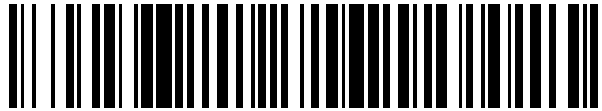


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 930 146**

51 Int. Cl.:

**C12P 5/02** (2006.01)

**C02F 11/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **15.11.2019 PCT/EP2019/081529**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2020 WO20099657**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **15.11.2019 E 19802186 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.10.2022 EP 3880834**

54 Título: **Método para procesar digestato de biomasa**

30 Prioridad:

**16.11.2018 EP 18206737**

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

**07.12.2022**

73 Titular/es:

**NGF NATURE ENERGY BIOGAS A/S (100.0%)  
Ørbækvej 260  
5220 Odense SØ, DK**

72 Inventor/es:

**JEPPESEN, MARTIN DAN;  
GYLLENBORG, MORTEN ENZO y  
NIELSEN, SINE STYLSVIG**

74 Agente/Representante:

**SÁEZ MAESO, Ana**

ES 2 930 146 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Método para procesar digestato de biomasa

## 5 CAMPO DE LA INVENCION

La invención se refiere a un proceso para procesar digestato de biomasa para obtener, por ejemplo, biogás, lignina y nutrientes tales como fósforo y nitrógeno.

## 10 ANTECEDENTES

El digestato de biomasa es un producto de la digestión de biomasa y representa el material digerido que se retira del digestor después de la recuperación de biogás.

15 En la mayoría de los casos, el digestato tiene un contenido rico en nutrientes, incluyendo nitrógeno (N), fósforo (P), potasio (K) y azufre (S). De ese modo, el digestato puede aplicarse como fertilizante a cultivos sin procesamiento adicional aunque, sin embargo, esto tiene la desventaja de que la concentración, por ejemplo, de fósforo y nitrógeno, y en especial su cantidad relativa, es decir, proporción, no puede controlarse o ajustarse de acuerdo con, por ejemplo, las normativas o los requisitos del cultivo. Además, la deposición de digestato de biomasa es costosa.  
20 Además, no se utilizan numerosos productos valiosos presentes en el digestato de biomasa, tales como materia orgánica que puede convertirse en biogás o lignina purificada.

Un objetivo de la presente invención es solucionar los problemas anteriores.

25 El documento de Patente EP 3162898 A1 se refiere al uso de especies bacterianas seleccionadas de *Clostridium thermocellum* en el proceso de producción de biogás a partir de una mezcla de ingestato y digestato.

La solicitud describe una mezcla óptima de especies bacterianas usadas en la etapa de digestión anaerobia de digestato para obtener azúcares libres y celulosa y/o hemicelulosa lisadas.

30 Sin embargo, aún quedan por resolver los problemas mencionados anteriormente.

## SUMARIO

35 La invención se refiere a un método para procesar digestato de biomasa, comprendiendo el método las etapas de

- proporcionar un digestato de biomasa,
- someter el digestato de biomasa a una etapa de separación en una fracción líquida y una fracción de digestato de biomasa sólida,
- 40 - someter la fracción de digestato de biomasa sólida a una etapa de lavado ácido a una presión inferior a 200 kPa (2 bar) para obtener un digestato de biomasa lavado,
- separar el digestato de biomasa lavado en una fracción de lavado líquida y una fracción de lavado sólida,
- postratar la fracción de lavado sólida para obtener una fracción de lavado sólida postratada y
- 45 - realizar digestión anaerobia de la fracción de lavado sólida postratada para obtener un digestato de biomasa postratado

en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado sólida está reducida en comparación con la cantidad de fósforo en la fracción de digestato de biomasa sólida,

50 en donde el postratamiento se selecciona de la lista que consiste en explosión de vapor, tratamiento con lacasa, tratamiento con base, tratamiento con ácido diluido, tratamiento térmico, disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación, disolución en hidratos salinos fundidos, o un proceso organosolv, o combinaciones de los mismos.

La presente invención utiliza ventajosamente digestato de biomasa para obtener productos valiosos, tales como nutrientes para uso agrícola, y productos de alto valor, tales como biogás y lignina.

55 Una ventaja significativa de la invención es que puede utilizarse un digestato de biomasa para proporcionar productos valiosos con un coste relativamente bajo. Esto puede reducir el coste en la producción de biogás, dado que se produce una menor cantidad de digestato y una menor cantidad de residuo que se ha de desechar, lo que es costoso.

60 Otra ventaja de la invención es que pueden recuperarse nutrientes individualmente, tales como fósforo y nitrógeno, y que las concentraciones individuales de los nutrientes, y en especial su cantidad relativa, es decir, proporción, pueden controlarse de ese modo y ajustarse de acuerdo con, por ejemplo, las normativas o los requisitos de los cultivos, cuando se usan como fertilizantes. La fracción de lavado líquida, por ejemplo, comprende una alta cantidad de fósforo nutriente contenida originalmente en el digestato de biomasa y, de ese modo, puede utilizarse como, por  
65 ejemplo, un biofertilizante en cantidades deseadas.

Una ventaja adicional es que puede mejorarse la digestibilidad del digestato de biomasa, dando como resultado una digestión más rápida.

5 La presente invención también proporciona un aumento significativo de la cantidad total de biogás obtenible a partir de cierta cantidad de biomasa. De ese modo, de acuerdo con el método de la invención, la producción de metano puede aumentarse sin añadir más biomasa, ya que la biomasa se utiliza mejor. Puede aumentarse en más de un 10 % o más de un 20 % o incluso más de un 30 %.

10 Una ventaja adicional de la invención es que el digestato de biomasa postratado puede comprender lignina de alta pureza y calidad dado que, de este modo, puede producirse lignina con una cantidad sustancialmente reducida de nutrientes, tales como P y N, y carbohidratos o incluso sustancialmente exenta de nutrientes y carbohidratos. De ese modo, se proporciona una lignina más limpia y de mayor valor. La lignina puede usarse, por ejemplo, como *biopellets* o como reemplazo de betún y otros productos químicos verdes de alto valor.

15 Una ventaja adicional de la invención es que el producto residual, es decir, el digestato de biomasa postratado o la fracción de digestato de biomasa postratada sólida o el digestato de biomasa postratado seco, contiene nutrientes, tales como fósforo y nitrógeno, en cantidades relativas, es decir proporciones, controladas, lo que hace del residuo un producto aplicable como fertilizante.

20 Una ventaja adicional de la invención es que el producto residual, es decir, el digestato de biomasa postratado o la fracción de digestato de biomasa postratada sólida o el digestato de biomasa postratado seco, contiene nutrientes, tales como fósforo y nitrógeno, en cantidades relativas, es decir, proporciones, controladas, lo que hace que el producto residual sólido sea menos costoso de desechar.

25 Una ventaja adicional de la invención es que el producto residual, es decir, el digestato de biomasa postratado o la fracción de digestato de biomasa postratada sólida o el digestato de biomasa postratado seco, contiene bajas cantidades de nutrientes, tales como fósforo y nitrógeno, lo que hace que el producto residual sólido sea menos costoso de desechar.

30 De ese modo, los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que empleando en primer lugar una etapa de lavado ácido para retirar y recuperar fósforo, y a continuación un postratamiento del digestato de biomasa, pueden obtenerse grandes cantidades de fósforo, biogás, nitrógeno y lignina con alta pureza.

35 De acuerdo con una realización de la invención, la etapa de lavado ácido se realiza a una presión inferior a 200 kPa (2 bar), tal como inferior a 180 kPa (1,8 bar), tal como inferior a 150 kPa (1,5 bar), tal como inferior a 130 kPa (1,3 bar), tal como inferior a 110 kPa (1,1 bar).

40 La etapa de lavado ácido puede realizarse a una presión entre 90 kPa (0,9 bar) y 200 kPa (2 bar), tal como entre 90 kPa (0,9 bar) y 180 kPa (1,8 bar), tal como entre 90 kPa (0,9 bar) y 150 kPa (1,5 bar), tal como entre 90 kPa (0,9 bar) y 130 kPa (1,3 bar), tal como entre 90 kPa (0,9 bar) y 110 kPa (1,1 bar).

45 La etapa de lavado ácido puede realizarse a una presión entre 50 kPa (0,5 bar) y 200 kPa (2 bar), tal como entre 60 kPa (0,6 bar) y 180 kPa (1,8 bar), tal como entre 70 kPa (0,7 bar) y 150 kPa (1,5 bar), tal como entre 80 kPa (0,8 bar) y 130 kPa (1,3 bar), tal como entre 90 kPa (0,9 bar) y 110 kPa (1,1 bar).

De acuerdo con una realización ventajosa de la invención, la etapa de lavado ácido es no presurizada.

50 La etapa de lavado ácido puede realizarse a presión ambiente.

Todas las ventajas anteriores también se obtienen cuando la etapa de lavado ácido es no presurizada, y además el método y en especial la etapa de lavado ácido pueden realizarse con mayor facilidad (por ejemplo, de forma continua) y de forma más barata cuando la etapa de lavado ácido es no presurizada, dado que puede realizarse en un sistema abierto o puede realizarse en reactores con válvulas de sobre/subpresión. Cuando la etapa de lavado ácido es no presurizada, la intensidad del lavado ácido también es menor que cuando se aplica una presión mayor, y de ese modo se obtienen condiciones más suaves.

60 De acuerdo con una realización de la invención, la cantidad de fósforo en la fracción de lavado sólida es menos de un 10 % en peso del fósforo en el digestato de biomasa. Sometiendo la fracción sólida de digestato de biomasa a una etapa de lavado ácido, puede retirarse una gran proporción de fósforo, tal como más de un 90 %, o incluso más de un 95 o un 98 %, o puede retirarse incluso sustancialmente todo el fósforo que estaba presente en el digestato de biomasa.

65 De acuerdo con una realización de la invención, el pH en la etapa de lavado ácido es menor que 6,5, tal como menor que 6, tal como menor que 4.

El pH en la etapa de lavado ácido puede estar entre 0 y menor que 7, tal como entre 0 y 6,5, tal como entre 0 y 6, tal como entre 0 y 4.

Los presentes inventores han mostrado que puede retirarse más fósforo por disminución del pH.

5 De acuerdo con una realización de la invención, la temperatura en la etapa de lavado ácido está entre 50 y 100 grados Celsius.

10 El lavado ácido puede ser más eficaz en la retirada (reducción) de fósforo a una temperatura de aproximadamente 90 a 100 grados Celsius o cerca de ella aunque, sin embargo, desde un punto de vista económico, puede ser más favorable una temperatura inferior tal como aproximadamente 50 a 70 grados Celsius. Cuando la etapa de lavado ácido se realiza a temperaturas no mayores que 100 grados Celsius, tiene la ventaja de poder realizarse en un sistema continuo. Las temperaturas superiores a 100 grados Celsius tienen la desventaja potencial de que se requiere un recipiente cerrado con presión, lo que significa que no es posible el procesamiento de forma continua. A 15 temperaturas superiores a 100 grados Celsius, también pueden formarse compuestos que inhiben la posterior digestión anaerobia.

20 La etapa de lavado ácido puede realizarse durante 10 minutos a 24 horas, tal como entre 10 minutos y 10 horas, tal como entre 10 minutos y 5 horas.

