



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL

Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior  
Instituto Nacional da Propriedade Industrial



## CARTA PATENTE N.º PI 0313272-2

*Patente de Invenção*

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0313272-2

(22) Data do Depósito : 28/07/2003

(43) Data da Publicação do Pedido : 19/02/2004

(51) Classificação Internacional : C12P 7/08; C12N 9/42; C13K 1/02; D21C 5/00; C12P 7/06

(30) Prioridade Unionista : 05/08/2002 GB 02 18019.8

(54) Título : Processo para produzir produto de fermentação

(73) Titular : CIBA SPECIALTY CHEMICALS WATER TREATMENTS LIMITED, Sociedade Britânica. Endereço: CLECKHEATON ROAD, LOW MOOR, BRADFORD, BD12 0JZ, WEST YORKSHIRE, Reino Unido (GB).

(72) Inventor : Jonathan Hughes. Endereço: 6 Lightridge Road, Fixby, Huddersfield, W. Yorks. HD2 2HE, Reino Unido. Cidadania: Britânica.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 15/04/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 15 de Abril de 2014.

Assinado digitalmente por  
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira  
Diretor de Patentes



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para **"PROCESSO PARA PRODUZIR PRODUTO DE FERMENTAÇÃO"**.

A presente invenção se refere aos processos de tratar material derivado de planta para proporcionar um licor aquoso contendo açúcares, os  
5 quais são usados em um processo de fermentação para produzir um produto de fermentação. Tipicamente, tais produtos de fermentação incluem, por exemplo, o etanol, o glicerol, a acetona, o n-butanol, o butanodiol, o isopropanol, o ácido butírico, o metano, o ácido cítrico, o ácido fumárico, o ácido lático, o ácido propiônico, o ácido succínico, o ácido itacônico, o ácido acético,  
10 o acetaldeído, o ácido 3-hidroxiopropiônico, o ácido glicônico, o ácido tartárico e os aminoácidos, tais como o ácido L-glutárico, a L-lisina, o ácido L-aspartico, o L-triptofano, as L-arilglicinas ou os sais de quaisquer destes ácidos. É conhecido tratar uma biomassa com ácido a fim de hidrolisar os polissacarídeos até os açúcares componentes, que podem ser usados em um processo  
15 de fermentação para produzir um produto de fermentação. Por exemplo, a US-A-4384897 descreve um método de tratar material de biomassa, no qual ele é submetido a uma hidrólise de dois estágios em que polissacarídeos que são mais facilmente hidrolisados, tais como a hemicelulose, e então, em um segundo estágio, o material mais difícil de despolimerizar, por exemplo, a  
20 celulose, é despolimerizado usando um tratamento hidrolítico mais severo. Os produtos do primeiro e do segundo estágios incluem as soluções de açúcares, os ácidos orgânicos e os aldeídos. Os monossacarídeos são submetidos à fermentação para produzir o etanol, e a bebida fermentada resultante da fermentação pode então ser submetida à retificação para produzir o etanol de grau comercial. A US-A-4384897 especifica proporcionar aperfeiçoamentos na lavagem mais eficiente dos sólidos, no uso de lavagem em co-  
25 corrente ou de lavagem em contra-corrente dos sólidos e propõe o uso de íons férrico e ou de alumínio como agentes floculantes para separar os sólidos finamente dispersos resultantes da neutralização da corrente de licor de hidrolisado.  
30 hidrolisado.

Kyoung Heon Kim e outros (Applied Biochemistry and Biotechnology, Vol. 91-93, páginas 253-267) investigam a hidrólise em contra-corrente

continua e a extração de hemicelulose de resíduos de madeira pré-tratados com ácido e consideram o efeito sobre a taxa de drenagem de uma tal biomassa pré-tratada. Um extrator de parafuso em contra-corrente contínuo usado baseia-se na percolação da água por gravidade através da biomassa pré-tratada. Uma dificuldade identificada é que a biomassa pré-tratada tem propriedades de drenagem de água insatisfatórias e pode ocorrer a canalização ou o bloqueio dentro do extrator, o que pode resultar na baixa recuperação de açúcar ou no baixo rendimento.

Seria desejável aperfeiçoar as propriedades de drenagem do material derivado de planta tratado com ácido, a fim de maximizar a recuperação de açúcares.

É também conhecido a partir de um relatório do National Renewable Energy Laboratory (NREL) ("Laboratório de Energia Renovável Nacional"), intitulado "Lignocellulose Biomass to Ethanol Process Design and Economics of Co-Current Dilute Acid Prehydrolysis and Enzymatic Hydrolysis Current and Future Scenarios" NREL/IP-580-26157 (julho de 1999), tratar a celulose como o segundo polissacarídeo por uma enzima celulase, a fim de hidrolisar a celulose até os seus açúcares componentes. Em uma forma deste processo, o resíduo sólido subproduto, resultante da primeira etapa de hidrólise e contendo celulose, é dividido em uma corrente principal e uma corrente secundária. A corrente principal é alimentada diretamente ao vaso de fermentação e a corrente secundária é passada para um estágio de produção de celulase, no qual os fungos são deixados crescerem e atuarem sobre a celulose, de modo tal que os açúcares e a celulase são formados. Os açúcares e a celulase são então alimentados ao vaso de fermentação e a celulase atua sobre a celulose da corrente principal e a converte nos açúcares componentes que, por sua vez, podem ser fermentados para gerar o produto de fermentação.

É normalmente necessário lavar o subproduto sólido para assegurar que ele esteja substancialmente livre de ácido, e em particular ácido acético, o qual é usado durante a hidrólise da hemicelulose. É necessário fazer isto visto que o ácido acético ou as outras impurezas poderiam enve-

nenar os fungos usados na produção da celulase ou a celulase produzida a partir destes. Normalmente a água de lavagem é água reciclada, por exemplo a água que tenha sido separada do licor de resíduos do destilador na recuperação por destilação do produto de fermentação no qual tenham sido  
5 removidos os sólidos suspensos.

Visto que a água de lavagem pode conter outras impurezas que poderiam ser nocivas para a celulase, ou para os processos de fermentação, seria desejável minimizar a quantidade de água de lavagem usada.

Um problema particular que pode ocorrer é que a eficiência do  
10 processo pode ser variável e algumas vezes resultando na produção diminuída do produto de fermentação. Há uma necessidade de aperfeiçoar adicionalmente o rendimento de produto de fermentação produzido neste processo e aumentar a taxa de produção.

De acordo com a presente invenção, foi proporcionado um processo de produzir produto de fermentação compreendendo as etapas de,  
15

- (i) formar uma suspensão acidificada de material derivado de planta particulado compreendendo um primeiro polissacarídeo, o qual é mais prontamente hidrolisável, e um segundo polissacarídeo, o qual é mais difícil de hidrolisar,
- 20 (ii) deixar que o primeiro polissacarídeo sofra hidrólise por ação do ácido, em uma temperatura de pelo menos 50°C, sob condições tais que o primeiro polissacarídeo seja hidrolisado e, desse modo, formando uma mistura de um licor aquoso contendo açúcar dissolvido e um resíduo sólido contendo o segundo polissacarídeo,
- 25 (iii) submeter a mistura a um ou mais estágios de separação nos quais o resíduo sólido e o licor aquoso de açúcar são substancialmente separados um do outro,
- (iv) opcionalmente lavar o resíduo substancialmente livre de ácido e açúcar,
- 30 (v) ajustar o pH do licor aquoso para pelo menos 4,
- (vi) passar o licor aquoso da etapa (iv) para um estágio de fermentação onde os açúcares dissolvidos são atuados por um microorganismo

em um caldo de fermentação, para produzir um produto de fermentação,

(vii) contatar o segundo polissacarídeo por uma enzima, a dita enzima hidrolisa o segundo polissacarídeo até os açúcares componentes, e  
5 deixar que os açúcares componentes sejam atuados por um micro-organismo no caldo de fermentação, para produzir o produto de fermentação,

(viii) separar o produto de fermentação do caldo,

10 caracterizado pelo fato de que o(s) estágio(s) de separação na etapa (iii) é/são auxiliado(s) por floculação do subproduto sólido, empregando um ou mais agentes floculantes selecionados a partir do grupo consistindo em polímeros naturais, seminaturais e sintéticos, solúveis em água ou capazes de intumescerem em água, e materiais micro-particulados carregados.

