



(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 33672 B1** (51) Cl. internationale : **C10L 5/44; C10B 53/02**

(43) Date de publication :
01.10.2012

(21) N° Dépôt :
34776

(22) Date de Dépôt :
13.04.2012

(30) Données de Priorité :
30.10.2009 FR 0957689

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/FR2010/052335 29.10.2010

(71) Demandeur(s) :
OLIVECOAL CONCEPT, 48, AVENUE DE FONTVIN F-34970 LATTES (FR)

(72) Inventeur(s) :
MENDEZ, Fabrice ; ISANTE, Frédéric ; ENJOLRIC, Bernard

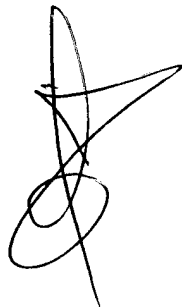
(74) Mandataire :
CABINET CHARDY

(54) Titre : **PROCEDE DE FABRICATION D'UN COMBUSTIBLE PAR TORREFACTION DE GRIGNON D'OLIVE**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un combustible à base de grignon d'olive, dans lequel on torréfie ledit grignon d'olive, caractérisé en ce que la torréfaction s'effectue à une température comprise entre 200 et 320 degrés Celsius (°C), notamment proche de 300 °C, préférentiellement 320 °C, ladite torréfaction s'effectuant par introduction de gaz chauffés en partie basse d'une colonne recevant une charge de grignon d'olive, de manière à obtenir un gradient thermique du bas vers le haut de ladite colonne.

ABREGE

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un combustible à base de grignon d'olive, dans lequel on torréfie ledit grignon d'olive, caractérisé en ce que la torréfaction s'effectue à une température comprise entre 200 et 320 degrés Celsius (°C), notamment proche de 300 °C, préférentiellement 320 °C, ladite torréfaction s'effectuant par introduction de gaz chauffés en partie basse d'une colonne recevant une charge de grignon d'olive, de manière à obtenir un gradient thermique du bas vers le haut de ladite colonne.



QUATORZIEME ET DERNIER FEUILLET
RABOT, E.

PROCEDE DE FABRICATION D'UN COMBUSTIBLE PAR TORREFACTION DE GRIGNON D'OLIVE

La présente invention entre dans le domaine de la fabrication de combustible, en particulier dans la réalisation
5 d'un combustible à partir de matière végétale, à base de grignon d'olive.

Spécifiquement, l'invention se veut à même d'obtenir un combustible solide, similaire au charbon.

10 L'invention trouvera une application préférentielle mais aucunement limitative dans la réalisation d'un combustible à usage domestique, tel du charbon pour la cuisine et le chauffage, mais aussi une application industrielle dans des combustibles sous forme de poudre, pellets, granulés, buchettes
15 ou analogue.

De manière connue, le charbon est réalisé à base de bois par carbonisation en atmosphère contrôlée, provoquant une calcination lente et permettant ainsi de retirer son humidité, toute matière végétale ou organique volatile afin de ne laisser
20 que du carbone et des minéraux. Cette étape de carbonisation est optimale pour des températures comprises entre 350 et 400 degrés Celsius (°C).

Toutefois, le charbon de bois ainsi obtenu présente de nombreux inconvénients au moment de sa combustion. En effet,
25 cette dernière s'effectue rapidement et partiellement, créant nécessairement des flammes et une quantité importante de fumée.

C'est pourquoi il a été imaginé de remplacer le bois par du grignon d'olive dans l'obtention d'un combustible similaire.

On notera que le grignon d'olive est un sous-produit
30 constituant les résidus solides résultant de l'extraction d'huile d'olive. Il se compose des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux.

Il est déjà connu d'utiliser le grignon comme combustible, en particulier les fragments des noyaux en bois très dur à haut
35 pouvoir calorifique. Le grignon constitue alors un substitut au bois de chauffage en granulés pour les chaudières et les

poêles.

Il est toutefois nécessaire de traiter le grignon car il est constitué d'une importante quantité d'eau, pénalisant sa combustion. De plus, la vaporisation de l'humidité aide à la
5 volatilisation de molécules odorantes, rendant problématique l'utilisation du grignon comme combustible à usage domestique.

Une méthode est décrite succinctement dans le document FR 2 882 368 relatif à la fabrication d'un combustible de type
10 charbon à base de grignon d'olive, sous forme de noyaux d'olives concassés, pour une utilisation en cuisine et pour le chauffage.