25 La etapa de lavado ácido puede ser eficaz en la retirada de fósforo realizándose solo en un corto período de tiempo, tal como, por ejemplo, 10 minutos aunque, sin embargo, el aumento del tiempo de incubación, es decir, el tiempo en que se realiza la etapa de lavado ácido, puede aumentar la cantidad de fósforo retirada de la fracción de digestato de biomasa sólida. Si la etapa de lavado ácido se realiza durante un corto período de tiempo, la cantidad de fósforo retirada de la fracción de digestato de biomasa sólida también puede aumentarse por aumento de la concentración del ácido o aumento de la temperatura.

30 La concentración del ácido en la etapa de lavado ácido puede estar entre 0,01 y 1 mol/litro, tal como entre 0,04 y 0,5 mol/litro, tal como entre 0,04 y 0,2 mol/litro.

Aumentando la concentración de ácido puede retirarse más fósforo. De acuerdo con una realización de la invención, el ácido en la etapa de lavado ácido es un ácido fuerte.

35 El ácido fuerte puede ser, por ejemplo, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico o ácido oxálico o cualquier combinación de los mismos.

De acuerdo con una realización de la invención, el ácido en la etapa de lavado ácido es un ácido débil.

40 El ácido débil puede ser un ácido orgánico débil tal como, por ejemplo, ácido acético, ácido cítrico, ácido fórmico o ácido láctico.

45 De acuerdo con una realización de la invención, el ácido en la etapa de lavado ácido es un ácido orgánico. Una ventaja de usar ácidos orgánicos es que un ácido orgánico constituye una fuente de carbono en la producción de biogás, es decir, el ácido orgánico se convierte en gas.

El ácido en el lavado ácido puede ser un ácido divalente.

50 De acuerdo con una realización de la invención, la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida se reduce para obtener una fracción líquida de bajo contenido en fósforo.

La cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida puede reducirse, es decir retirarse, en más de un 80 % en peso, tal como más de un 90 % en peso, tal como más de un 95 % en peso o incluso puede retirarse sustancialmente todo el fósforo de la fracción de lavado líquida.

55 De acuerdo con una realización de la invención, la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida se reduce sometiéndola a intercambio iónico (IEX). Usando intercambio iónico puede realizarse una retirada selectiva de fósforo sin retirar, por ejemplo, nitrógeno, así como puede retirarse una cantidad muy alta de fósforo, tal como más de un 95 % e incluso más de un 98 % o incluso puede retirarse casi la totalidad del fósforo presente en la fracción de lavado líquida por intercambio iónico. De ese modo, el intercambio iónico representa una forma eficaz y selectiva de retirar fósforo de la fracción de lavado líquida y de ese modo la alta cantidad de fósforo correspondiente puede precipitarse, por ejemplo, como  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , sometiéndola a la resina de intercambio iónico a  $\text{NaOH}$ . El fósforo que se retira de la fracción de lavado líquida puede usarse a continuación, por ejemplo, como fertilizante, y tiene la ventaja de que puede estar sustancialmente exento de otros nutrientes tales como nitrógeno.

65 El intercambio iónico puede realizarse haciendo pasar la fracción de lavado líquida sobre una resina.

Los intercambiadores iónicos pueden ser, por ejemplo, un intercambiador aniónico fuertemente básico, tal como Amberjet 4200 de Merck o un intercambiador iónico que comprende una resina basada en poliestireno, tal como Lewatit FO 36 de Lanxess o un intercambiador iónico de lecho mixto tal como Amberlite MB-3 de Merck.

5 La cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida también puede reducirse mediante procesos de recuperación de nutrientes tales como precipitación con base, tal como precipitación con  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ , tal como precipitación con NaOH, como estruvita o mediante ósmosis inversa.

10 De acuerdo con una realización de la invención, la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida se reduce sometiendo la fracción de lavado líquida a precipitación con base. De acuerdo con una realización de la invención, la fracción de lavado líquida se recircula a la etapa de lavado ácido.

15 Con la recirculación de la fracción de lavado de bajo contenido en fósforo a la etapa de lavado ácido, el ácido que está presente en la fracción de lavado de bajo contenido en fósforo puede reutilizarse ventajosamente y de ese modo reducir el coste dado que el método requiere menos uso de ácido y agua.

El digestato de biomasa puede proporcionarse en una diversidad de formas diferentes.

20 El digestato de biomasa es el material que queda después de la digestión anaerobia de una materia prima biodegradable. El digestato de biomasa se produce tanto por acidogénesis como por metanogénesis y cada uno tiene diferentes características. El digestato de biomasa puede ser fibroso y consiste en materia vegetal estructural, incluyendo lignina y celulosa. El digestato de biomasa también puede contener minerales y restos de bacterias.

25 El digestato de biomasa puede proporcionarse por digestión anaerobia de estiércol y/o cama profunda y/o residuos alimentarios y/o biomasa blanda y/o productos residuales industriales.

Puede ser ventajoso someter las biomásas a una etapa de pretratamiento antes de la digestión anaerobia. El pretratamiento puede ser mecánico y/o térmico y/o químico y/o biológico.

30 Puede ser ventajoso someter la materia prima a una etapa de pretratamiento antes de la digestión anaerobia. El pretratamiento puede ser mecánico y/o térmico y/o químico y/o biológico.

35 De acuerdo con una realización de la invención, el digestato de biomasa se proporciona por calentamiento de una biomasa blanda en una etapa de pretratamiento seguida de digestión anaerobia de la biomasa blanda para obtener el digestato de biomasa.

40 Una ventaja de la etapa de pretratamiento es que hace la biomasa blanda más accesible para posterior degradación, por ejemplo, mediante fusión con pectina u otras ceras, mediante procesamiento mecánico de la biomasa blanda o mediante tratamiento ácido de la biomasa blanda, de modo que, por ejemplo, la hemicelulosa es más accesible para la digestión. De ese modo, también puede hacer el digestato de biomasa resultante más accesible para la recuperación de nutrientes.

45 La etapa de pretratamiento puede realizarse durante menos de 7 días, tal como menos de 6 días, tal como menos de 5 días, tal como menos de 4 días, tal como menos de 3 días, tal como menos de 2 días, tal como menos de 1 día.

La etapa de pretratamiento puede realizarse durante 2 horas o menos.

La etapa de pretratamiento puede no ser calentada.

50 Pueden añadirse ácido y/o residuos alimentarios a la biomasa blanda.

La digestión anaerobia de la biomasa pretratada puede realizarse durante menos de 10 días.

55 Se ha de entender que el digestato de biomasa puede proporcionarse de formas adicionales.

La etapa de postratamiento es una explosión de vapor, tratamiento con lacasa, tratamiento con base, tratamiento con ácido diluido, tratamiento térmico, disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación, disolución en hidratos salinos fundidos, o el proceso organosolv, o combinaciones tales como explosión de vapor y lacasa.

60 La etapa de postratamiento puede realizarse durante menos de 4 días, tal como menos de 2 días, tal como menos de 25 horas, tal como menos de 24 horas, tal como menos de 21 horas, tal como menos de 18 horas, tal como menos de 15 horas, tal como menos de 10 horas, tal como menos de 5 horas, tal como menos de 2 horas, tal como menos de 1 hora.

65 De acuerdo con una realización de la invención, la temperatura de postratamiento está entre 40 y 230 grados Celsius.

- La temperatura de postratamiento puede estar entre 40 y 230 grados Celsius, tal como entre 40 y 60 grados Celsius, tal como entre 80 y 160 grados Celsius, tal como entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 50 y 120 grados Celsius, tal como entre 90 y 140 grados Celsius, tal como entre 130 y 220 grados Celsius.
- 5 La etapa de postratamiento puede ser presurizada.
- Este puede ser el caso, por ejemplo, de la explosión de vapor.
- 10 De acuerdo con una realización de la invención, la etapa de postratamiento se realiza a una presión entre 1 MPa (10 bar) y 2 MPa (20 bar).
- De acuerdo con una realización de la invención, la temperatura de postratamiento está entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 170 y 210 grados Celsius, tal como entre 180 y 200 grados Celsius.
- 15 La etapa de postratamiento puede realizarse a una presión entre 1 MPa (10 bar) y 2 MPa (20 bar) y a una temperatura entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 170 y 210 grados Celsius, tal como entre 180 y 200 grados Celsius.
- 20 La etapa de postratamiento puede realizarse por explosión de vapor a una temperatura entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 170 y 210 grados Celsius, tal como entre 180 y 200 grados Celsius.
- La etapa de postratamiento puede realizarse durante menos de 1 hora.
- 25 La etapa de postratamiento puede realizarse por explosión de vapor y/o tratamiento con lacasa.
- Las lacasas (EC.1.10.3.2) son enzimas oxidasas que contienen cobre que se encuentran en numerosas plantas, hongos y microorganismos. Las lacasas actúan sobre fenoles y moléculas similares, realizando oxidaciones de un electrón, que quedan mal definidas.
- 30 El tratamiento con lacasa puede realizarse ventajosamente después de una explosión de vapor. De ese modo, puede obtenerse una mayor cantidad de biogás cuando el postratamiento va seguido de digestión anaerobia. El tratamiento con lacasa puede realizarse, por ejemplo, a una temperatura de aproximadamente 50 grados Celsius, tal como de 40 a 60 grados Celsius. Cuando la temperatura es demasiado elevada, se destruye la actividad de la lacasa.
- 35 El postratamiento puede realizarse mediante tratamiento con bacterias u hongos.
- El postratamiento puede realizarse mediante tratamiento con base.
- 40 La temperatura de postratamiento puede estar entre 50 y 120 grados Celsius, tal como entre 80 y 120 grados Celsius, tal como entre 80 y 100 grados Celsius.
- La temperatura de postratamiento puede realizarse mediante un tratamiento con base a una temperatura entre 50 y 120 grados Celsius, tal como entre 80 y 120 grados Celsius, tal como entre 80 y 100 grados Celsius.
- 45 Los líquidos iónicos (LI) son disolventes especiales que consisten en sales con un punto de fusión inferior a 100 °C, alta estabilidad térmica y presión de vapor despreciable. Los líquidos iónicos pueden disolver y/o deconstruir materiales que de otro modo se consideran insolubles en disolventes convencionales y, de ese modo, pueden aumentar la producción de biometano a partir de biomasa de otro modo recalcitrante.
- 50 El postratamiento puede realizarse mediante disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación.
- La etapa de postratamiento puede realizarse mediante disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación y a una temperatura entre 90 y 140 grados Celsius.
- 55 Los hidratos salinos fundidos (MSH) son soluciones de sales metálicas muy concentradas que pueden disolver y despolimerizar lignocelulosa, actuando como disolventes y/o catalizadores homogéneos. Al igual que los líquidos iónicos, los MSH tienen alta estabilidad térmica y baja volatilidad, y presentan ventajas adicionales tales como bajo coste, facilidad de preparación y baja toxicidad.
- 60 El postratamiento puede realizarse mediante disolución en hidratos salinos fundidos (MSH).
- Organosolv es un proceso de formación de pulpa para disolver lignina y hemicelulosa en lignocelulosa recalcitrante e implica tratar el digestato de biomasa en un disolvente orgánico, tal como etanol o una mezcla de etanol y agua, a temperaturas habitualmente entre 120 y 220 grados Celsius a presión elevada. La deconstrucción de la lignocelulosa
- 65

mediante un proceso organosolv abre la estructura, permitiendo un aumento de la producción de biometano a partir de celulosa y corrientes secundarias valiosas.