15 Foi verificado que surpreendentemente, por utilização do processo de floculação especial no estágio de separação, pode ser obtido um rendimento consistentemente alto de produto de fermentação. É acreditado que o ácido residual e o açúcar na alimentação de resíduo sólido interfiram com a formação da enzima e a ação da enzima sobre o segundo polissacarídeo no resíduo sólido. Isto, por sua vez, resulta na conversão incompleta  
20 do segundo polissacarídeo nos açúcares componentes, o que, por sua vez, resulta em um rendimento reduzido de produto de fermentação.

O estágio de separação aperfeiçoado no processo também tem a vantagem que a solução de açúcar resultante do primeiro estágio de hidrólise está substancialmente livre de material sólido irrelevante, tal como as  
25 fibras celulósicas.

De acordo com o processo da presente invenção, a enzima que atua sobre o segundo polissacarídeo pode ser introduzida diretamente no resíduo sólido subproduto, logo que ele tiver sido separado do licor de açúcar que resulta da hidrólise do primeiro polissacarídeo, ou ela pode ser adi-  
30 cionada assim que o segundo polissacarídeo tiver sido introduzido no processo de fermentação. A enzima pode ser introduzida deixando que um fun-

go cresça sobre o segundo polissacarídeo, em que o fungo gera uma enzima que hidrolisa o polissacarídeo até os seus açúcares componentes.

O fungo capaz de produzir enzimas adequadas pode ser *Trichoderma reesei*, *Aspergillus niger*, *Humicola insolens* e *Thermomonospora fusca*.

Alternativamente, o subproduto sólido contendo o segundo polissacarídeo é alimentado ao vaso de fermentação e uma enzima comercialmente disponível é adicionada diretamente ao vaso de fermentação, a fim de atuar sobre o segundo polissacarídeo.

Em uma forma preferida da invenção, o resíduo sólido da etapa (iv) compreendendo o segundo polissacarídeo é dividido em uma corrente principal e uma corrente secundária. A corrente principal é passada diretamente para o estágio de fermentação, porém a corrente secundária de resíduo de polissacarídeo é passada para um estágio de produção de enzima. Neste estágio, a enzima é gerada deixando os fungos atuarem sobre o resíduo de polissacarídeo, e isto resulta na formação de enzima e converte o segundo polissacarídeo em seus açúcares componentes. A enzima e os açúcares resultantes são passados para o vaso de fermentação. O processo da enzima resulta na produção de enzima suficiente para atuar sobre o segundo polissacarídeo introduzido no estágio de fermentação a partir da corrente principal. Portanto, o segundo polissacarídeo no vaso de fermentação é então hidrolisado até os açúcares componentes.

Alternativamente, todo o resíduo sólido da etapa (iv) compreendendo o segundo polissacarídeo é passado para um estágio de tratamento de enzima, no qual a enzima é gerada deixando que os fungos cresçam sobre o polissacarídeo. A enzima hidrolisa o polissacarídeo até os açúcares componentes e então os açúcares são passados para o estágio de fermentação, no qual os açúcares são convertidos no produto de fermentação. Entretanto, a concentração crescente de açúcares poderia inibir o processo de produção da enzima e, assim, pode ser necessário remover continuamente os açúcares que são formados.

O material derivado de planta é tipicamente qualquer fonte co-

mercialmente disponível de polissacarídeos, particularmente os materiais celulósicos. Tipicamente, o material celulósico compreende os materiais selecionados a partir do grupo consistindo em biomassa herbácea, biomassa de madeira macia, biomassa de madeira-de-lei, lama de águas-servidas, 5 lama de moinho de papel e a fração de biomassa de resíduo sólido municipal. A biomassa herbácea pode, por exemplo, ser o bagaço, a palha de arroz, as cascas de arroz, a palha de milho, a palha de trigo, o capim, as árvores e o refugo de descaroçadeira de algodão.

De preferência, o material derivado de planta é celulósico e 10 compreende a hemicelulose como o primeiro polissacarídeo e a celulose como o segundo polissacarídeo. Geralmente, o material derivado de planta também contém lignina ou materiais do tipo lignina, os quais permanecem no subproduto sólido.

A suspensão acidificada pode ser formada combinando um material particulado compreendendo celulose, hemicelulose e lignina com um 15 ácido diluído. Alternativamente, a suspensão pode ser feita por tratamento de uma biomassa celulósica com gás de dióxido de enxofre, vapor e água, em uma temperatura elevada. Tipicamente, o processo pode ser conduzido por impregnação do material de biomassa com o gás SO<sub>2</sub>, seguido por vapor 20 a 205 até 215°C, por 5 minutos, e então a adição de água para formar uma pasta fluida (Stenberg e outros, Recycling of Process Streams, Applied Biochemistry, Vol 70-72, 1998, páginas 697-707, 1998).

Por diluído significa-se que o ácido geralmente tem uma concentração de menos do que 10% em peso, todavia, normalmente a concentração 25 será muito menor, por exemplo menos do que 5%. O ácido pode ser um ácido mineral forte, tal como o ácido clorídrico, o ácido sulfúrico, o ácido sulfuroso, o ácido fluorídrico, o ácido nítrico e o ácido fosfórico. Alternativamente, o ácido pode ser um ácido orgânico, por exemplo o ácido carbônico, o ácido tartárico, o ácido glicurônico, o ácido fórmico, o ácido tricloroacético ou 30 outros ácidos carboxílicos.

O ácido idealmente exibe um pKa abaixo de 4. São obtidos resultados preferidos utilizando o ácido clorídrico ou o ácido sulfúrico.

A hidrólise do primeiro polissacarídeo é preferivelmente efetuada em uma temperatura de entre 120 e 220°C, por um período de 1 a 15 minutos, embora sejam possíveis temperaturas menores se o tempo de tratamento for mais longo.

5                Em cada um do primeiro e do segundo estágio de hidrólise, o hidrolisado resultante é então separado dos materiais sólidos, preferivelmente através de prensagem do material tratado para separar o resíduo como um produto sólido. O produto sólido que é separado pode ser submetido a pelo menos um ciclo de lavagem, para remover qualquer solução de açúcar residual do sólido. O ciclo de lavagem compreende lavar o produto sólido com um líquido de lavagem adequado. O líquido de lavagem pode ser a água. Normalmente, a água de lavagem é a água reciclada, por exemplo a água que tenha sido separada do licor de resíduos do destilador na recuperação por destilação do produto de fermentação no qual tenham sido re-  
10                movidos os sólidos suspensos.

O hidrolisado líquido que contém os açúcares e o ácido pode então ser coletado para processamento adicional. Quando o primeiro polissacarídeo for a hemicelulose, o hidrolisado resultante é geralmente os açúcares de C<sub>5</sub> e quando o segundo polissacarídeo for a celulose, o hidrolisado  
20                é geralmente os açúcares de C<sub>6</sub>.

Em cada caso, é importante ajustar o pH dos licores de ácido e açúcar até um valor de pH de pelo menos 4. O ajuste do pH pode ser feito por adição de uma base ou por uso de uma resina trocadora de íons, a qual é capaz de neutralizar o ácido. De preferência, o pH do licor aquoso de açúcar acidificado que resulta do processo de digestão é ajustado para um pH de pelo menos 10 por adição de um material básico, tal como o carbonato de sódio, e então ajuste subsequente do pH para um pH mais neutro ou ligeiramente ácido. Desejavelmente, o pH pode ser ajustado para um valor de entre 10 e 12, preferivelmente cerca de 11, por adição de uma base, seguido  
25                por titulação para pH 4 e 5, preferivelmente aproximadamente pH 4,5.  
30               

Alternativamente, o ácido pode ser removido do licor passando o hidrolisado através de um leito de glóbulos de resina para remover o ácido.



A corrente aquosa de açúcar, a qual contém desejavelmente pelo menos 98% do açúcar presente no hidrolisado, pode então ser recuperada.

Após a separação do ácido da corrente de açúcar, o ácido é preferivelmente concentrado para reutilização, por exemplo através de evaporação.