Pour ce faire, le grignon est purifié de ses résidus huileux pour ensuite être brûlé dans un four, notamment par
torréfaction, jusqu'à l'obtention d'une matière noire. Cette
15 dernière, une fois concassée sous forme de poudre, est mélangée à un liant, tel de l'eau, pour obtenir une pâte homogène qui est comprimée puis séchée pour obtenir un charbon solide.

Un tel charbon est alors plus facile à allumer pour un pouvoir calorifique constant et plus long que le charbon de
20 bois. De plus, sa combustion n'émet pas de flamme, sans émission de fumée, pour une quantité de cendres résiduelles très faibles.

Une autre solution similaire est décrite dans le document FR 2 928 933, mentionnant la torréfaction de résidus
25 d'extraction d'olives.

Des telles solutions envisagent la torréfaction du grignon ou des résidus de l'extraction d'olives, sans spécifier de
température ou plage de température. De manière connue, la
30 torréfaction intervient entre 150 et 350 degrés Celsius, plage très large qui influence énormément le traitement par chauffage subit par le produit et qui altère sa composition finale après traitement.

Dans le document US 3 436 314, il a été imaginé de chauffer une autre partie de l'olive, la pulpe, pour obtenir un
35 combustible. Ce traitement s'effectue par émission d'un gaz de chauffage au sein de la pulpe à une température comprise

entre 200 et 450 °C.

Encore une fois, le résultat d'une telle plage de température ne permet pas d'assurer un produit fini de qualité optimale.

5 La présente invention entre tout particulièrement dans ce cadre de torréfaction du grignon d'olive pour la fabrication d'un combustible.

10 Plus spécifiquement, l'invention vise une torréfaction de grignon d'olive dans une plage de températures située entre 200 et 320°C, pour l'obtention d'un combustible ayant un rendement énergétique optimal, en particulier entre à 320 °C ou 220°C, selon les utilisations envisagées.

15 Pour ce faire, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'un combustible à base de grignon d'olive, dans lequel on torréfie ledit grignon d'olive, caractérisé en ce que la torréfaction s'effectue à une température comprise entre 200 et 320 degrés Celsius, notamment proche de 300 °C, préférentiellement 320°C, ladite torréfaction s'effectuant par introduction de gaz chauffés en partie basse d'une colonne
20 recevant une charge de grignon d'olive, de manière à obtenir un gradient thermique du bas vers le haut de ladite colonne.

Ce traitement assure un chauffage optimal du produit en bas de la colonne et un réchauffement décroissant vers le haut, préparant le grignon au fur et à mesure de sa descente le
25 long de la colonne.

En particulier, une torréfaction proche de 300 degrés Celsius, préférentiellement 320°C, limitera les dégagements de fumées lors du brûlage du combustible et sera préférentiellement adaptée à une utilisation personnelle,
30 notamment à domicile comme combustible pour barbecue.

L'invention concerne aussi le combustible issu d'un tel procédé de fabrication, ainsi que l'équipement spécifique utilisé pour cette fabrication. En particulier, un tel équipement permet d'obtenir des paramètres opératoires stables,
35 bien que la morphologie des grignons d'olives soit atypique.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention

ressortiront de la description détaillée qui va suivre des modes de réalisation non limitatifs de l'invention.

La présente invention concerne donc la fabrication d'un combustible à partir de grignon d'olive. Le but de l'invention
5 est de valoriser énergétiquement le grignon d'olive en tant que combustible de type « charbon vert ».

Le grignon utilisé est composé de pulpes et de noyaux d'olives, selon une proportion variable respectivement d'environ 35 % et 65 %. On constate que le taux d'humidité d'un
10 tel mélange est d'environ 17 %. C'est pourquoi l'invention concerne l'étape importante de torréfaction, durant laquelle le grignon sera chauffé pour le débarrasser de son humidité, ainsi que d'autres molécules volatiles odorantes.

Pour ce faire, l'invention a pour objet un procédé de
15 fabrication de combustible à base de grignon d'olive, dans lequel on torréfie ledit grignon d'olive à une température comprise entre 200 et 320 degrés Celsius, en particulier vers 220 °C ou 320 °C suivant l'utilisation souhaitée du combustible.