El postratamiento puede realizarse mediante un proceso organosolv.

La etapa de postratamiento puede realizarse mediante disolución en líquidos iónicos a una temperatura entre 90 y 150 grados Celsius y posterior precipitación.

El postratamiento puede realizarse mediante tratamiento con ácido diluido.

El postratamiento puede realizarse mediante tratamiento con ácido diluido a una temperatura entre 80 y 160 grados Celsius.

De acuerdo con una realización ventajosa de la invención, se generan furfural y 5-HMF y ácido 2-furoico en una cantidad combinada de menos de un 5 % p/p con respecto a la materia seca total, es decir, el porcentaje se refiere al peso de inhibidor total con respecto al peso total de materia seca, es decir, p/p y, de ese modo, por ejemplo, 10 g de inhibidor/kg de materia seca es igual a un 1 %. De acuerdo con una realización de la invención, se generan furfural y 5-HMF y ácido 2-furoico en una cantidad combinada de menos de un 5 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento, tal como menos de un 3 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento, tal como menos de un 1 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento, tal como menos de un 0,5 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento, tal como menos de un 0,06 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento.

De acuerdo con una realización de la invención, la digestión anaerobia de la fracción de lavado sólida postratada se realiza durante menos de 30 días.

La etapa de digestión anaerobia puede realizarse con bacterias, tales como bacterias fermentativas, tales como *Ruminococcus albus*, *Ruminococcus flavefaciens* y/o *Fibrobacter succinogenes*.

El método puede comprender además una etapa de separación adicional después de la digestión anaerobia de la fracción de lavado sólida postratada para obtener una fracción de digestato de biomasa postratada líquida y una fracción de digestato de biomasa postratada sólida.

La separación puede realizarse, por ejemplo, con una prensa de husillo, una prensa de filtro o un decantador.

El método puede comprender además una etapa de secado de la fracción de digestato de biomasa postratada sólida para obtener un digestato de biomasa postratado seco.

Mediante el secado de la fracción de digestato de biomasa postratada sólida, puede retirarse ventajosamente amoniaco por evaporación y condensarse. A continuación, el amoniaco puede hacerse burbujear, por ejemplo, a través de ácido sulfúrico para generar sulfato de amonio, que puede usarse, por ejemplo, como fertilizante. Además, puede obtenerse de ese modo lignina seca con una pureza de más de un 30 % en peso, tal como un 35 % en peso, tal como un 40 % en peso, dado que se retiran otros componentes tales como fósforo y nitrógeno.

La cantidad de nitrógeno en el digestato de biomasa postratado seco puede reducirse en al menos un 50 %, tal como al menos un 60 %, tal como al menos un 70 % o tal como al menos un 80 % en peso del nitrógeno comprendido en el digestato de biomasa que entra en el proceso.

En otras palabras, la cantidad de nitrógeno en el digestato de biomasa postratado seco comprende menos de un 50 % del nitrógeno comprendido en el digestato de biomasa o incluso menos de un 20 %.

Puede aislarse al menos un 50 %, tal como al menos un 60 %, tal como al menos un 70 % o tal como al menos un 80 % en peso del nitrógeno comprendido en el digestato de biomasa que entra en el proceso.

Puede obtenerse lignina a partir del método con una pureza de al menos un 30 % en peso, tal como al menos un 35 % en peso, tal como al menos un 40 % en peso.

Sometiendo el digestato de biomasa a la etapa de lavado previa al postratamiento y a continuación secándolo, la pureza de la lignina puede aumentarse sustancialmente a más de un 30 % o más de un 35 % o más de un 40 % o incluso más, dado que se retiran, por ejemplo, carbohidratos y nutrientes, tales como fósforo y nitrógeno, lo que aumenta el valor de la lignina. La lignina también puede obtenerse a partir del digestato de biomasa postratado, por ejemplo, mediante extracción con un disolvente orgánico, tal como etanol o metanol.

De acuerdo con una realización de la invención, la lignina está comprendida en el digestato de biomasa postratado o el digestato de biomasa postratado seco en una cantidad de más de un 30 % en peso, tal como en una cantidad de más de un 35 % en peso, tal como en una cantidad de más de un 40 % en peso.

Puede producirse lignina sustancialmente exenta de nutrientes y/o carbohidratos, obteniendo de ese modo lignina de alta calidad, que puede usarse, por ejemplo, para *biopellets* o reemplazo de alquitrán y otros productos químicos verdes de alto valor.

5 Puede obtenerse biogás a partir de al menos la etapa de digestión anaerobia de la fracción de lavado sólida postratada.

10 Puede obtenerse biogás a partir de otras etapas de digestión.

Solo puede obtenerse biogás en la etapa de digestión anaerobia.

15 De acuerdo con una realización de la invención, el método comprende además la recirculación de al menos una parte de la fracción líquida desde cualquier etapa de separación a cualquier etapa de digestión anaerobia y/o etapa de pretratamiento.

De este modo, se reutilizan ventajosamente líquidos y bacterias, reduciendo de ese modo el coste del método.

#### FIGURAS

20 La Figura 1 ilustra un método para procesar digestato de biomasa de acuerdo con una realización de la invención.

La Figura 2 ilustra un método para procesar biomasa de acuerdo con una realización de la invención.

La Figura 3 ilustra la retirada de fósforo de una fracción de digestato de biomasa sólida en 1 hora como resultado del pH en la etapa de lavado ácido.

25 La Figura 4 ilustra la retirada de fósforo de una fracción de digestato de biomasa sólida como resultado de pH, temperatura y tiempo.

La Figura 5 ilustra la retirada de fósforo de fracciones de lavado líquidas.

La Figura 6 ilustra la cantidad de metano adicional producido como resultado de diferentes postratamientos o sin postratamiento.

30 La Figura 7 ilustra la cantidad de metano adicional producida como resultado de diferentes postratamientos con respecto a sin postratamiento.

La Figura 8 ilustra la retirada de fósforo de una fracción de digestato de biomasa sólida después de incubación a 50 °C durante 24 h a diversos valores de pH de partida.

35 La Figura 9 ilustra la retirada de fósforo de una fracción de digestato de biomasa sólida en función del tiempo para cuatro valores de pH de partida diferentes a 50 °C.

La Figura 10 ilustra la retirada de fósforo de una fracción de digestato de biomasa sólida después de 24 h para diferentes valores de pH de partida a 50 °C y 80 °C.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA

40 Como se usa en el presente documento, la expresión "no presurizado" pretende indicar presión ambiente, que a nivel medio del mar es una presión de aproximadamente 1 bar = 101 kPa.

45 Como se usa en el presente documento, el término "presurizado" pretende indicar una presión significativamente mayor que la presión ambiente. Habitualmente, esta puede ser aproximadamente 1-2 MPa (10-20 bar), en especial en el campo de la producción de biogás.

50 Como se usa en el presente documento, "digestato de biomasa" pretende indicar un producto de digestión anaerobia AD de biomasa blanda y representa el material digerido que se retira del reactor de AD (digestor) después de la recuperación del biogás. El digestato es normalmente líquido. Como se usa en el presente documento, la expresión "biomasa blanda" pretende indicar biomasa lignocelulósica que no es de madera, comprendiendo celulosa, hemicelulosa y lignina. La biomasa blanda puede ser, por ejemplo, paja de trigo, rastrojo de maíz, paja de arroz, hierba y bagazo.

55 La expresión "biomasa blanda" puede indicar los tipos celulósico y herbáceo de biomasa, tal como paja de trigo, rastrojo de maíz, paja de arroz, hierba y bagazo.

60 Como se usa en el presente documento, la expresión "materia seca" pretende indicar el residuo cuando se evapora el agua.

65 La biomasa lignocelulósica comprende habitualmente fibrillas de celulosa cristalina intercaladas en una matriz organizada holgadamente de hemicelulosa y sellada en un entorno rico en lignina hidrófoba. Mientras la propia celulosa comprende polímeros de cadena lineal larga de D-glucosa, la hemicelulosa es una mezcla heterogénea de carbohidratos de cadena ramificada corta, incluyendo monómeros de todas las aldopentosas de 5 carbonos (azúcares C5) así como algunos azúcares de 6 carbonos (C6), incluyendo glucosa y manosa. La lignina es un polímero altamente heterogéneo, que carece de cualquier estructura primaria particular, y que comprende

monómeros fenilpropanoides hidrófobos. La biomasa lignocelulósica adecuada comprende habitualmente celulosa en cantidades entre un 20 y un 50 % de masa seca antes de pretratamiento, lignina en cantidades entre un 10 y un 40 % de masa seca antes de pretratamiento, y hemicelulosa en cantidades entre un 15 y un 40 %.

5 Como se usa en el presente documento, la expresión "fracción líquida" pretende indicar la fracción que tiene la menor cantidad de materia seca después de una etapa de separación. Normalmente, la cantidad de sólidos suspendidos es aproximadamente un 4 % en peso, pero habitualmente varía de 0 a menos de un 10 %.

10 Como se usa en el presente documento, la expresión "fracción sólida" pretende indicar la fracción que tiene la mayor cantidad de materia seca después de una etapa de separación. Normalmente, la cantidad de sólidos suspendidos es aproximadamente un 20-25 % en peso, pero puede variar en 10-95 %.

15 Como se usa en el presente documento, la expresión "digestión anaerobia" pretende indicar un grupo de procesos mediante los que los microorganismos descomponen material biodegradable en ausencia de oxígeno. La digestión anaerobia comienza habitualmente con la hidrólisis bacteriana de los materiales de partida. Los polímeros orgánicos insolubles, tales como carbohidratos, se descomponen en derivados solubles que se vuelven disponibles para otras bacterias. A continuación, las bacterias acidogénicas pueden convertir los azúcares y aminoácidos en dióxido de carbono, hidrógeno, amoníaco y ácidos orgánicos. Estas bacterias pueden convertir estos ácidos orgánicos resultantes en ácido acético, junto con cantidades adicionales de amoníaco, hidrógeno y dióxido de carbono. 20 Finalmente, las metanógenas pueden convertir estos productos en metano y dióxido de carbono. La digestión anaerobia se usa ampliamente como fuente de energía renovable. El proceso produce un biogás, que comprende principalmente metano y dióxido de carbono.

25 Como se usa en el presente documento, el término "pretratamiento" pretende indicar un tratamiento de una biomasa antes de una primera etapa de digestión anaerobia.

30 Como se usa en el presente documento, el término "postratamiento" pretende indicar un tratamiento de un digestato de biomasa posterior a la etapa de lavado ácido y anterior a la digestión anaerobia de la fracción de lavado sólida postratada, en donde el postratamiento se selecciona entre la lista que consiste en explosión de vapor, tratamiento con lacasa, tratamiento con base, tratamiento con ácido diluido, tratamiento térmico, disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación, disolución en hidratos salinos fundidos, o un proceso organosolv, o combinaciones de los mismos.

35 El postratamiento aumenta el rendimiento de biogás en la digestión anaerobia posterior (de la fracción de lavado sólida postratada). De ese modo, un fin del postratamiento es aumentar la digestibilidad de la fracción de lavado sólida antes de la digestión anaerobia. De ese modo, la etapa de postratamiento podría considerarse una etapa de preparación para la digestión, una etapa de preparación de biomasa o simplemente una etapa de preparación. Alternativamente, la etapa de postratamiento podría considerarse un tratamiento para madurar la biomasa para la digestión, es decir, una etapa de maduración de biomasa.