O processo de fermentação da presente invenção tipicamente envolve deixar a fermentação processar-se por 3 a 5 dias. Os produtos de fermentação voláteis podem ser removidos continuamente por recirculação do dióxido de carbono através de uma coluna de condensação esfriada. De modo desejável, os produtos de fermentação são coletados da coluna de condensação após três a cinco dias e então destilados. De preferência, os produtos de fermentação voláteis são separados do caldo passando o caldo que compreende o produto de fermentação para um estágio de destilação, onde o composto de fermentação é coletado como um destilado, e o resíduo, 'resíduos do destilador', é removido. Os microorganismos podem ser separados do caldo de fermentação ou preferivelmente dos resíduos do destilador, preferivelmente através de centrifugação, e podem ser reciclados para reutilização. Em um aspecto preferido da invenção, o produto de fermentação é separado do caldo por passagem do caldo que compreende o produto de fermentação para um estágio de concentração, no qual o composto de fermentação é coletado no concentrado e extraído por pelo menos um meio selecionado a partir do grupo consistindo em troca iônica, extração com solvente e eletrodialise.

O processo pode ser usado para preparar uma faixa de produtos de fermentação, porém preferivelmente o produto de fermentação é selecionado a partir do grupo consistindo em etanol, glicerol, acetona, n-butanol, butanodiol, isopropanol, ácido butírico, metano, ácido cítrico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido propiônico, ácido succínico, ácido itacônico, ácido acético, acetaldeído, ácido 3-hidroxipropiônico, ácido glicônico, ácido tartárico e aminoácidos, tais como ácido L-glutárico, L-lisina, ácido L-aspartico, L-triptofano, L-arilglicinas ou sais de quaisquer destes ácidos.

Os microorganismos usados no processo de fermentação da

presente invenção podem ser, por exemplo, uma levedura, tal como a espécie *Kluyveromyces*, a espécie *Candida*, a espécie *Pichia*, a espécie *Brettanomyces*, a espécie *Saccharomyces*, tal como *Saccharomyces cerevisiae* e *Saccharomyces uvarum*, a espécie *Hansenula* e a espécie *Pachysolen*. Alternativamente, o microorganismo pode ser uma espécie bacteriana, tal como *Leuconostoc*, *Enterobacter*, *Klebsiella*, *Erwinia*, *Serratia*, *Lactobacillus*, *Lactococcus*, *Pediococcus*, *Clostridium*, *Acetobacter*, *Gluconobacter*, *Lactobacillus*, *Aspergillus*, *Propionibacterium*, *Rhizopus* e *Zymomonas mobilis*. Além disso, as cepas geneticamente modificadas também podem ser usadas.

Visto que o produto sólido geralmente compreende lignina e materiais análogos, ele pode ser particularmente difícil de se separar do licor. Foi verificado inesperadamente que a produção de produto de fermentação pode ser significativamente aperfeiçoada aplicando um ou mais agentes flocculantes à separação do hidrolisado a partir do produto sólido. Foi verificado que o produto sólido pode ser mais eficientemente desaguado pelo processo e que pode ser atingido um maior teor de sólidos na torta. Visto que o produto sólido pode ser mais eficientemente desaguado, há uma exigência reduzida por capacidade de equipamento de separação e pode ser usado um equipamento que gaste menos capital e seja menos oneroso de operar, tal como uma prensa de filtro. Uma vez que podem ser atingidos maiores teores de sólidos na torta, menos da solução de ácido e açúcar permanece no sólido residual subproduto. Portanto, a quantidade de água requerida para lavar o sólido subproduto livre de ácido e açúcar é muito reduzida, aperfeiçoando tanto a produtividade quanto a eficiência do processo.

Adequadamente, o agente flocculante é selecionado a partir do grupo consistindo em polímeros naturais, seminaturais e sintéticos, solúveis em água ou capazes de intumescer em água. De preferência, o polímero é sintético e pode ser formado por polimerização de pelo menos um monômero catiônico, não-iônico e/ou aniônico, sozinho ou com outros monômeros solúveis em água. Por solúvel em água foi pretendido que o monômero tenha uma solubilidade de pelo menos 5 g/100 ml, a 25°C.

De preferência, os agentes flocculantes poliméricos são formados a partir de monômeros solúveis em água, etilenicamente insaturados, que prontamente polimerizam-se para produzir polímeros de alto peso molecular. Os polímeros particularmente preferidos incluem os monômeros que são  
5 selecionados a partir do grupo consistindo em sais de poliacrilato, poliacrilamida, copolímeros de acrilamida com ácido (met) acrílico ou seus sais, copolímeros de acrilamida com (met) acrilato de dialquilaminoalquila ou sais de adição de ácidos ou de amônio quaternário, polímeros de cloreto de dialildimetil amônio, poliaminas e polietileno iminas. Os polímeros podem ser lineares,  
10 ramificados ou reticulados.

Os polímeros podem ser preparados por qualquer processo convencional conveniente, por exemplo através de polimerização em solução, polimerização em gel, polimerização em suspensão de fase reversa e polimerização em emulsão de fase reversa. Os processos adequados incluem  
15 aqueles descritos na EP-A-150933 ou na EP-A-102759.

Os polímeros adequados são polímeros aniônicos, catiônicos e não-iônicos. Os polímeros preferidos são polímeros não-iônicos e catiônicos de peso molecular suficientemente alto, de modo tal que ele exiba uma viscosidade intrínseca de pelo menos 4 dl/g. Uma tal viscosidade intrínseca  
20 geralmente indica um polímero de peso molecular de diversos milhões, por exemplo, geralmente maior do que 5.000.000 e normalmente pelo menos 7.000.000. Em geral, o polímero preferivelmente tem uma viscosidade intrínseca maior do que 6 dl/g, freqüentemente pelo menos 8 ou 9 dl/g. A viscosidade intrínseca pode ser tão alta quanto 30 dl/g ou maior. Em muitos casos,  
25 todavia, os polímeros catiônicos adequados exibem uma viscosidade intrínseca na faixa de 7 a 25 dl/g, em particular 10 a 20 dl/g, em particular em torno de 14 ou 15 dl/g.

Os monômeros catiônicos adequados incluem os sais de amônio quaternário ou de ácidos de monômeros que contêm grupos amina. De preferência, o polímero catiônico é formado a partir de um monômero ou mistura de monômeros compreendendo pelo menos um monômero catiônico selecionado a partir do grupo consistindo em sais de amônio quaternário e de  
30

ácidos de (met) acrilato de dimetilaminoetila, sais de amônio quaternário e de ácido de dimetilaminometil (met) acrilamida e cloreto de dialildimetil amônio. Os monômeros catiônicos podem ser homopolimerizados ou copolimerizados com outros monômeros, por exemplo a acrilamida. Os polímeros catiônicos, assim, podem ser qualquer polímero que carregue um catiônico, desde que, obviamente, eles sejam de peso molecular suficientemente alto para exibir uma viscosidade intrínseca de pelo menos 4 dl/g. A viscosidade intrínseca é medida usando um viscosímetro de nível suspenso em NaCl a 1M tamponado até pH 7,5, a 25°C.

Os polímeros catiônicos de acordo com a invenção podem ser preparados como polímeros substancialmente lineares ou como polímeros ramificados ou estruturados. Os polímeros estruturados ou ramificados são normalmente preparados por inclusão de monômeros polietilenicamente insaturados, tais como metileno-bis-acrilamida, na mistura de monômeros, por exemplo como dado na EP-B-202780. De preferência, entretanto, os polímeros são substancialmente lineares e são preparados na forma de um produto de glóbulos ou em pó.