20 Cette plage de températures spécifique permet d'obtenir un pouvoir énergétique élevé, sans dégagement d'odeur et offrant une stabilité au combustible, en particulier une protection contre la dégradation biologique au fil du temps.

En particulier, l'invention a consisté à étudier
25 l'influence de la température de torréfaction sur la perte de masse du grignon. La hausse de température a été effectuée de 100 à 350°C.

Un échantillon de grignon a donc été soumis à une analyse thermogravimétrique consistant en la mesure de la variation de
30 masse en fonction de la température.

Le calcul du rendement massique est calculé selon la règle suivante :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{\text{masse de l'échantillon après traitement}}{\text{masse initiale de l'échantillon}} * 100$$

Nous avons obtenu le tableau de valeurs suivantes :

Température (°C)	100	150	200	250	300	350
Rendement massique (%)	83	83	75	57	40	35

On constate une perte signification de la masse de l'échantillon entre 200 et 250°C, réciproquement de 75 à 57 %.

5 Dans cette plage de températures, les grignons sont séchés et perdent leur humidité, à savoir près des 17 % du taux initial. De plus, certaines molécules sont dégazées. A une température supérieure à 250°C, on constate que les grignons commencent à se dégrader. En effet, on constate une dévolatilisation des

10 composés organiques par la forte diminution de la masse volumique des grignons torréfiés entre 220°C (masse volumique : 0,55 kg/m³) et 320°C (masse volumique : 0,38 kg/m³).

Le rendement optimum est donc situé dans cet intervalle de températures situé entre 200 et 250 °C, pour lequel une étude

15 plus précise a été menée.

Cette étude a été réalisée au travers d'un premier dispositif 1 de torréfaction particulier. Un tel équipement comprend une colonne 2 de chauffage permettant de mettre en place un gradient thermique du bas vers le haut. En partie

20 basse de ladite colonne 2 est disposé un panier 3 entouré d'une enveloppe réfractaire 4, limitant les échanges thermiques vers l'extérieur, pour transférer le maximum de chaleur et le plus rapidement possible à la charge 5 de matière située au sein dudit panier 3.

25 Pour ce faire, des moyens de chauffe 6 permettent d'appliquer un traitement thermique à ladite charge 5, traversant le panier 3 par l'intermédiaire de gaz chauffés. La température de ces gaz peut être contrôlée par un thermocouple situé sous ledit panier 3.

30 De plus, ladite colonne 2 est remplie au-dessus du panier 3 par une charge 7, non isolée thermiquement, servant alors de filtre pour former verticalement ledit gradient.

Un second dispositif, non représenté, permet d'alimenter en grignons par le haut une colonne similaire pour la torréfaction desdits grignons. Cet approvisionnement s'effectue en continu, par le haut au moyen d'une trémie pourvue de deux sas d'étanchéité.

De plus, ladite colonne comprend un système de soutirage du produit torréfié composé d'une grille mobile, d'un extracteur et des trois sans d'étanchéité.

Le chauffage s'effectue par un gaz de torréfaction introduit en partie basse de ladite colonne, à contre courant du flux solide. Le gaz chauffe les grignons et ressort refroidi en partie haute de la colonne.

Une telle colonne permet d'obtenir un gradient thermique du bas vers le haut de ladite colonne, la charge solide de la colonne assurant l'effet filtre du gaz.

A ce titre, le gaz peut être un mélange d'azote, de vapeur d'eau et d'un faible pourcentage d'oxygène. Un tel mélange gazeux est représentatif de ceux utilisés dans le cadre industriel.

Au sein d'un tel dispositif, l'étude menée a permis de détecter trois rendements massiques distincts pour trois températures, regroupés dans le tableau suivant.

Température de torréfaction (°C)	Rendement massique (%)
200	68
220	65
240	52

On notera que les rendements sont sensiblement inférieurs à ceux obtenus lors de l'étude globale, notamment en raison de la dégradation des grignons due à la consommation du carbone et des matières organiques par les gaz de torréfaction.

Les échantillons étudiés révèlent une modification significative de leur coloration en fonction de la hausse de température. Plus la température est élevée, plus la couleur

est sombre, allant jusqu'au noir, en raison de la dégradation subie et de la transformation en carbone.

On constate aussi que la température maximale de 240°C apparaît comme trop élevée par rapport au rendement massique, 5 diminuant le rendement énergétique massique.