40 El objetivo de la etapa de postratamiento es aflojar, degradar o disolver la capa de lignina que protege la celulosa y hemicelulosa y/o reducir la cristalinidad de la celulosa con el fin de hacer la biomasa más accesible para la digestión.

45 La etapa de postratamiento incluye procesos muy diversos tales como procesos biológicos, no biológicos, químicos y fisicoquímicos. Por tanto, la etapa de postratamiento se selecciona entre la lista que consiste en explosión de vapor, tratamiento con lacasa, tratamiento con base, tratamiento con ácido diluido, tratamiento térmico, disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación, disolución en hidratos salinos fundidos, o el proceso organosolv, o combinaciones tales como explosión de vapor y lacasa.

50 Como se usa en el presente documento, nitrógeno (N) pretende indicar la suma de nitrógeno unido orgánico, tal como el nitrógeno de las aminas, y nitrógeno unido inorgánico, tal como, por ejemplo,  $\text{NH}_3$  y  $\text{NH}_4^+$ .

55 Como se usa en el presente documento, fósforo (P) pretende indicar la suma de P unido orgánico y P unido inorgánico, tal como, por ejemplo, iones  $\text{PO}_4$  (por ejemplo,  $\text{PO}_4^-$ ).

Como se usa en el presente documento, "nutrientes" pretende indicar macronutrientes para plantas, tales como nitrógeno (N), fósforo (P), potasio (K), calcio (Ca) y azufre (S).

60 Como se usa en el presente documento, "ácido fuerte" pretende ser un ácido que tiene un pKa inferior a 3.

Como se usa en el presente documento, "ácido débil" pretende ser un ácido que tiene un pKa superior a 3.

65 Como se usa en el presente documento, las formas en singular "un", "una", "uno", "la" y "el" incluyen las referencias en plural a menos que el contexto indique claramente lo contrario.

Como se usa en el presente documento, "al menos uno" pretende indicar uno o más, es decir, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9,

10, etc.

Como se usa en el presente documento, el término "biogás" pretende indicar gas metano y gas dióxido de carbono obtenido a partir de degradación de material biológico, tal como biomasa.

Como se usa en el presente documento, el término "inóculo" pretende indicar material orgánico que contiene bacterias, tal como biomasa digerida (desgasificada) de una instalación de biogás existente o desechos de animales.

Como se usa en el presente documento, la expresión "materia seca" pretende indicar el residuo que queda cuando se evapora el agua.

Como se usa en el presente documento, la expresión sólidos volátiles (VS) indicará la parte orgánica de la materia seca. Puede realizarse una separación, por ejemplo, con una prensa de husillo, presa de filtro o decantador.

### Abreviaturas

VS = sólidos volátiles

5-HMF = 5-(hidroximetil)furfural

TS = sólidos totales

La Figura 1 muestra un método para procesar digestato de biomasa de acuerdo con una realización de la invención.

El digestato de biomasa (que puede estar pretratado) se separa en una fracción de digestato de biomasa sólida, tal como una fracción de fibra, y una fracción líquida. La fracción líquida contiene una concentración de fósforo menor en comparación con el digestato y puede usarse como fertilizante.

La fracción sólida se mezcla con ácido en un reactor de lavado, en el que se disolverá el fósforo de las fibras en la fase líquida. A continuación, la suspensión se separa en una fracción de fibra lavada sólida y una fracción de lavado líquida.

La fracción de lavado sólida (fracción de fibra) se postrata para aumentar la digestibilidad de la fibra. La fracción de lavado sólida postratada se transfiere a otro reactor de biogás y se realiza un segundo proceso de digestión anaerobia para producir más biogás.

Con referencia a la Figura 2, se desvela un método para procesar digestato de biomasa de acuerdo con una realización de la invención.

El digestato de biomasa (que puede estar pretratado) se separa en una fracción de digestato de biomasa sólida, tal como una fracción de fibra, y una fracción líquida. La fracción líquida contiene una concentración de fósforo menor en comparación con el digestato y puede usarse como fertilizante. La fracción sólida se mezcla con ácido en un reactor de lavado, en el que se disolverá el fósforo de las fibras en la fase líquida. A continuación, la suspensión se separa en una fracción de fibra lavada sólida y una fracción de lavado líquida. La fracción de lavado líquida puede transferirse, por ejemplo, a una columna de intercambio iónico, en la que el fósforo se une a la resina de la columna de intercambio iónico. La fracción de lavado líquida de intercambio iónico contiene una cantidad muy baja de fósforo y puede transferirse ventajosamente de vuelta al reactor de lavado.

El fósforo unido a la resina puede liberarse, por ejemplo, aumentando el pH con NaOH, y produciendo de ese modo  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ . La fracción de lavado sólida (fracción de fibra) se postrata para aumentar la digestibilidad de la fibra. La fracción de lavado sólida postratada se transfiere a otro reactor de biogás para producir más biogás. Después de digestión anaerobia en un proceso de biogás, la suspensión puede prensarse, es decir, separarse, en una fracción líquida de digestato de biomasa postratada y una fracción sólida de digestato de biomasa postratada, que puede denominarse fracción de lignina, dado que esta fracción comprende altas cantidades de lignina. La fracción líquida de digestato de biomasa postratada puede transferirse de vuelta al reactor de biogás. A continuación, la fracción de lignina puede secarse. En el secado, el amoníaco se evaporará y quedará lignina seca y de alta pureza.

### EJEMPLOS

Ejemplo 1: retirada por lavado del fósforo de la fibra con ácido sulfúrico y ácido clorhídrico

Este ejemplo describe cómo retirar por lavado el fósforo del digestato de biomasa, tal como una fracción de digestato de biomasa sólida, con ácido. Una cantidad fija de fibra, es decir, digestato de biomasa sólido, se ha mezclado con diferentes tipos de ácido con pH variable.

Materiales y métodos:

- Fibra, producida de la separación de digestato de una planta de biogás en una fracción de digestato de biomasa

- sólida
- Agua
- Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)
- Ácido clorhídrico (HCl).

5 Se realizaron cuatro lavados para someter a ensayo ácido sulfúrico y ácido clorhídrico a diferente pH. Se mezclaron 900 g de agua con ácido sulfúrico y ácido clorhídrico, respectivamente. Dos muestras se mezclaron hasta un pH de 1 y dos muestras hasta un pH de 3. Se añadieron 90 g de fibra a cada una de las cuatro muestras y se mezclaron. Después de 1 h a 25 °C, se separaron fibra y agua de lavado y se midió el fósforo en la fracción de lavado líquida, así como en una muestra de fibra sin tratar, con el fin de averiguar cuánto fósforo se había separado en la fracción de lavado líquida.

Resultados:

15 Los resultados muestran que el pH tiene un gran impacto en la dilución de fósforo en el líquido de lavado en la primera hora. Cuanto menor es el pH, más fósforo se retira de la fibra, como se observa en la Figura 3.

Ejemplo 2: retirada por lavado del fósforo de la fracción de digestato de biomasa sólida con ácido oxálico variando pH, temperatura de incubación y tiempo.

20 Este ejemplo describe cómo retirar por lavado el fósforo de la fracción de digestato de biomasa sólida con ácido oxálico. Una cantidad fija de fracción de digestato de biomasa sólida se ha mezclado con ácido oxálico con pH, temperatura de incubación y tiempo de incubación variables.

25 Materiales y métodos:

- Fracción de digestato de biomasa sólida (fracción de fibra, producida de la separación de digestato de una planta de biogás)
- Ácido oxálico (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>).

30 Se usó un *software* de diseño de experimentos (DOE) "MODDE Go" (versión 12.1.0.5491, 23 de marzo de 2018) para diseñar el experimento y analizar los resultados. Los lavados se realizaron con ácido oxálico, en los que se variaron tres factores; pH de la solución, temperatura de incubación y tiempo de incubación. Los pH fueron 0,79, 0,92 y 1,26, las temperaturas de incubación fueron 40 °C, 70 °C y 100 °C, y los tiempos de incubación fueron 10 min, 2 horas, y 3 horas y 50 min. Para cada lavado, se mezclaron 900 g de agua con ácido oxálico hasta el pH deseado y se añadieron 90 g de fracción de digestato de biomasa sólida y se mezclaron. Los factores se combinaron como se muestra en la Tabla 1.

*Tabla 1: esquema de cómo se combinan los factores en las diferentes muestras.*

Muestra	pH de solución ácida	Temperatura de incubación (°C)	Tiempo de incubación
1	1,26	40	10 min
2	1,26	100	10 min
3	1,26	70	2 horas
4	1,26	40	3 horas 50 min
5	1,26	100	3 horas 50 min
6	0,79	40	10 min
7	0,79	100	10 min
8	0,79	70	2 horas
9	0,79	40	3 horas 50 min
10	0,79	100	3 horas 50 min
11	0,92	40	10 min
12	0,92	100	10 min
13	0,92	70	2 horas
14	0,92	70	2 horas

(continuación)

Muestra	pH de solución ácida	Temperatura de incubación (°C)	Tiempo de incubación
15	0,92	70	2 horas
16	0,92	40	3 horas 50 min
17	0,92	100	3 horas 50 min

Después de cada lavado, el digestato de biomasa lavado se separó en una fracción sólida y una fracción de lavado líquida y se midió el fósforo en la fracción de lavado líquida, así como en una muestra de fracción de digestato de biomasa sólida sin tratar, con el fin de averiguar cuánto fósforo se diluyó (es decir, se retiró de la fracción sólida) en la fracción de lavado líquida.

Resultados:

Dado que el experimento se diseñó con el uso de un diseño estadístico, se calculó una función basándose en todos los puntos de datos mediante el programa MODDE Go y, de ese modo, el resultado de los experimentos puede observarse en la Figura 4. Los puntos de datos sin procesar seleccionados se muestran en las tablas 2a-2b aunque, sin embargo, no se debe confiar totalmente en un solo valor, sino que se ha de observar la función calculada basándose en todos los puntos de datos, como se muestra en la Figura 4. Las muestras 13, 14 y 15 son duplicados, y a partir de estas se descubrió que la incertidumbre de los resultados era +/-1 %. La función tiene un valor R2 alto de un 88 %, que es el porcentaje de la variación de la respuesta explicada por el modelo.

Los resultados muestran que es posible retirar un 99 % del fósforo de la fracción de digestato de biomasa sólida. A partir de la Figura 4, se puede observar que cuanto menor es el pH y/o mayor la temperatura y/o mayor el tiempo de lavado, se retira más fósforo de la fracción de digestato de biomasa sólida (y, de ese modo, está presente en la fracción de lavado líquida).

*Tabla 2a: puntos de datos sin procesar usados para calcular la función ilustrada en la Figura 4. Cantidad de fósforo retirada de la fracción de digestato de biomasa sólida por lavado con una solución acuosa ácida.*

Muestra	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Retirada de P	75 %	85 %	90 %	89 %	94 %	89 %	95 %	96 %	94 %	96 %

*Tabla 2b: puntos de datos sin procesar usados para calcular la función ilustrada en la Figura 4. Cantidad de fósforo retirada de la fracción de digestato de biomasa sólida por lavado con una solución acuosa ácida.*

Muestra	11	12	13	14	15	16	17
Retirada de P	85 %	91 %	96 %	94 %	95 %	91 %	99 %

Se realizó otra serie de experimentos. El tratamiento se realizó a 50 °C durante 24 horas. El pH de partida se varió de 2 a 8,7. En estas condiciones, el pH cambia durante el tratamiento, pero los valores informados son valores de partida, es decir, pH medido inmediatamente después de la mezcla de agua, ácido oxálico y fibras. El procedimiento fue el mismo que se ha descrito anteriormente.