De modo adequado, o agente floculante polimérico seria adicionado como uma solução aquosa ou dispersão aquosa. O polímero pode ser adicionado em uma quantidade suficiente para efetuar a floculação. Tipicamente, a quantidade de agente floculante polimérico suficiente para induzir a floculação seria normalmente pelo menos 0,002% em peso, com base no peso dos sólidos suspensos. Normalmente, uma melhor floculação e, portanto, separação, pode ser obtida se pelo menos 0,01% for usado. A dose pode ser substancialmente maior, por exemplo até 1%. Entretanto, a floculação e a separação ótimas são normalmente obtidas usando doses na faixa de 0,015% a 0,2%, especialmente 0,02% a 0,1%. Seguindo a floculação dos sólidos suspensos, o produto sólido pode ser separado do licor aquoso de hidrolisado por meios mecânicos, por exemplo, prensa de filtro, centrífuga, prensa de correia, filtro de correia horizontal ou filtro de pressão. A ação do agente floculante aumenta muito a separação dos sólidos do licor em comparação com a separação usando somente meios mecânicos. Foi verificado

que o processo da presente invenção proporciona um maior teor de sólidos na torta, com menos licor aquoso residual capturado, o que significa que uma proporção maior do licor de açúcar está disponível para a conversão no produto de fermentação. Igualmente, foi verificado que o licor aquoso contém níveis muito menores de sólidos celulósicos suspensos irrelevantes. Além disso, foi também verificado que menos água de lavagem é requerida.

O produto sólido que resulta da etapa de separação deve estar tão seco quanto possível, a fim de impedir qualquer perda de açúcar, o qual, de outro modo, seria usado no processo de fermentação.

Em uma modalidade preferida adicional da presente invenção, o agente floculante é um material microparticulado carregado. Os exemplos particularmente adequados de materiais microparticulados carregados incluem as argilas capazes de intumescer, os materiais à base de sílica microparticulados, aniônicos, catiônicos ou anfotéricos, e as micropartículas poliméricas reticuladas orgânicas.

O material silicioso pode ser quaisquer dos materiais selecionados a partir do grupo consistindo em partículas à base de sílica, microgéis de sílica, sílica coloidal, sóis de sílica, sílica géis, polissilicatos, aluminossilicatos, polialuminossilicatos, borossilicatos, poliborossilicatos, zeólitos ou argila capaz de intumescer.

Este material silicioso pode estar na forma de um material microparticulado aniônico. Alternativamente, o material silicioso pode ser uma sílica catiônica. De modo desejável, o material silicioso pode ser selecionado a partir de sílicas e polissilicatos.

Os polissilicatos da invenção podem ser preparados por redução do pH de uma solução aquosa de um silicato de metal alcalino. Por exemplo, os microgéis polissilícicos, de outro modo conhecidos como sílica ativa, podem ser preparados por acidificação do silicato de metal alcalino até entre pH 2 e 10, por utilização de ácidos minerais ou resinas trocadoras de ácidos, sais de ácidos e gases ácidos. Pode ser desejado envelhecer o ácido polissilícico recentemente formado a fim de permitir que se forme uma estrutura de entrelaçamento tridimensional suficiente. Geralmente, o tempo de envelhe-

cimento é insuficiente para que o ácido polissilícico geleifique. O material silicioso particularmente preferido inclui os polialuminossilicatos. Os polialuminossilicatos podem ser, por exemplo, o ácido polissilícico aluminado, feito primeiramente formando micropartículas de ácido polissilícico e então pós-tratando com sais de alumínio. Alternativamente, os polialuminossilicatos podem ser microgéis polissilícicos poliparticulados de área de superfície em excesso de 1000 m<sup>2</sup>/g, formados por reação de um silicato de metal alcalino com sais de alumínio solúveis em ácido e água. Tipicamente, os polialuminossilicatos podem ter uma razão molar de alumina:sílica de entre 1:10 e 1:1500.

Os polialuminossilicatos podem ser formados por redução do pH de uma solução aquosa de silicato de metal alcalino até entre pH 2 e 10, usando ácido sulfúrico concentrado contendo 0,2 a 2,0% em peso de um sal de alumínio solúvel em água, por exemplo o sulfato de alumínio. A solução aquosa pode ser envelhecida suficientemente para o microgel tridimensional se formar. Tipicamente, o polialuminossilicato é envelhecido por até aproximadamente duas horas e meia, antes de diluir o polissilicato aquoso para 0,5% em peso de sílica.

O material silicioso pode ser um borossilicato coloidal. O borossilicato coloidal pode ser preparado contatando uma solução aquosa diluída de um silicato de metal alcalino com uma resina trocadora de cátions, para produzir um ácido silícico, e então formando uma espora ("heel") misturando conjuntamente uma solução aquosa diluída de um borato de metal alcalino com um hidróxido de metal alcalino, para formar uma solução aquosa contendo 0,01 a 30% de B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, tendo um pH de 7 a 10,5.

As argilas capazes de intumescerem podem, por exemplo, ser tipicamente uma argila do tipo bentonita. As argilas preferidas são capazes de intumescer em água e incluem as argilas que são naturalmente capazes de intumescerem em água ou as argilas que podem ser modificadas, por exemplo através de troca iônica, para torná-las capazes de intumescerem em água. As argilas capazes de intumescerem em água adequadas incluem, porém não estão limitadas às argilas freqüentemente referidas como hectori-

ta, esmectitas, montmorilonitas, nontronitas, saponita, sauconita, hormitas, atapulgitas e sepiolitas.

Mais preferivelmente, a argila é uma argila do tipo bentonita. A bentonita pode ser proporcionada como uma bentonita de metal alcalino. As  
5 bentonitas ocorrem naturalmente como bentonitas alcalinas, tais como a bentonita de sódio, ou como o sal de metal alcalino-terroso, normalmente o sal de cálcio ou de magnésio. Geralmente, as bentonitas de metais alcalino-terrosos são ativadas por tratamento com carbonato de sódio ou bicarbonato de sódio. A argila bentonita capaz de intumescer, ativada, é freqüentemente  
10 fornecida como um pó seco. Alternativamente, a bentonita pode ser proporcionada como uma pasta fluida escoável com alto teor de sólidos, por exemplo pelo menos 15 ou 20% de sólidos.

Quando o material microparticulado carregado compreender micropartículas poliméricas reticuladas orgânicas, as micropartículas podem  
15 ser feitas como microemulsões por um processo que emprega uma solução aquosa compreendendo um monômero catiônico ou aniônico e agente reticulador; um óleo compreendendo um hidrocarboneto saturado; e uma quantidade eficaz de um tensoativo, suficientes para produzir partículas de menos do que cerca de 0,75 micron de diâmetro de tamanho de partícula médio  
20 numérico não intumescida. Os microglóbulos são também feitos como microgéis pelos procedimentos descritos por Ying Huang e col., Makromol. Chem. 186, 273-281 (1985), ou podem ser obtidos comercialmente como micromalhas. O termo "micropartícula", conforme usado aqui, é pretendido incluir todas estas configurações, isto é, os glóbulos per se, os microgéis e  
25 as micromalhas. O material de micropartículas carregadas pode ser usado em quantidades de pelo menos 0,002% com base no peso dos sólidos suspensos. Tipicamente, todavia, as doses são normalmente tão altas quanto 0,8 ou 1,0% ou maiores. Quando o material de micropartículas carregadas for inorgânico, a dose está normalmente em excesso de 0,06%, preferivel-  
30 mente na faixa de 0,1 a 0,6%. Quando a micropartícula carregada for orgânica, a dose é tipicamente abaixo de 0,3%, preferivelmente na faixa de 0,02 a 0,1%.

Inesperadamente, foi verificado que o licor de hidrolisado pode ser separado particularmente de forma rápida quando a floculação for efetuada empregando um polímero solúvel em água ou capaz de intumescer em água e um material microparticulado carregado. Em um aspecto, foi verificado que a floculação e a separação particularmente efetivas dos sólidos a partir do licor são atingidas quando a floculação for realizada por introdução de um material de micropartículas aniônico na mistura e, então, floculação novamente por adição de um polímero catiônico ou substancialmente não-iônico. Em uma modalidade preferida adicional da presente invenção, foi verificado que a separação especialmente rápida e eficiente dos sólidos é atingida por um processo no qual a floculação é efetuada por introdução de um polímero catiônico na mistura e então floculação novamente por adição de um material microparticulado aniônico.

Os exemplos que se seguem ilustram a invenção.

#### 15 Exemplo 1

Pré-hidrólise: Lascas de madeira moídas, vaporizadas com vapor em baixa pressão até aproximadamente 100°C. Após a vaporização, o ácido sulfúrico concentrado é diluído e adicionado à mistura até que a mistura contenha 0,52% de ácido e os sólidos no reator sejam 22% em peso. A mistura é então aquecida com vapor até 175°C por 15 minutos. A mistura é então esfriada de modo súbito por 15 minutos para remover 6,5% do ácido acético e 61% do furfural e hidroximetil furfural.