Les échantillons torréfiés obtenus ont ensuite été caractérisés de manière physico-chimique afin d'observer l'influence de chacune des températures sur les propriétés des grignons torréfiés.

10 Cette analyse a porté sur la quantification :

- du taux d'humidité restant, à savoir la quantité d'eau pouvant être extraite par un chauffage à 105°C jusqu'à masse constante ;
- du taux de matières volatiles, à savoir la quantité de 15 matière volatilisée lors d'un chauffage à 900°C sous azote ;
- du taux de cendres, à savoir la quantité de résidu restant après un chauffage sous air à 815°C ; et
- le taux de carbone fixe égal à 100 moins le taux d'humidité restant, le taux de matières volatiles et le taux de 20 cendres.

Cette analyse a été réalisée au sein d'un four tubulaire à haute température.

Le tableau suivant récapitule les résultats de cette analyse, en gardant comme référence le grignon brut, à savoir 25 n'ayant subi aucune torréfaction

Température (°C)	Rendement (%)	Masse volumique brut (g.l ⁻¹ ou kg.m ⁻³)	Taux d'humidité (%)	Taux de cendres (%)	Taux de matières volatiles (%)	Taux de carbone fixe (%)
Grignons bruts		490	17,0	2,7	66,4	13,9
200	68	397	1,0	3,9	61,8	33,3
220	65	383	1,0	3,8	60,8	34,4
240	52	373	1,2	4,4	55,3	39,1

On constate que lorsque la température de torréfaction

augmente, le rendement et le taux de matières volatiles diminuent, le taux de carbone fixe augmentant alors.

Le grignon torréfié obtenu présente un taux de matières combustibles très élevé, de l'ordre de 94%, pour un taux
5 d'humidité faible, inférieur à 1%. Le grignon ainsi torréfié, à des températures entre 200 et 240°C, constitue donc un combustible amélioré de grande valeur énergétique.

De plus, l'invention a poussé l'étude du grignon torréfié pour vérifier son comportement au broyage puis tamisage.

10 Dans ce but, deux types de broyage ont été appliqués. Un premier broyage dit « léger » est réalisé pendant dix minutes à l'aide d'un broyeur à pilon mécanique, avec un réglage à zéro de la pression. Un second broyage dit « dur » est réalisé pendant trente minutes sur le même broyeur, mais avec une
15 pression supérieure, réglée à 4.

Ensuite, le produit broyé obtenu par l'un ou l'autre des broyages est tamisé au travers d'un empilement de tamis vibrants de différents calibres, allant de 1400 à 75 micromètres.

20 Dans un cas comme dans l'autre, on constate que l'augmentation de la température de torréfaction permet de faciliter le broyage du grignon. La température de torréfaction influence directement la structure du grignon, en particulier des noyaux présents initialement à 70%. Plus particulièrement,
25 l'élévation de la température de torréfaction fragilise la structure interne de la biomasse.

Par conséquent, la perte de rendement énergétique à une température plus élevée, peut être compensée en partie par le gain concernant le broyage des grignons torréfiés obtenus à
30 cette température.

On constate aussi que le grignon torréfié possède une faible reprise en humidité, à savoir la quantité d'eau que le produit va réabsorber après torréfaction.

De manière générale, les échantillons reprennent rapidement
35 environ 1 % d'humidité en 12 h et le taux d'humidité se stabilise à 1,3 % après 48 h. Cette faible reprise en humidité

observée révèle que le caractère hygroscopique des grignons torréfiés est très faible. La torréfaction a dégradé la structure des polymères de la biomasse, la rendant hydrophobe et seule la périphérie des grains, en surface, reprend un peu d'eau. Ainsi, les grignons torréfiés peuvent être stockés à l'air libre sur de longues périodes.

Par ailleurs, l'invention a consisté à étudier le pouvoir calorifique des grignons torréfiés à différentes températures, en mesurant le Pouvoir Calorifique Supérieur (PCS) et le calcul du Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) à partir du PCS et du taux d'hydrogène contenu dans le matériau, à savoir le produit sec.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant.

	Taux d'hydrogène (% massique)	PCI (J/g)	PCS (J/g)
Grignons initiaux	6,62	20 653	22 018
200°C	5,94	22 165	23 387
220°C	6,08	22 818	24 070
240°C	5,88	24 246	25 456

15

Le rendement énergétique massique pour un kilogramme de chacun des échantillons est regroupé dans le tableau suivant.