Resultados:

La Figura 8 muestra el porcentaje de fósforo retirado de la fracción de digestato de biomasa sólida después de incubación a 50 °C durante 24 h a diversos valores de pH de partida. Se observa que el fósforo puede retirarse de forma eficaz hasta un pH de al menos 5,75 en estas condiciones. La Figura 10 muestra una comparación de experimentos seleccionados de la Figura 8 y los experimentos correspondientes procesados a 80 °C. Puede concluirse que la temperatura desempeña un papel minoritario en las condiciones investigadas. La retirada de fósforo se siguió en función del tiempo para cuatro valores de pH de partida diferentes. Los resultados se representan en la Figura 9 y muestran que la mayoría del fósforo se retira por lavado durante las seis primeras horas para los valores de pH inferiores de 3,2 y 3,8. Son necesarios tiempos de incubación de hasta 48 horas para alcanzar el mismo nivel de retirada de fósforo para los valores de pH de 4,7 y 5,8.

Ejemplo 3: retirada de fósforo de la fracción líquida de lavado

Este ejemplo describe cómo retirar el fósforo por medio de intercambio iónico de la fracción de lavado líquida obtenida a partir de la etapa de lavado ácido.

Se realizó anteriormente una etapa de lavado ácido. El lavado se realizó mezclando 900 g de agua con ácido oxálico hasta un pH de 1 y añadiendo 90 g de fibra (fracción de digestato de biomasa sólida producida de la separación de

digestato de una planta de biogás) con una temperatura de incubación de 25 °C y un tiempo de incubación de 15 horas. A continuación, el digestato de biomasa lavado se separó en una fracción de lavado sólida (fracción de fibra) y una fracción de lavado líquida, y la fracción de lavado líquida se trató.

#### 5 Materiales y métodos:

- Fracción de lavado líquida obtenida de lavado ácido de fracción de digestato de biomasa sólida (tipo de lavado descrito anteriormente)
- Resina 1 (Lewatit FO 36, Lanxess)
- 10 • Resina 2 (Amberlite MB 3, Merck).

Se mezclaron 20 g de fracción de lavado líquida con 20 g de resina 1, y se mezclaron 20 g de fracción de lavado líquida con 20 g de resina 2 en botellas de tapa azul. Las botellas se incubaron a 50 °C durante una hora con agitación, y a continuación se centrifugaron para separar las resinas de la fracción de lavado líquida. Se midió el fósforo en la fracción de lavado líquida sin someterse a intercambio iónico, y en las dos fracciones de lavado líquidas tratadas por intercambio iónico para averiguar cuánto fósforo podían retirar las dos resinas.

#### Resultados:

20 Usando intercambio iónico, es posible retirar un 99 % del fósforo en la fracción de lavado líquida obtenida a partir de lavado ácido de fracción de digestato de biomasa sólida, como se observa en la Figura 5. Además, las dos resinas sometidas a ensayo pueden usarse para la retirada de fósforo.

#### Ejemplo 4: metano extra como resultado de postratamiento

25 Este ejemplo describe cómo producir biogás extra a partir de digestato de biomasa como resultado de diferentes tipos de postratamiento de fracciones de lavado sólidas.

30 Antes de los postratamientos, se realizó un lavado ácido de las fracciones de digestato de biomasa sólidas. El lavado ácido se realizó mezclando 891 g de agua con 9 g de ácido oxálico de modo que tuviera una concentración de 0,1 mol/l y añadiendo 90 g de digestato de biomasa sólido (producido de separación de digestato de una planta de biogás) con una temperatura de incubación de 50 °C y un tiempo de incubación de 3 horas. A continuación, el digestato de biomasa lavado se separó en una fracción de lavado sólida y una fracción de lavado líquida, y la fracción de lavado sólida se postrató.

#### 35 Materiales y métodos:

- Fracción de lavado sólida de lavado ácido (tipo de lavado descrito anteriormente)
- 40 • Agua
- Ácido cítrico
- Hidróxido sódico (NaOH)
- 45 • Lacasa
- Inóculo (líquido de reactor de una planta de biogás).

50 Se prepararon cinco muestras diferentes para postratamiento y posterior digestión anaerobia. La primera muestra fue la fracción de lavado sólida del lavado ácido sin postratamiento. La segunda muestra fue la fracción de lavado sólida del lavado ácido, que se postrató con explosión de vapor. La tercera muestra fue la fracción de lavado sólida del lavado ácido, que se postrató con lacasa. La cuarta muestra fue la fracción de lavado sólida del lavado ácido, que se postrató con explosión de vapor y a continuación con lacasa. La quinta muestra fue la fracción de lavado sólida del lavado ácido, que se postrató con hidróxido sódico. La explosión de vapor se realizó mezclando 40 g de fracción de lavado sólida y 160 g de agua en un reactor Parr, que se procesó durante 15 min a 180 °C. El tratamiento con lacasa se realizó mezclando 8 g de fracción de lavado sólida con 90 g de un tampón de ácido cítrico 0,1 M ajustado a pH 5 con NaOH. Se añadieron 0,6 g de lacasa/g TS de fracción de lavado sólida y la muestra se agitó durante 24 horas a 250 rpm en una incubadora con agitación a 45 °C. El tratamiento con base se realizó mezclando 15 g de fracción de lavado sólida con 90 g de agua y añadiendo NaOH para alcanzar un pH de 12. La muestra se calentó a 100 °C durante 20 horas. Después de cada postratamiento, las cinco muestras se ajustaron a un pH de 8 con NaOH/HCl y se mezclaron con inóculo y se realizó digestión anaerobia durante 15 días a una temperatura de 52 °C.

65 Resultados: se obtuvo biogás adicional para todas las muestras representadas en las Figuras 6 y 7. Los resultados representados en la Figura 6 ilustran el metano adicional producido mediante procesamiento de digestato incluyendo

o no una etapa de postratamiento.

5 Los resultados representados en la Figura 7 están normalizados con respecto al resultado obtenido cuando no se realizó postratamiento. La explosión de vapor dio como resultado un 138 % de metano extra, el tratamiento con lacasa dio como resultado un 200 % de metano extra. La combinación de los dos métodos, mediante postratamiento de la fracción de lavado sólida con explosión de vapor seguida de tratamiento con lacasa, dio como resultado un sorprendente 413 % de metano extra. El tratamiento con base dio como resultado un 351 % de metano extra.

10 El tratamiento con base se exploró adicionalmente con experimentos procesados a diferentes temperaturas que variaron de 50 grados Celsius a 120 grados Celsius. Se obtuvo un resultado satisfactorio para todas las temperaturas sometidas a ensayo entre 50 grados Celsius y 120 grados Celsius.

Ejemplo 5: descripción de producto de lignina

15 El digestato de biomasa postratado del Ejemplo 4 se secó y el digestato de biomasa postratado seco resultante fue una fracción de lignina que comprende lo siguiente:

Lignina:	36 %
Contenido de agua:	12 %
Ceniza:	4,5 %
Cloro:	0,013 %
Azufre:	0,4 %
Valor calorífico:	18 MJ/kg

Ejemplo 6.

20 Puede proporcionarse digestato de biomasa ventajosamente, por ejemplo, sometiendo una biomasa blanda a calentamiento en una etapa de pretratamiento no presurizada a una temperatura de pretratamiento entre 65 y 100 grados Celsius a presión ambiente. El calentamiento puede realizarse, por ejemplo, en un tanque o recipiente con o sin agitación. El tiempo de retención en la etapa de pretratamiento es habitualmente corto, tal como menos de una hora o menos de 30 minutos, pero también puede ser mayor si esto pudiera ser conveniente. A continuación, la biomasa pretratada puede transportarse a un tanque adicional para realizar digestión anaerobia para proporcionar un digestato de biomasa. La digestión anaerobia puede realizarse, por ejemplo, mediante la adición de bacterias. La digestión anaerobia se realiza habitualmente a un pH aproximadamente neutro, tal como, por ejemplo, entre pH 6-8. Un producto de degradación importante que puede obtenerse de la etapa de digestión anaerobia es biogás, que comprende metano y/o dióxido de carbono.

Ejemplo 7: retirada de fósforo de la fracción de lavado líquida usando precipitación con base

35 Este ejemplo describe cómo retirar el fósforo por adición de base a partir de la fracción de lavado líquida obtenida de la etapa de lavado ácido.

40 Se realizó anteriormente una etapa de lavado ácido. El lavado se realizó mezclando 5400 g de agua con 15 g de ácido acético y añadiendo 540 g de fibra (fracción de digestato de biomasa sólida producida de la separación de digestato de una planta de biogás) con una temperatura de incubación de 50 °C y un tiempo de incubación de 24 horas. A continuación, el digestato de biomasa lavado se separó en una fracción de lavado sólida (fracción de fibra) y una fracción de lavado líquida, y la fracción de lavado líquida se trató.

Materiales y métodos:

- 45
- Fracción de lavado líquida obtenida de lavado ácido de fracción de digestato de biomasa sólida (tipo de lavado descrito anteriormente)
  - Hidróxido cálcico,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (>96 %, Chemsolute)
- 50
- Hidróxido sódico, NaOH (99,5 %, Chemsolute).

55 La fracción de lavado líquida se dividió en 4 muestras como se muestra en la Tabla. El contenido de fósforo se midió usando un método de espectrometría de emisión óptica con plasma acoplado inductivamente (ICP-OES). Las cantidades indicadas (en porcentaje en peso de la fracción de lavado líquida) de hidróxido cálcico o hidróxido sódico sólidos se añadieron a las muestras y se agitaron durante 1 h a temperatura ambiente. El pH alcanzó 8,9 en las muestras 1-3 y 8,7 en la muestra 4. La precipitación se retiró por centrifugación y se midió nuevamente la

concentración de fósforo en la fracción de lavado líquida tratada con base usando ICP.

Resultados

- 5 Es posible retirar al menos un 98 % del fósforo de la fracción de lavado líquida aumentando el valor de pH usando una base tal como, por ejemplo, hidróxido cálcico o hidróxido sódico. La adición de más base probablemente aumentaría aún más el valor de pH, así como mejoraría la retirada de fósforo.