Separação: Os sólidos insolúveis a 26%, presentes na pasta fluida pré-hidrolisada (contendo 0,38% de ácido sulfúrico), são então separados sobre uma prensa de filtro. Antes da prensagem, as soluções de floculante ou os floculantes (a 0,2 até 0,5% de sólidos) e/ou as suspensões particuladas (a 0,2 até 0,5% de sólidos) são adicionados à corrente de alimentação, com agitação necessária, em uma dose de 0,22 a 2 kg por tonelada de sólidos. Os floculantes aumentam a taxa de drenagem livre por gravidade através de uma correia porosa, antes da preparação de uma torta de filtro em uma zona de cunha e do deságüe adicional subsequente em uma zona de pressão. Um método de reduzir as toxinas que permanecem na porção



de líquido é lavar com água (reciclada).

Após a troca iônica para a remoção de ácido acético, a porção de líquido do hidrolisado é acidificada até pH 2, pela adição de ácido sulfúrico. A cal é então adicionada para elevar o pH para 10 e o licor é então aquecido até 50°C. O líquido é então ajustado até o pH de fermentação de 4,5 por 4 horas, permitindo que se formem cristais de gesso para a separação por filtração.

Sacarificação e Co-Fermentação Simultâneas (SSCF): Os sólidos hidrolisados destoxificados e diluídos são separados para as fermentações com celulase, a produção de sementes de *Z. mobilis* e os fermentadores de SSCF. A corrente de alimentação de hidrolisado é 22% de sólidos solúveis e insolúveis combinados. A porção de resíduo sólido hidrolisado que é separada para a produção de semente de *Z. mobilis* é aproximadamente 10%. A porção de hidrolisado separado para a produção de celulase é dependente tanto do rendimento de celulase sobre a xilose e a celulose presentes, quanto da carga requerida de enzima nas SSCF. Para a produção de celulase, o licor de hidrolisado condicionado com sólidos pré-hidrolisados, a água reciclada, o licor de infusão de milho (até 1%) e os nutrientes ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O, CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O e Tween 80) e o óleo de milho como um antiespumante (0,1% v/v) são combinados para dar uma concentração final de celulose de 4%. A batelada é então corrida por 160 horas, a 28°C, para produzir a celulase. Para SSCF, a pasta fluida de hidrolisados destoxificados (22% de sólidos totais) é esfriada até 30°C e adicionada ao fermentador juntamente com um inóculo de semente a 10% (v/v). O licor de infusão de milho é adicionado até 0,25% e a celulase para dar uma concentração final de 15 FPU/g de celulose e uma concentração inicial de celulose de 22%. A fermentação por SSCF, na qual a celulose é convertida em açúcares fermentáveis pela celulase e os açúcares fermentáveis convertidos em etanol por *Z. mobilis*, leva 7 dias.

### 30 Exemplo 2

Pré-hidrólise: As lascas de madeira macia (2 mm) com um teor de sólidos secos de 48% foram adicionadas a 400 g de água e aquecidas

para 190°C. Uma vez a 190°C, o ácido sulfúrico foi adicionado até uma concentração de 0,7%, sob pressão de nitrogênio, e a mistura foi deixada por 3 minutos. A temperatura foi rapidamente reduzida para 80°C e os sólidos insolúveis presentes na pasta fluida pré-hidrolisada (contendo 0,32% de ácido sulfúrico) foram então separados sobre uma prensa de filtro. Antes da prensagem, as soluções de floculante ou os floculantes (a 0,2 até 0,5% de sólidos) e/ou as suspensões particuladas (a 0,5 até 15% de sólidos) são injetados na pasta fluida, com agitação necessária, em uma dose de 0,2 a 2 kg por tonelada de sólidos.

10                   Hidrólise com enzima: A água da torneira é adicionada à matéria sólida pré-hidrolisada recuperada, para ajustar o teor de matéria seca da suspensão para 7,5% (p/p). O pH foi ajustado para 4,8 com o hidróxido de cálcio e então 10% (p/p) de hidróxido de sódio foi usado para manter o pH a 4,8 durante a hidrólise. Para efetuar a hidrólise, a celulase (atividade 75 FPU/g) foi adicionada em uma dose de 0,175 g/g de material fibroso suplementado com 0,025 g/g de celobiase (atividade da  $\beta$ -galactosidase 400 IU/g). A hidrólise foi deixada processar-se por 4 dias. Os resíduos sólidos foram então separados em uma prensa de filtro. Antes da prensagem, as soluções de floculante ou os floculantes (a 0,2 até 0,5% de sólidos) ou as suspensões particuladas (a 0,5 até 15% de sólidos) são adicionadas à pasta fluida, com agitação necessária, em uma dose de 2 a 10 kg por tonelada de sólidos.

25                   Fermentação: O hidrolisado foi suplementado até uma concentração final de 0,5 g/L de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  e 0,025 g/L de  $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  e inoculado com levedura até uma concentração de 1% (p/v). A fermentação foi mantida a 30°C e em pH 4,8 pela adição de 10% (p/p) de hidróxido de sódio.

### Exemplo 3

30                   A separação de ácido e açúcar do produto de fermentação da invenção foi avaliada usando o equipamento e os resultados obtidos agora serão descritos como forma de exemplo nos desenhos que acompanham, nos quais:

a Figura 1 é uma secção axial diagramática de uma seringa,

a Figura 2 mostra a seringa da Figura 1 contendo uma amostra a ser testada,

a Figura 3 ilustra a introdução de floculante na amostra,

5 a Figura 4 mostra um equipamento de teste na elevação do lado seccional da peça,

a Figura 5 é uma visão de plano seccional da peça do equipamento da Figura 4,

as Figuras 6 e 7 são secções verticais através de um dispositivo para separar o líquido da amostra,

10 a Figura 8 é um gráfico mostrando a condutância cumulativa, a qual se eleva a partir da remoção do ácido no líquido separado e

a Figura 9 é um gráfico da quantidade cumulativa de açúcar removido no líquido separado.

Com referência à Figura 1 dos desenhos, um invólucro de seringa com extremidade aberta 10, de seção transversal circular, é adaptado para receber os êmbolos da seringa 12 e 14 em cada extremidade aberta 16 e 18, respectivamente.

Conforme mostrado na Figura 2, uma amostra 20 de hidrolisado a ser examinado, opcionalmente juntamente com alguns rolamentos de esferas, é disposta no invólucro da seringa substancialmente na sua parte do meio e mantida no lugar pelos êmbolos 12 e 14. A seringa, juntamente com a amostra, é incubada por um período de tempo, por exemplo 15 minutos, em uma temperatura que é tipicamente cerca de 90°C. Após a incubação, um êmbolo é removido da seringa e, como mostrado na Figura 3, o floculante de polímero 24 é introduzido na amostra com uma pipeta 22. O êmbolo removido é substituído e a seringa agitada a fim de tentar assegurar que o polímero seja distribuído por toda a amostra. A seringa é então incubada novamente, por exemplo por aproximadamente dez minutos, em uma temperatura de, por exemplo, 90°C.

30 A velocidade na qual o líquido se separa dos sólidos, na amostra, pode agora ser medida usando o equipamento mostrado nas Figuras 4 e 5. Este consiste em um tubo verticalmente orientado 30, dimensionado para

receber a seringa em sua extremidade superior. A extremidade inferior do tubo 30 está disposta exatamente acima de um papel de filtro 32. Os contatos 34 são proporcionados adjacentes ao papel de filtro, os quais são arranjados para fornecer um sinal a um cronômetro 36 para iniciar o cronômetro quando o líquido se espalhar para os contatos 34 a partir do tubo. Um contato 38 adicional, ligado ao cronômetro, está arranjado para desligar o cronômetro quando o líquido do tubo atingir o contato 38. Isto é conhecido como Tempo de Sucção Capilar (CST) e é uma medida da velocidade de separação do líquido dos sólidos na amostra de teste.

