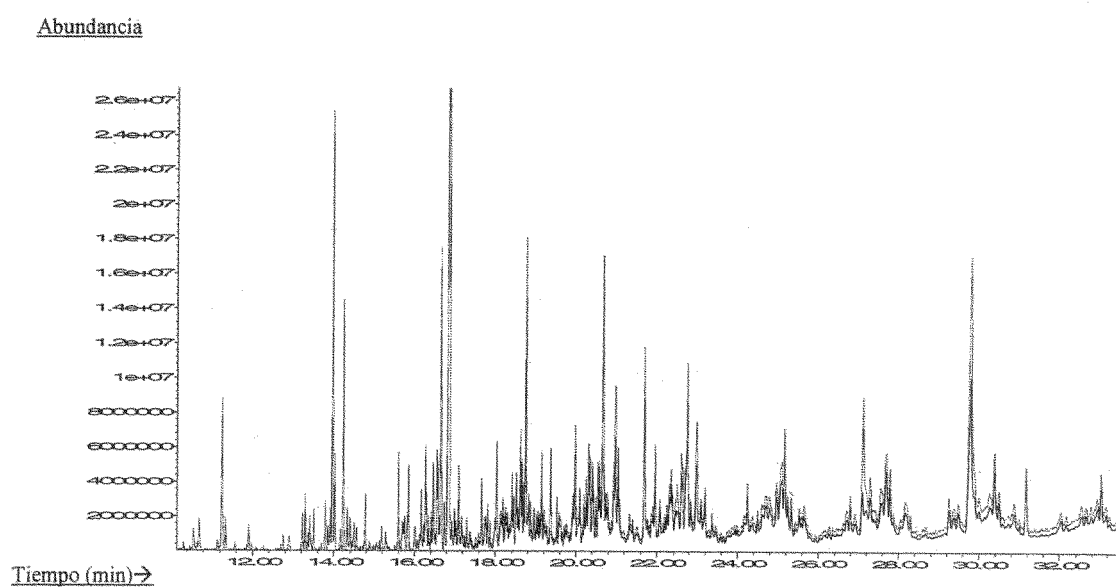


Figura 4

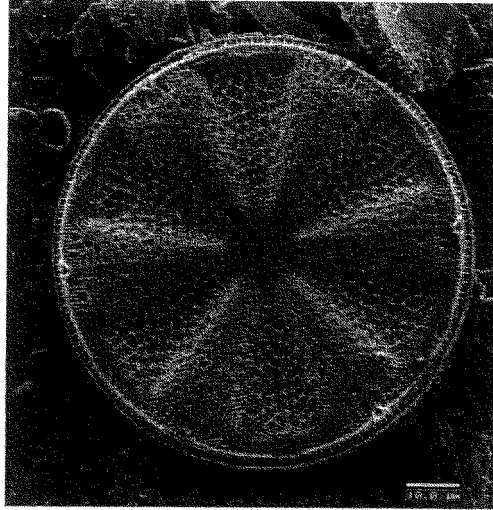


Figura 5

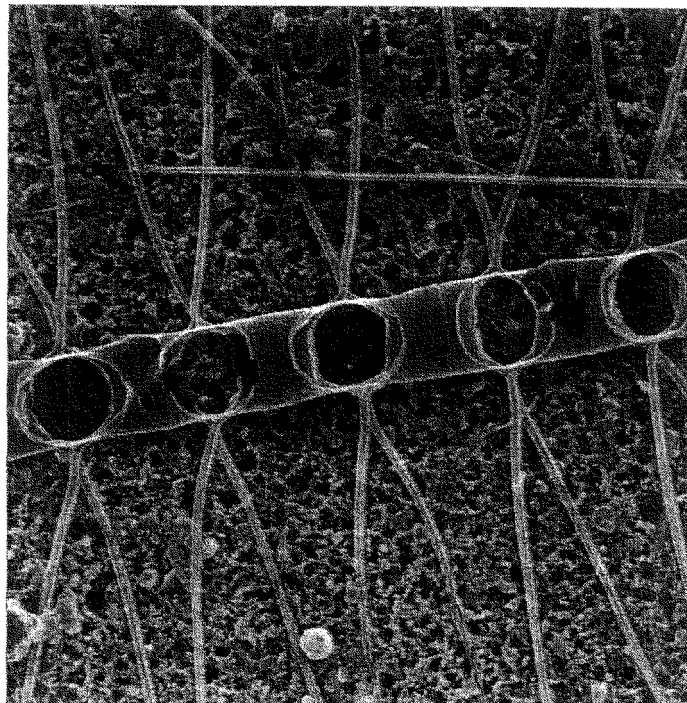


Figura 6

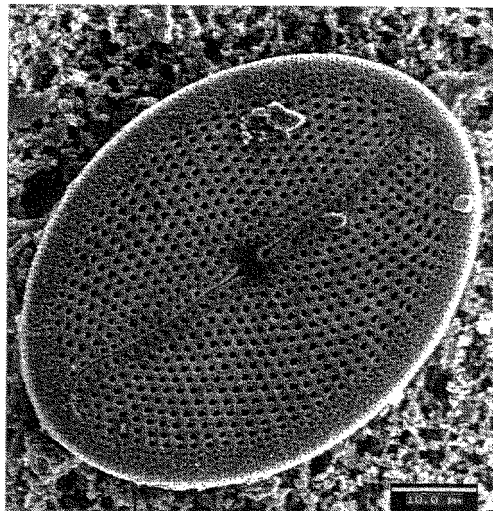


Figura 7



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 308 893

⑫ Nº de solicitud: 200601568

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 09.06.2006

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑯ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
E	WO 2007025145 A2 (SUNSOURCE INDUSTRIES) 01.03.2007, reivindicaciones 20-24,29-31,36-39; párrafos 7,59,62-69; figura 1.	1,4,5,23, 24
X	WO 2006020177 A1 (GREENFUEL TECHNOLOGIES CORPORATION) 23.02.2006, página 2, línea 1 - página 4, línea 21; página 11, línea 16 - página 13, línea 13; página 15, líneas 8-10; página 23, líneas 19-15; página 76, línea 25 - página 77, línea 8; figuras 11,12.	1-6,17-24
A	RAGAUŠKAS et al. The path forward for biofuels and biomaterials. Science, 2006, vol. 311, páginas 484-489.	1,21,22
A	EP 221679 A2 (ARIZONA BOARD OF REGENTS) 03.10.1986, página 3, líneas 3-12; página 6, línea 27-54; página 8, líneas 43-47.	1,21,22
A	DANIELO, O. An algal-based fuel. Biofutur, 2005, vol. 255. Recuperado de Internet [en línea] [recuperado el 11.10.2007] <URL:http://www.greenfuelonline.com/gf_files/algaefuel.pdf	1-24
A	HUBER et al. Production of liquid alkanes by aqueous-phase processing of biomass-derived carbohydrates. Science, 2005, vol. 308, páginas 1446-1450.	1

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

04.11.2008

Examinador

A. Polo Díez

Página

1/2

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C12N 1/12 (2006.01)
C12P 7/64 (2006.01)
C12P 7/20 (2006.01)
C12P 5/00 (2006.01)
C12P 1/00 (2006.01)
C10L 1/00 (2006.01)
B01D 53/84 (2006.01)