*Tabla 3: retirada de fósforo usando precipitación con base.*

N.º de muestra	m (LW) [g]	Conc. de P [mg/l] antes de adición de base	m (Ca(OH) <sub>2</sub> ) [g]	m (NaOH) [g]	% en peso de base	Conc. de P [mg/l] después de adición de base	Reducción de conc. de P
1	1000	125	0,48	0,00	0,048 %	2,7	98 %
2	1000	125	0,48	0,00	0,048 %	2,7	98 %
3	1001	118	0,45	0,00	0,045 %	2,6	98 %
4	1000	118	0,00	034	0,034 %	4,0	97 %

10

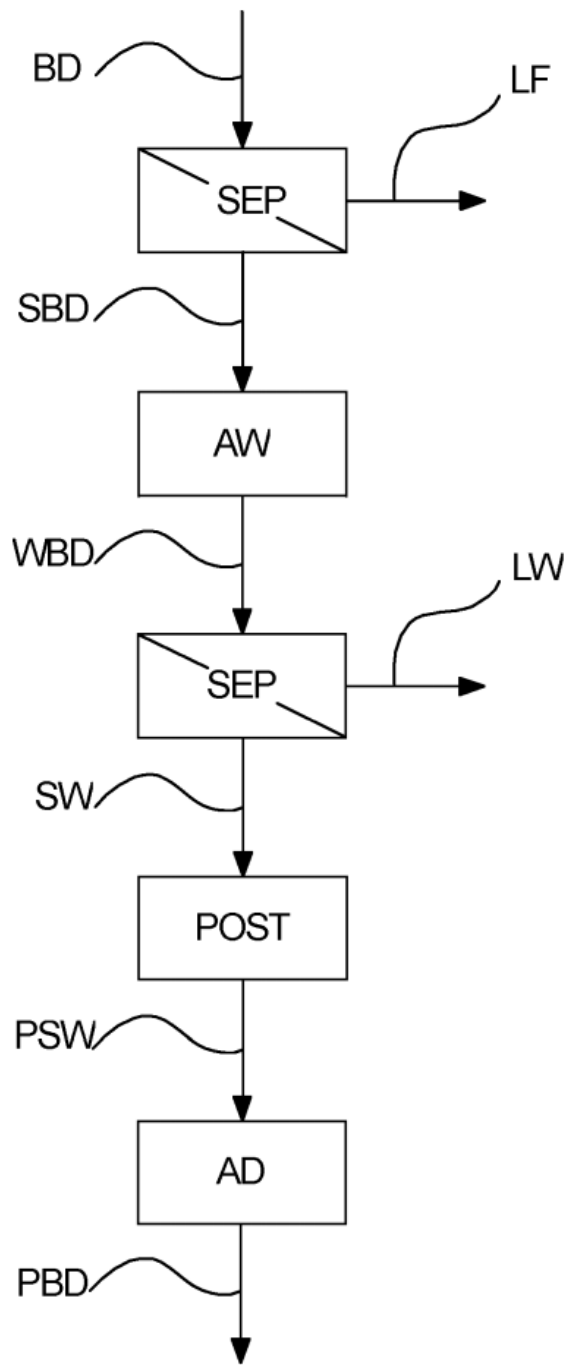
REFERENCIAS DE LAS FIGURAS

- 15 DRY. Etapa de secado  
 BD. Digestato de biomasa  
 SEP. Etapa de separación  
 LF. Fracción líquida  
 SBD. Fracción de digestato de biomasa sólida  
 AW. Etapa de lavado ácido  
 20 WBD. Digestato de biomasa lavado  
 LW. Fracción de lavado líquida  
 SW. Fracción de lavado sólida  
 POST. Postratamiento  
 PSW. Fracción de lavado sólida postratada  
 PRE. Pretratamiento  
 25 AD. Digestión anaerobia  
 PBD. Digestato de biomasa postratado  
 IEX. Intercambio iónico  
 LPBD. Fracción de digestato de biomasa postratada líquida  
 SPBD. Fracción de digestato de biomasa postratada sólida  
 30 DPBD. Digestato de biomasa postratado seco  
 LIG. Lignina  
 DRY. Etapa de secado  
 BG. Biogás  
 SB. Biomasa blanda  
 35 NIT. Nitrógeno

## REIVINDICACIONES

1. Un método para procesar digestato de biomasa, comprendiendo el método las etapas de
- 5 - proporcionar un digestato de biomasa (BD),  
 - someter el digestato de biomasa a una etapa de separación (SEP) en una fracción líquida (LF) y una fracción de digestato de biomasa sólida (SBD),  
 - someter la fracción de digestato de biomasa sólida (SBD) a una etapa de lavado ácido (AW) a una presión inferior a 200 kPa (2 bar) para obtener un digestato de biomasa lavado (WBD),  
 10 - separar (SEP) el digestato de biomasa lavado (WBD) en una fracción de lavado líquida (LW) y una fracción de lavado sólida (SW),  
 - postratar (POST) la fracción de lavado sólida (SW) para obtener una fracción de lavado sólida postratada (PSW) y  
 - realizar digestión anaerobia (AD) de la fracción de lavado sólida postratada (PSW) para obtener un digestato de biomasa postratado (PBD),  
 15 en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado sólida (SW) está reducida en comparación con la cantidad de fósforo en la fracción de digestato de biomasa sólida (SBD), en donde el postratamiento se selecciona de la lista que consiste en explosión de vapor, tratamiento con lacasa, tratamiento con base, tratamiento con ácido diluido, tratamiento térmico, disolución en líquidos iónicos y posterior precipitación, disolución en hidratos salinos fundidos, o un proceso organosolv, o combinaciones de los mismos.
- 20 2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la etapa de lavado ácido (AW) es no presurizada.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado sólida (SW) es menos de un 10 % en peso del fósforo en el digestato de biomasa (BD).
- 25 4. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el pH en la etapa de lavado ácido (AW) es menor que 6,5, tal como menor que 6, tal como menor que 4.
- 30 5. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la temperatura en la etapa de lavado ácido (AW) está entre 50 y 100 grados Celsius.
6. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el ácido en la etapa de lavado ácido (AW) es un ácido fuerte que tiene un pKa inferior a 3 o un ácido débil que tiene un pKa superior a 3.
- 35 7. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el ácido en la etapa de lavado ácido (AW) es un ácido orgánico.
8. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida (LW) se reduce para obtener una fracción líquida de bajo contenido en fósforo.
- 40 9. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida (LW) se reduce sometiendo la fracción de lavado líquida (LW) a intercambio iónico (IEX).
- 45 10. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en donde la cantidad de fósforo en la fracción de lavado líquida (LW) se reduce mediante precipitación con una base.
11. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la fracción de lavado líquida (LW) se recircula a la etapa de lavado ácido (AW).
- 50 12. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el digestato de biomasa (BD) se proporciona por calentamiento de una biomasa blanda (SB) en una etapa de pretratamiento (PRE) seguida de digestión anaerobia (AD) de la biomasa blanda (SB) para obtener el digestato de biomasa (BD).
- 55 13. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la temperatura de postratamiento (POST) está entre 40 y 230 grados Celsius, tal como entre 40 y 60 grados Celsius, tal como entre 80 y 160 grados Celsius, tal como entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 50 y 120 grados Celsius, tal como entre 90 y 140 grados Celsius, tal como entre 130 y 220 grados Celsius.
- 60 14. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la etapa de postratamiento (POST) se realiza a una presión entre 1 MPa (10 bar) y 2 MPa (20 bar).
- 65 15. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la temperatura de postratamiento (POST) está entre 150 y 230 grados Celsius, tal como entre 170 y 210 grados Celsius, tal como entre 180 y 200 grados Celsius.

- 5 16. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde se generan furfural y 5-HMF y ácido 2-furoico en una cantidad combinada de menos de un 5 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento (POST), tal como menos de un 3 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento (POST), tal como menos de un 1 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento (POST), tal como menos de un 0,5 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento (POST), tal como menos de un 0,06 % p/p con respecto a la materia seca total en la etapa de postratamiento (POST).
- 10 17. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la digestión anaerobia (AD) de la fracción de lavado sólida postratada (PSW) se realiza durante menos de 30 días.
- 15 18. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde la lignina (LIG) está comprendida en el digestato de biomasa postratado (PBD) o el digestato de biomasa postratado seco (DPBD) en una cantidad de más de un 30 % en peso, tal como en una cantidad de más de un 35 % en peso, tal como en una cantidad de más de un 40 % en peso.
- 20 19. El método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el método comprende además la recirculación de al menos una parte de una fracción líquida desde cualquier etapa de separación (SEP) a cualquier etapa de digestión anaerobia (AD) y/o la etapa de pretratamiento (PRE).



*Fig. 1*

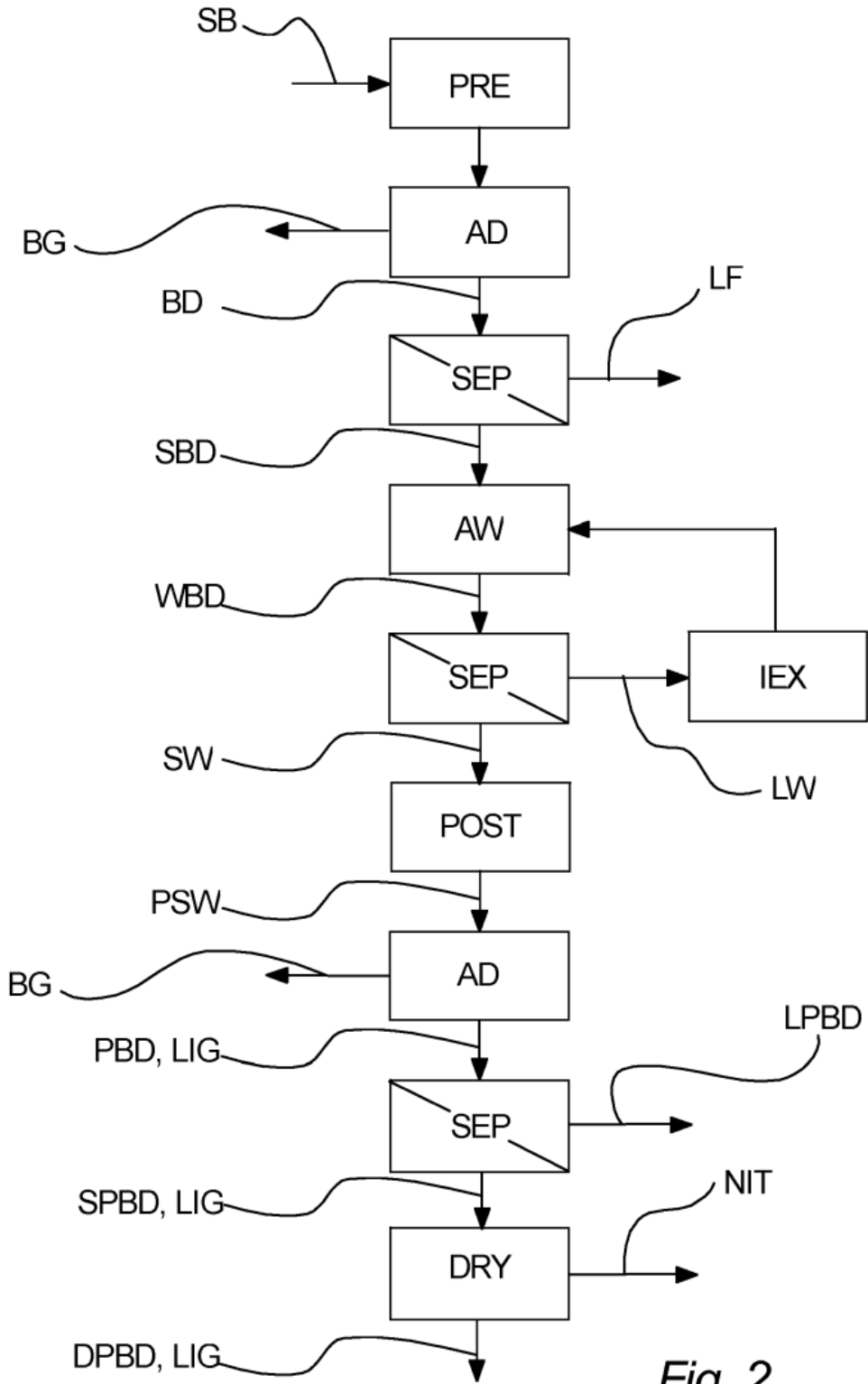
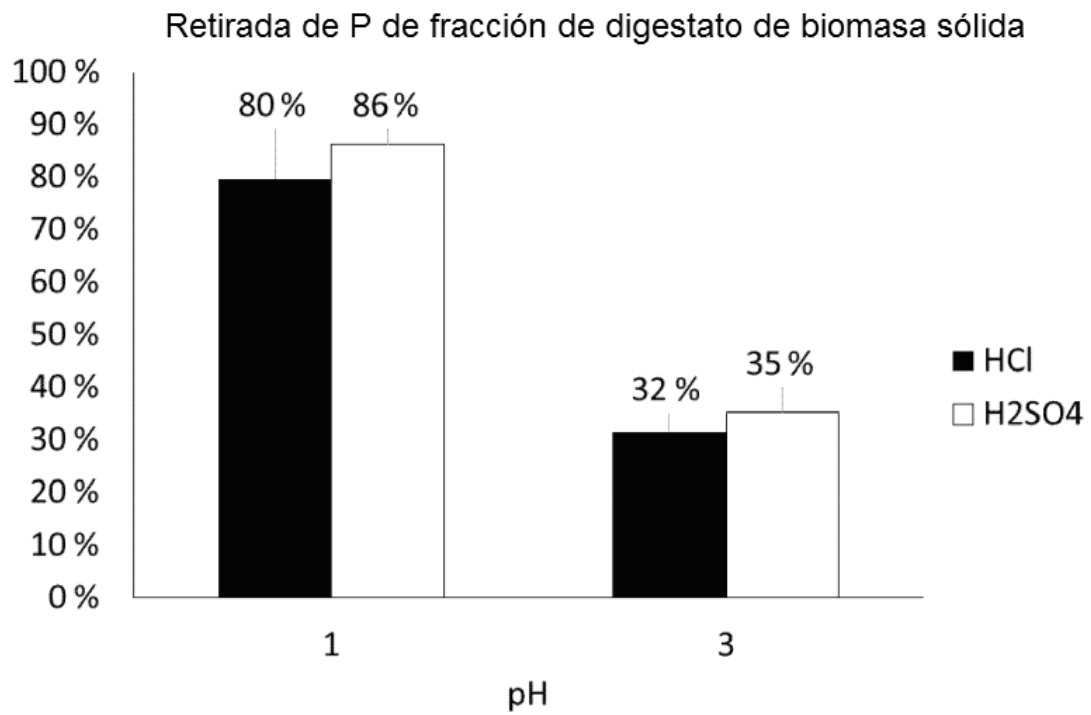