Para obter o CST para a amostra, um êmbolo é removido e a seringa é inserida no tubo 30, o outro êmbolo sendo movido para o invólucro da seringa para colocar a amostra em contato com o papel de filtro 32, como ilustrado na Figura 4. O líquido que se separa da amostra espalha-se através do papel de filtro exteriormente a partir da área de contato da amostra com o papel de filtro, iniciando o cronômetro quando ele atinge os contatos 34 e interrompendo o cronômetro quando ele atinge o contato 38.

Usando o equipamento acima descrito, o CST foi determinado para 5 g de amostras de polímero floculante de hidrolisado sendo adicionado conforme mostrado na tabela que se segue:

O CST alvo era 98,8.

Adição do Polímero	CST segundos
Controle + 100 $\mu$ l de H <sub>2</sub> O	127,9
100 $\mu$ l de Polímero 1	91,8

O Polímero 1 é um homopolímero de acrilamida com uma VI de aproximadamente 15 dl/g.

#### Exemplo 4

Seguindo o procedimento descrito com referência às Figuras 1 a 3, após a segunda incubação, um dos êmbolos é removido da seringa e, conforme mostrado nas Figuras 6 e 7, a extremidade aberta da seringa inserida no topo aberto de uma seringa maior 40 tendo uma base perfurada 42 para suportar uma malha 44. Um cilindro receptor 46 está posicionado em

torno da extremidade inferior da seringa 40, e o conjunto de seringa 40 e cilindro 46 é montada no frasco 48 tendo uma conexão 50 a um vácuo. A amostra é lavada, e pode ser examinado o filtrado 52 que se coleta no cilindro receptor.

- 5 O equipamento com referência às Figuras 6 e 7 foi usado para examinar a separação de ácido e açúcar de uma amostra de hidrolisado tratada de acordo com a invenção.

Uma amostra de 5 g de hidrolisado derivado de palha de milho foi colocada no invólucro da seringa 10, juntamente com alguns rolamentos de esferas, e mantida no lugar com os êmbolos durante a incubação. 0,1 ml de uma solução a 1% de Polímero 1 foi introduzido na amostra por uma pipeta, conforme ilustrado na Figura 2. Após a segunda incubação, a amostra e o floculante foram transferidos do invólucro da seringa 10 para a seringa 40, uma malha de 58 micra tendo sido proporcionada sobre a base perfurada 42. 10 ml de água de lavagem foram distribuídos para a seringa 40 enquanto o vácuo era aplicado. A condutância do filtrado foi medida para cada 1 ml de líquido recuperado e os resultados da condutância cumulativa são mostrados sobre o gráfico da Figura 8, que também mostra os resultados obtidos a partir de uma amostra de controle. Conforme pode ser visto, a inclusão do floculante causou um rápido aumento na condutância na adição da água de lavagem, o que indica que o ácido está sendo removido.

20 A Figura 9 mostra o aumento na concentração de açúcar no filtrado com a adição de água de lavagem.

#### Exemplo 5

- 25 Seguindo o mesmo procedimento que no Exemplo 4, a quantidade real de açúcar recuperado foi avaliada com dois polímeros diferentes, em duas concentrações de polímero diferentes. Os testes foram efetuados duas vezes em cada concentração e os resultados mostrados na seguinte Tabela 1.

Concentração de Polímero

	200 ppm		600 ppm	
Controle	190 mg 7,8 ml	181 mg 7,4 ml	249 mg 8,3 ml	237 mg 7,8 ml
Polímero 2	211 mg 7,4 ml	200 mg 7,0 ml	257 mg 8,1 ml	244 mg 7,7 ml
Polímero 1	386 mg 7,2 ml	367 mg 6,8 ml	246 mg 8,9 ml	233 mg 8,5 ml

O Polímero 2 é um copolímero de 8% de acrilato de sódio, 92% de acrilamida, VI aproximadamente 9 dl/g.

- Os resultados acima são baseados na recuperação de cerca de 95% da água de lavagem. Recalculando-se os números na base teórica de que todos os 10 ml da água de lavagem são recuperados, os resultados são como se segue:

Concentração de Polímero

	200 ppm		600 ppm	
Controle	243 mg	231 mg	300 mg	285 mg
Polímero 2	285 mg	271 mg	317 mg	301 mg
Polímero 1	536 mg	509 mg	276 mg	262 mg

## REIVINDICAÇÕES

1. Processo para produzir produto de fermentação, caracterizado pelo fato de que compreende as etapas de:

- 5 (i) formar uma suspensão acidificada de material derivado de planta particulado celulósico compreendendo um primeiro polissacarídeo hemicelulose o qual é mais prontamente hidrolisável e um segundo polissacarídeo celulose o qual é mais difícil de hidrolisar,
- 10 (ii) deixar que o primeiro polissacarídeo sofra hidrólise por ação do ácido em uma temperatura de pelo menos 50°C sob condições tais que o primeiro polissacarídeo seja hidrolisado e desse modo formando uma mistura ácida de um licor aquoso contendo açúcar dissolvido e um resíduo sólido contendo o segundo polissacarídeo,
- 15 (iii) submeter a mistura ácida a um ou mais estágios de separação nos quais o resíduo sólido e o licor aquoso de açúcar são substancialmente separados um do outro,
- (iv) opcionalmente, lavar o resíduo substancialmente livre de ácido e açúcar,
- (v) ajustar o pH do licor aquoso para pelo menos 4,
- 20 (vi) passar o licor aquoso da etapa (v) para um estágio de fermentação onde os açúcares dissolvidos são atuados por um microorganismo em um caldo de fermentação para produzir um produto de fermentação,
- 25 (vii) contatar o segundo polissacarídeo por uma enzima, a dita enzima hidrolisa o segundo polissacarídeo até os açúcares componentes, e deixar que os açúcares componentes sejam atuados por um microorganismo no caldo de fermentação para produzir o produto de fermentação,
- 30 (viii) separar o produto de fermentação do caldo, sendo que o(s) estágio(s) de separação na etapa (iii) é/são auxiliado(s) por floculação do resíduo sólido, empregando um ou mais agentes floclantes selecionados a partir do grupo consistindo em polímeros solúveis em água, polímeros que intumescem em água e material microparticulado carregado.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o resíduo sólido da etapa (iv) compreendendo o segundo polissacarídeo é dividido em uma corrente principal e uma corrente secundária, e passando a corrente principal diretamente para o estágio de fermentação, em que a corrente secundária de resíduo de polissacarídeo é passada para um estágio de produção de enzima, no qual a enzima é gerada deixando os fungos atuarem sobre o resíduo de polissacarídeo, resultando na formação de enzima e açúcares que resultam do segundo polissacarídeo contido dentro da corrente secundária, então passando a enzima e os açúcares da etapa (vi) para o estágio de fermentação, em que a enzima atua sobre o segundo polissacarídeo no vaso de fermentação e hidrolisa o segundo polissacarídeo até os açúcares componentes.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o resíduo sólido da etapa (iv) compreendendo o segundo polissacarídeo é passado para um estágio de tratamento de enzima no qual a enzima é gerada deixando que os fungos cresçam sobre o polissacarídeo e a dita enzima hidrolisa o polissacarídeo até os açúcares componentes e então passando os açúcares resultantes para o estágio de fermentação no qual os açúcares são convertidos no produto de fermentação.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que o material derivado de planta compreende materiais selecionados a partir do grupo consistindo em biomassa herbácea, biomassa de madeira macia, biomassa de madeira-de-lei, lama de águas-servidas, lama de moinho de papel e a fração de biomassa de resíduo sólido municipal.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que o ácido tem um pKa de abaixo de 4 e tem uma concentração até 2% em peso.

6. Processo de acordo com qualquer um das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que o ácido é selecionado a partir de ácido sulfúrico e ácido clorídrico.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a



6, caracterizado pelo fato de que a hidrólise do primeiro polissacarídeo é conduzida em uma temperatura de entre 120 a 220°C por um período de 1 minuto até 15 minutos.

5 8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que o agente floculante é selecionado a partir do grupo consistindo em polímeros naturais, seminaturais e sintéticos solúveis em água ou capazes de intumescerem em água.

10 9. Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o polímero é formado a partir de um monômero solúvel em água ou mistura de monômeros.

15 10. Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que o polímero é selecionado a partir do grupo consistindo em sais de poliácrlato, poliácrlamida, copolímeros de acrlamida com ácido (met) acrílico ou seus sais, copolímeros de acrlamida com (met) acrlato de dialquilaminoalquila ou sais de adição de ácidos ou de amônio quaternário, polímeros de cloreto de dialildimetil amônio, poliaminas e polietileno iminas.

11. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 10, caracterizado pelo fato de que o agente floculante é um material microparticulado carregado.

20 12. Processo de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o material microparticulado carregado é selecionado a partir do grupo consistindo em argilas capazes de intumescerem, materiais à base de sílica microparticulados aniônicos, catiônicos ou anfotéricos e micropartículas poliméricas reticuladas orgânicas.

25 13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que a floculação é efetuada empregando um polímero solúvel em água ou capaz de intumescer em água e um material microparticulado carregado.

30 14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que a floculação é efetuada introduzindo um material de micropartículas aniônico na mistura e então floculando novamente por adição de um polímero não-iônico.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que a floculação é efetuada introduzindo um polímero catiônico na mistura e então floculando novamente por adição de um material microparticulado aniônico.

5                    16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a floculação é efetuada introduzindo um polímero catiônico na mistura e então floculando novamente por adição de um polímero aniônico.

10                   17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizado pelo fato de que a floculação é efetuada introduzindo um polímero aniônico na mistura e então floculando novamente por adição de um polímero catiônico.

15                   18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, caracterizado pelo fato de que o material de resíduo sólido compreende a lignina.

20                   19. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 18, caracterizado pelo fato de que o produto de fermentação é selecionado a partir do grupo consistindo em etanol, glicerol, acetona, n-butanol, butanodiol, isopropanol, ácido butírico, metano, ácido cítrico, ácido fumárico, ácido láctico, ácido propiônico, ácido succínico, ácido itacônico, ácido acético, acetaldeído, ácido 3-hidroxipropiônico, ácido glicônico, ácido tartárico e aminoácidos tais como ácido L-glutárico, L-lisina, ácido L-aspártico, L-triptofano, L-arilglicinas ou sais de quaisquer destes ácidos.

25                   20. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 19, caracterizado pelo fato de que o produto de fermentação é separado do caldo passando o caldo compreendendo o produto de fermentação para um estágio de destilação, onde o composto de fermentação é coletado como um destilado e o resíduo 'resíduos do destilador' é removido.

30                   21. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 20, caracterizado pelo fato de que o produto de fermentação é separado do caldo passando o caldo compreendendo o produto de fermentação para um estágio de concentração, no qual o composto de fermentação é coletado

no concentrado e extraído por pelo menos um meio selecionado a partir do grupo consistindo em troca iônica, extração com solvente e eletrodialise.

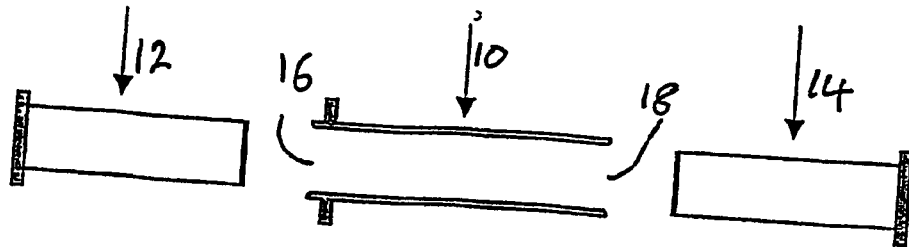


Fig. 1

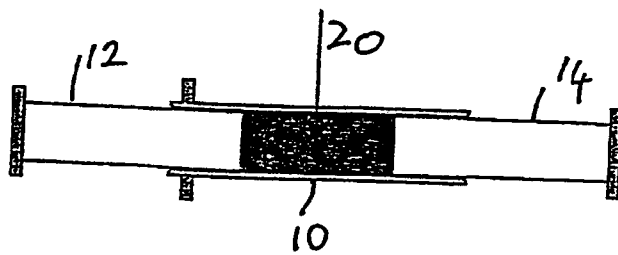


Fig. 2

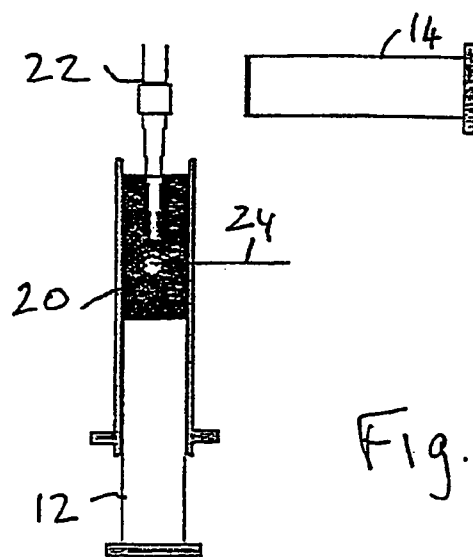


Fig. 3

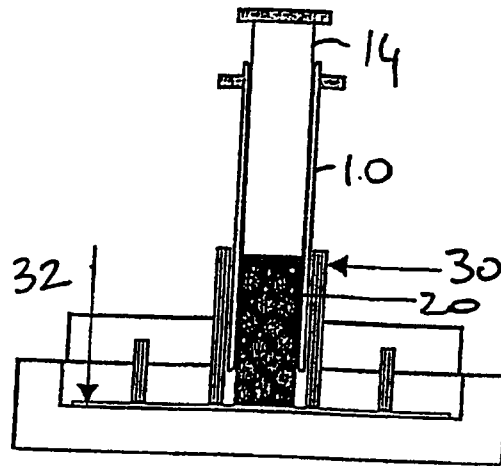


Fig. 4

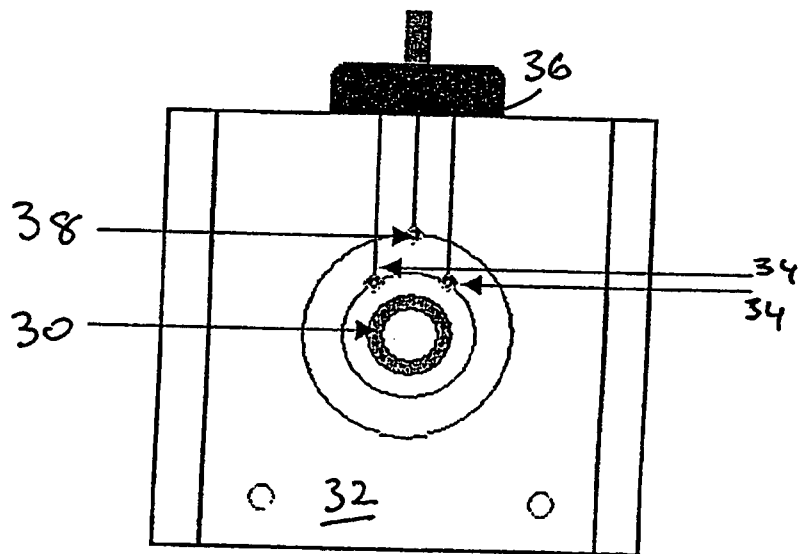
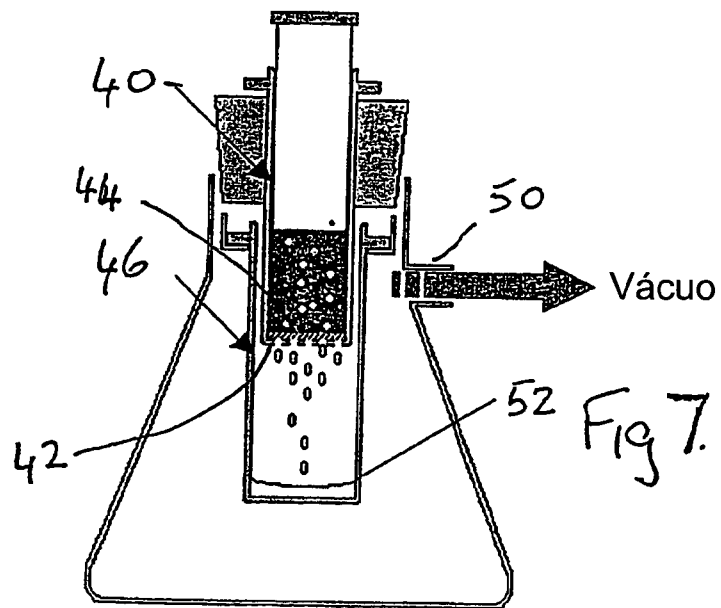
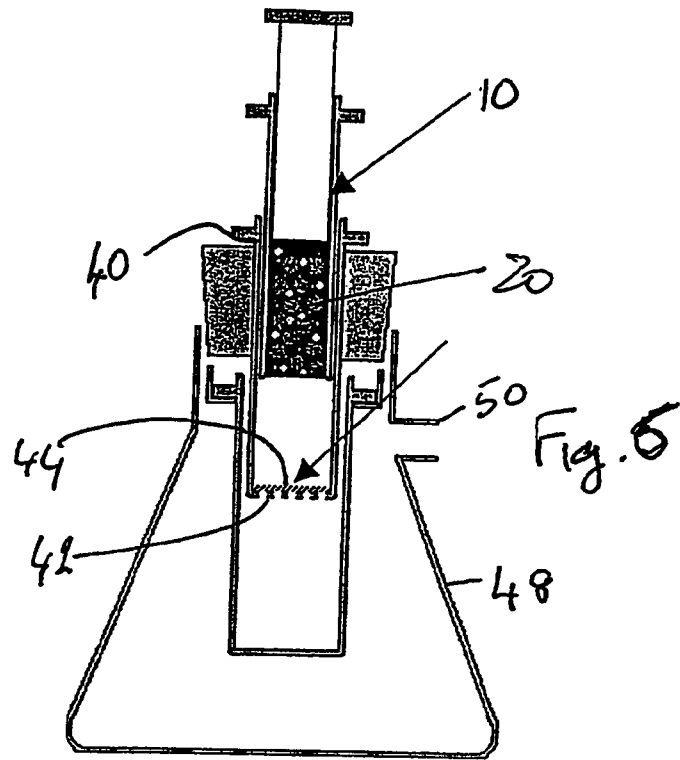