Fig. 2



*Fig. 3*

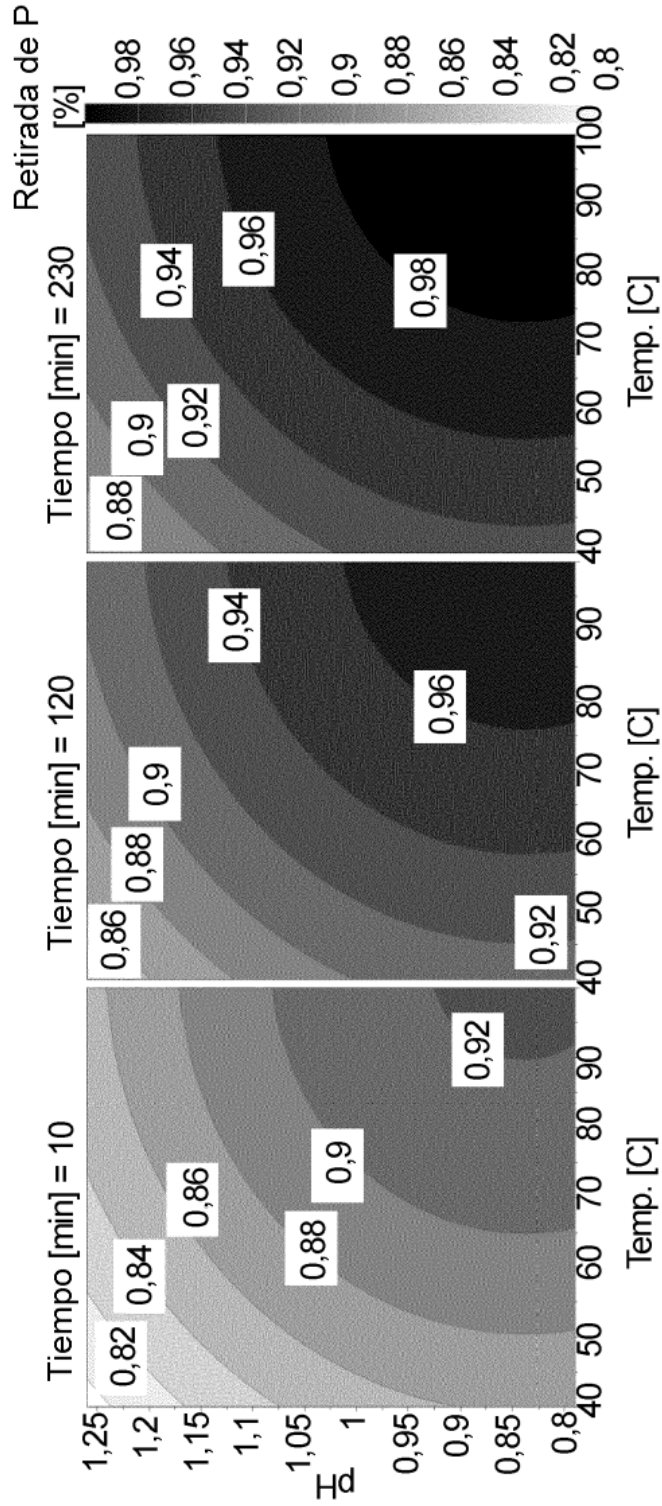
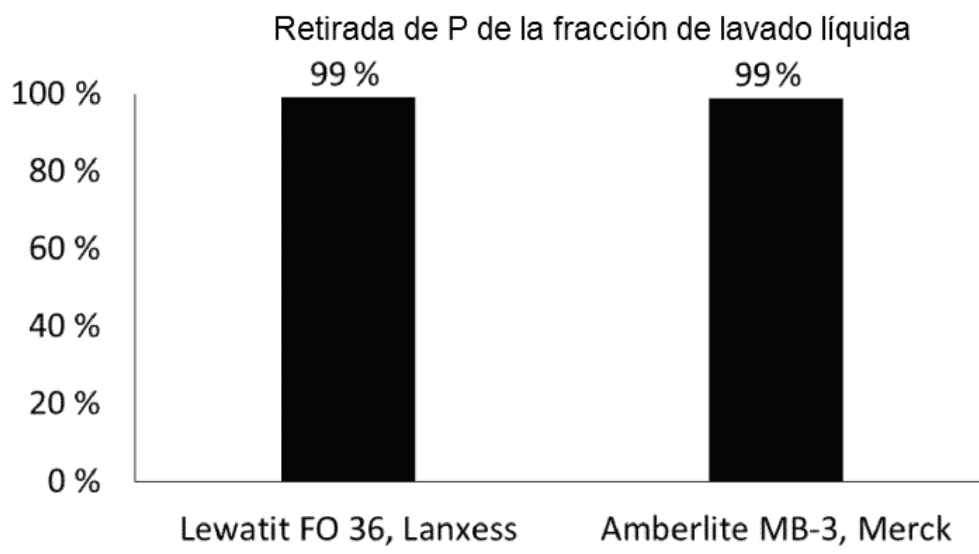
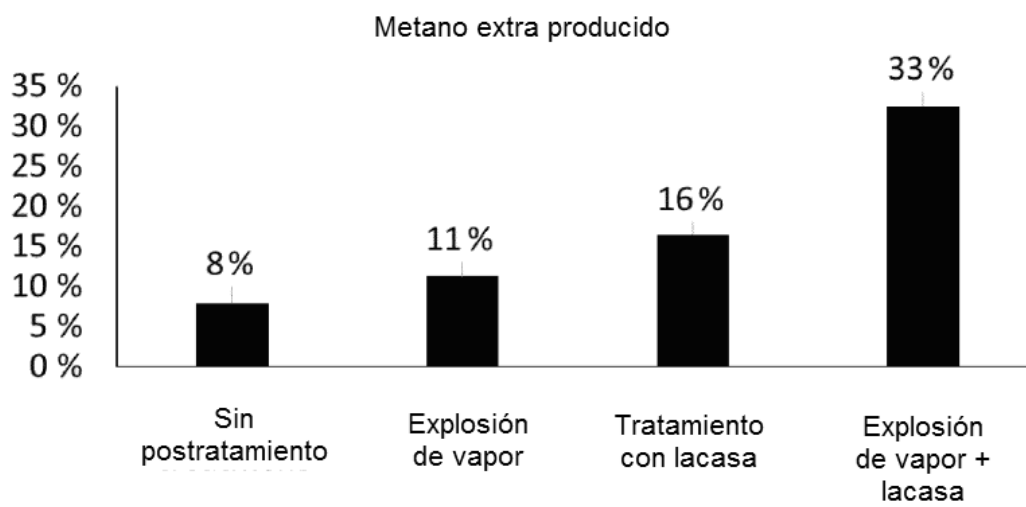