Fig. 5



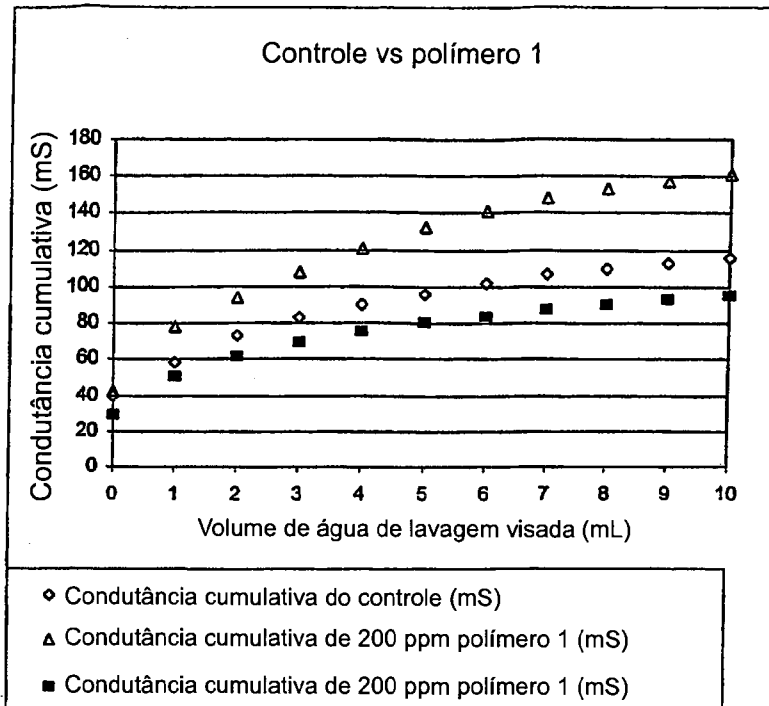


Fig. 8

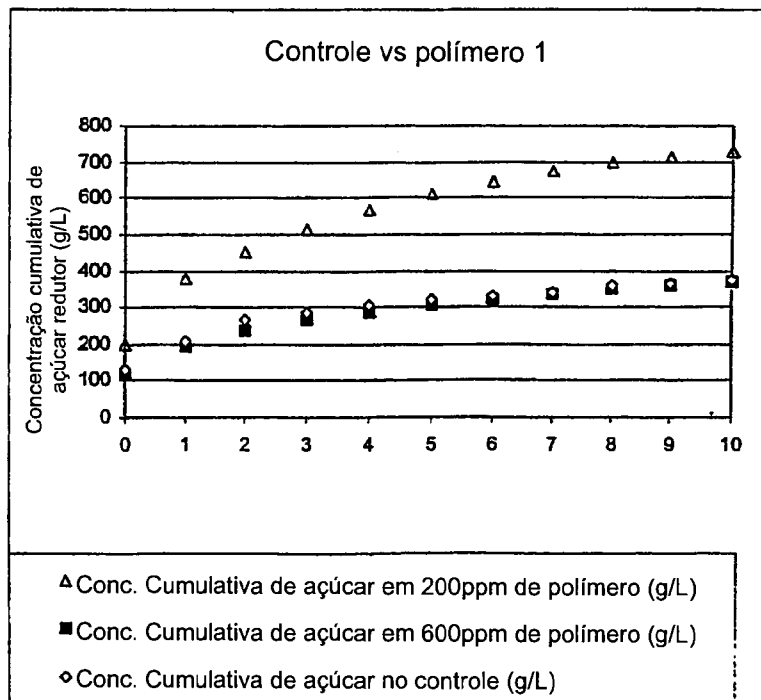


Fig. 9

## RESUMO

Patente de Invenção: **"PROCESSO PARA PRODUZIR PRODUTO DE FERMENTAÇÃO"**.

A presente invenção se refere a um processo para produzir produto de fermentação compreendendo as etapas de, (i) formar uma suspensão acidificada de material derivado de planta particulado compreendendo um primeiro polissacarídeo, o qual é mais prontamente hidrolisável, e um segundo polissacarídeo, o qual é mais difícil de hidrolisar, (ii) deixar que o primeiro polissacarídeo sofra hidrólise por ação do ácido, em uma temperatura de pelo menos 50°C, sob condições tais que o primeiro polissacarídeo seja hidrolisado e, desse modo, formando uma mistura de um licor aquoso contendo açúcar dissolvido e um resíduo sólido contendo o segundo polissacarídeo, (iii) submeter a mistura a um ou mais estágios de separação nos quais o resíduo sólido e o licor aquoso de açúcar são substancialmente separados um do outro, (iv) opcionalmente lavar o resíduo substancialmente livre de ácido e açúcar, (v) ajustar o pH do licor aquoso para pelo menos 4, (vi) passar o licor aquoso da etapa (v) para um estágio de fermentação onde os açúcares dissolvidos são atuados por um microorganismo em um caldo de fermentação, para produzir um produto de fermentação, (vii) contatar o segundo polissacarídeo por uma enzima, a dita enzima hidrolisa o segundo polissacarídeo até os açúcares componentes, e deixar que os açúcares componentes sejam atuados por um microorganismo no caldo de fermentação, para produzir o produto de fermentação, (viii) separar o produto de fermentação do caldo, caracterizado pelo fato de que o(s) estágio(s) de separação na etapa (iii) é/são auxiliado(s) por floculação do subproduto sólido, empregando um ou mais agentes floculantes selecionados a partir do grupo consistindo em polímeros solúveis em água, polímeros capazes de intumescerem em água e material microparticulado carregado. Tipicamente, tais produtos de fermentação incluem, por exemplo, o etanol, o glicerol, a acetona, o n-butanol, o butanodiol, o isopropanol, o ácido butírico, o metano, o ácido cítrico, o ácido fumárico, o ácido láctico, o ácido propiônico, o ácido succínico, o ácido itacônico, o ácido acético, o acetaldeído, o ácido 3-hidroxi propiônico, o ácido glicônico, o ácido tartárico e os aminoácidos, tais como o ácido L-glutárico, a L-lisina, o ácido L-aspártico, o L-triptofano, as L-arilglicinas ou os sais de quaisquer destes ácidos.