Fig. 4



*Fig. 5*



*Fig. 6*

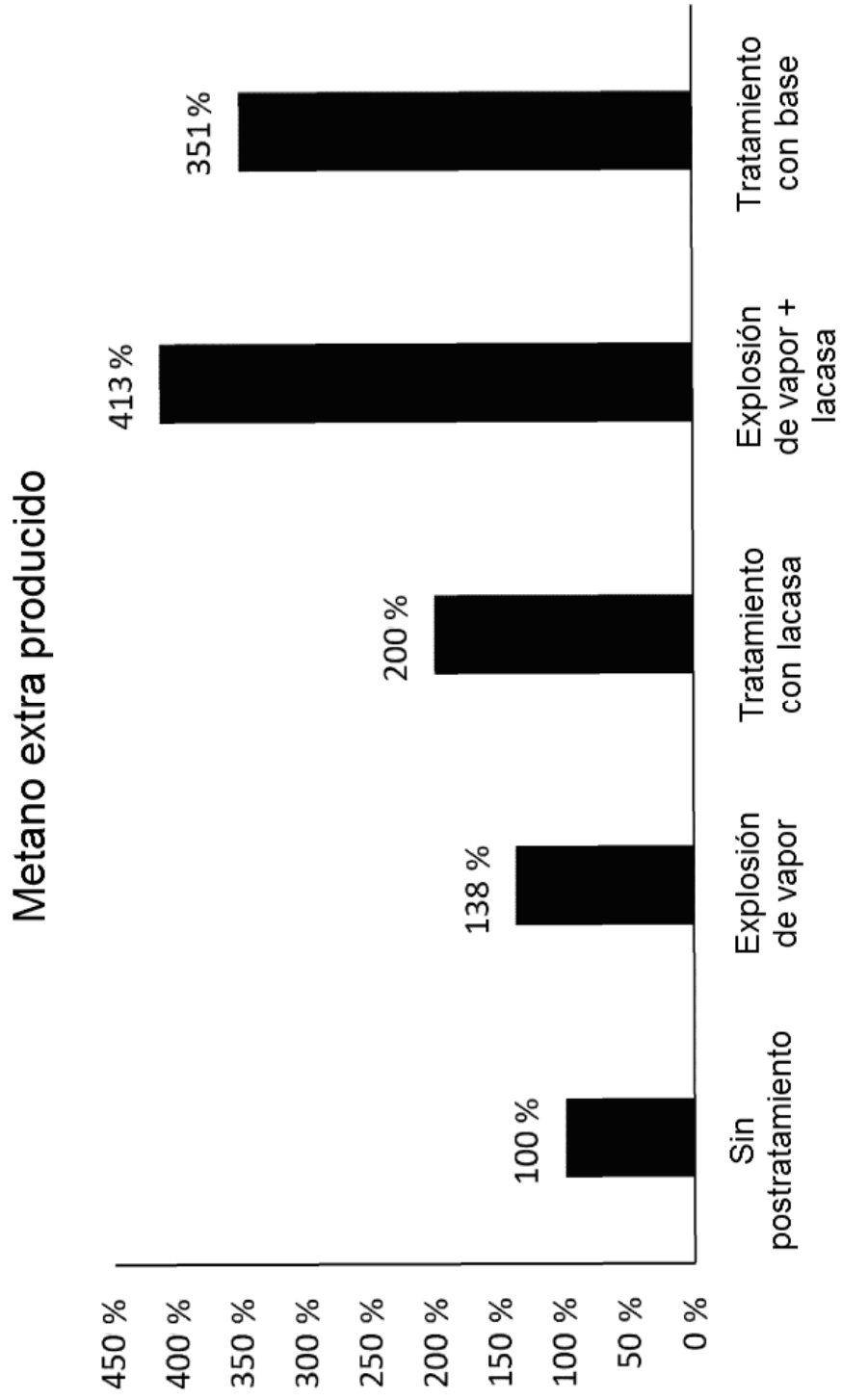


Fig. 7

Retirada de P de fracción de digestato de  
biomasa sólida durante 24 horas

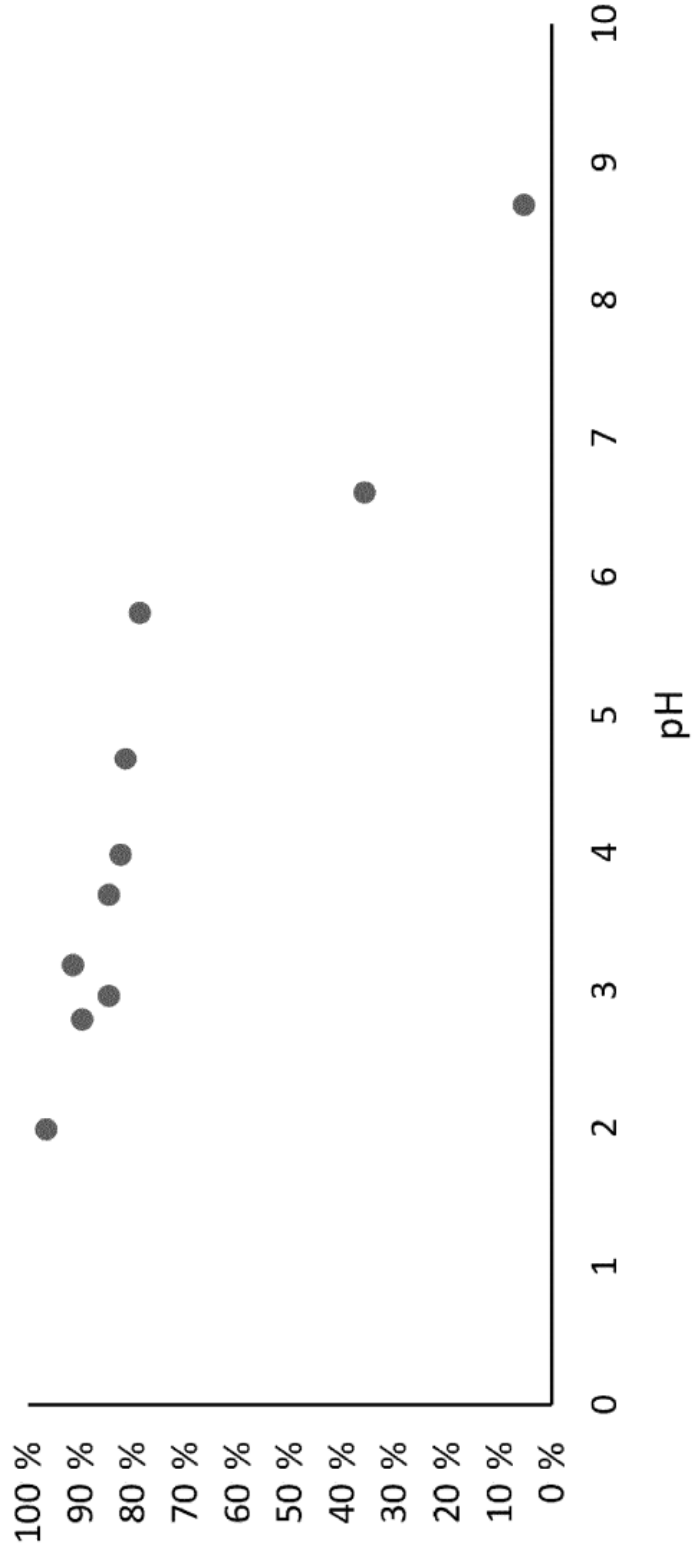


Fig. 8

Retirada de P de fracción de digestato de biomasa  
sólida durante 24 horas

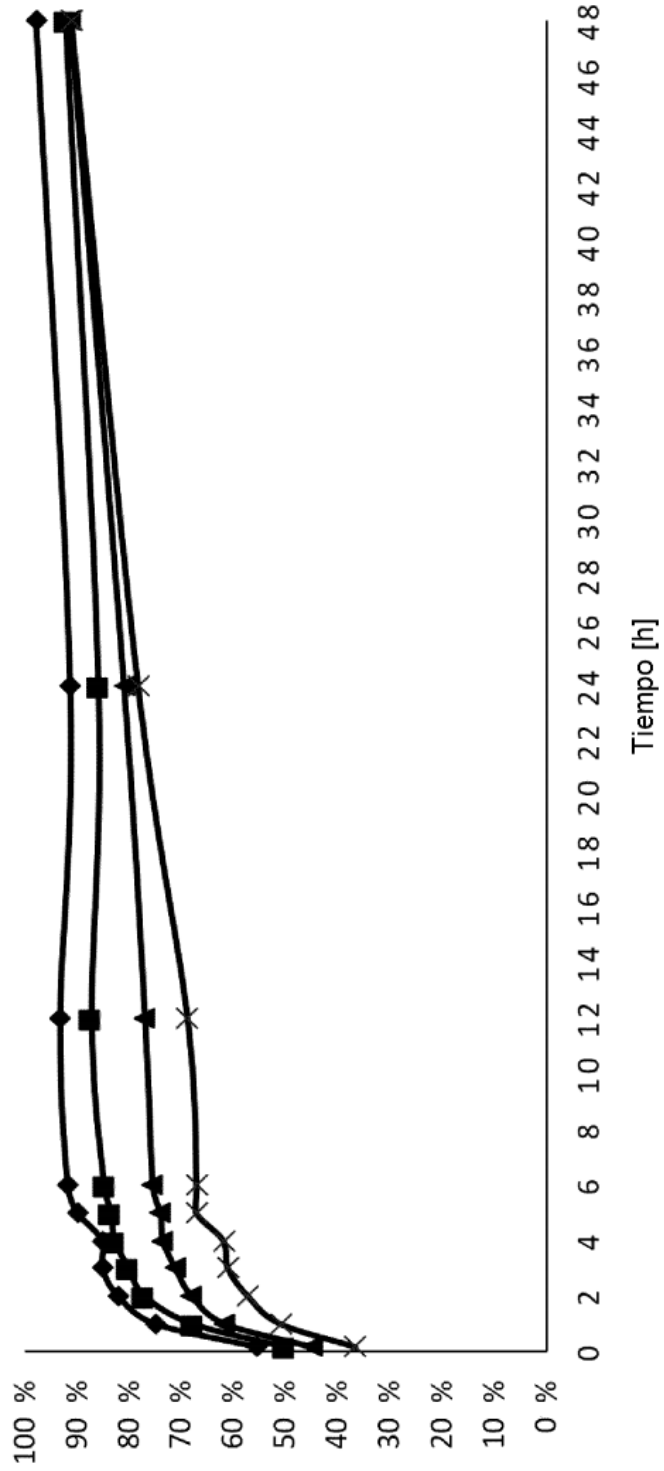


Fig. 9

Retirada de P de fracción de digestato de biomasa sólida durante 24 horas

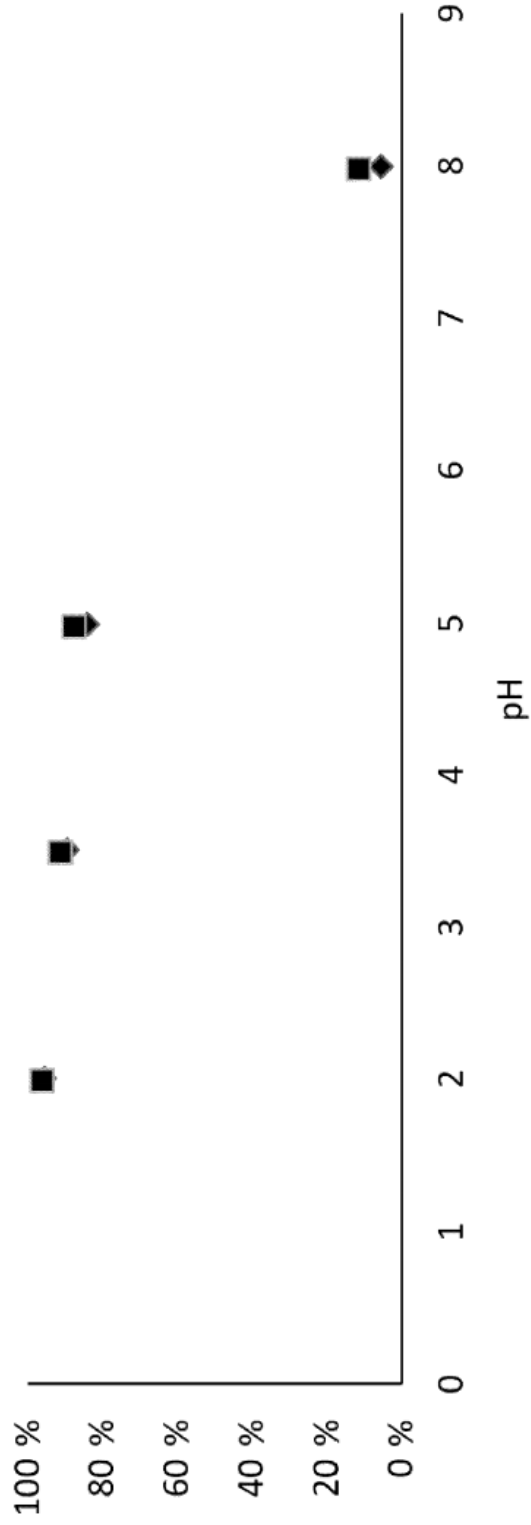


Fig. 10