	Energie disponible en kWh	Gain en kWh	Gain en %
Grignons initiaux	5,74	0,00	0,00
200°C	6,16	0,42	7,32
220°C	6,34	0,60	10,4
240°C	6,74	1,00	17,40

Ces résultats ont servi de base au calcul du rendement énergétique massique qui permet d'évaluer un compromis entre,

20

d'une part, une densité d'énergie disponible qui augmente avec la température de torréfaction et, d'autre part, une perte de masse qui augmente aussi en fonction de ladite température.

Les différents rendements énergétiques massiques ont été calculés et regroupés dans le tableau suivant, avec comme base le grignon brut.

	Energie disponible en kWh par kg	Rendement massique (%)	Rendement énergétique massique (%)
Grignons initiaux	5,74	100	100
200°C	6,16	68	73
220°C	6,34	65	72
240°C	6,74	52	61

On constate que le meilleur compromis est de torréfier à une température de 220°C. En effet, l'augmentation de 20°C de 200° jusqu'à 220°C n'a altéré que de 1% le rendement énergétique, tandis que la masse est plus faible. Par contre, entre 220°C et 240°C, la perte de rendement énergétique est trop élevée, diminuant de 11%.

Par conséquent, ladite torréfaction selon l'invention peut s'effectuer à 220 degrés Celsius. Cette température permet de récupérer jusqu'à 65% de la masse initiale de grignon, tout en augmentant de 10,4% la densité d'énergie.

Toutefois, on constate qu'à ces températures basses de torréfaction, entre 220 et 240 °C, des émanations de fumées et d'odeurs persistent, notamment en raison des matières volatiles en quantité plus importante. Si de telles émanations ne posent aucun inconvénient dans un cadre d'utilisation industrielle, elles peuvent occasionner une gêne auprès des particuliers, notamment comme combustible pour barbecue ou chauffage.

L'étude menée a donc introduit une valeur supérieure, à 320 °C, pour laquelle on constate que la torréfaction du grignon élimine les émanations, tout en apportant un rendement énergétique satisfaisant. En effet, cette température de 320 °C représente une limite au-delà de laquelle l'énergie dégagée par

la combustion du grignon torréfié, chute. On constate qu'entre 220 °C et 320 °C, l'énergie dégagée passe uniquement de 83 à 79% par rapport à la combustion d'un échantillon de grignon brut.

5 Le tableau suivant regroupe plusieurs facteurs quantifiés, à savoir le taux de matières volatiles, le taux d'humidité et le taux de cendres. Les essais sur ces facteurs ont été réalisés sur base brut. Des résultats similaires ont été obtenus sur base sèche.

10 Tout d'abord, le taux de matières volatiles indique la facilité qu'aura le combustible à s'enflammer. Le taux d'humidité conditionne quant à lui de manière négative le rendement énergétique de la combustion. Tandis que le taux de centres permet de déterminer la quantité d'éléments
15 incombustibles qui n'auront donc aucun apport énergétique au moment de la combustion.

Echantillon	Taux d'humidité (%)	Taux de cendres (%)	Taux de matières volatiles (%)	Taux de carbone fixe (%)
Grignons bruts	4,4	3,3	67,2	25,1
Grignons torréfiés 220°C	0,5	3,9	66,4	29,2
Grignons torréfiés 320°C	0,3	6,3	41,1	52,3

20 L'augmentation de la température de 220 °C à 320 °C permet donc d'obtenir un produit ayant un taux de matières volatiles beaucoup plus faible et par extension un taux de carbone fixe beaucoup plus important.

On remarque également que le tau de cendres augmente avec la température puisque la quantité d'organique diminue.

25 Cette torréfaction à une température de 320 °C a permis d'améliorer la qualité énergétique des grignons, tout en

diminuant sensiblement le rendement. Le taux de matières combustibles est très élevé pour taux d'humidité très faible. Ces propriétés physico-chimiques en font un combustible de grande valeur.

5 Dès lors, la torréfaction à une température de 320 °C permet d'obtenir un combustible particulièrement adapté à une utilisation à domicile.

10 Le procédé selon l'invention permet donc d'obtenir des combustibles à partir de grignon d'olive, au travers d'une étape de torréfaction à des températures précises qui élimine la quasi-totalité de l'eau contenue, qui augmente la proportion de carbone fixe, qui facilite le broyage et augmente le pouvoir calorifique.

15 Les combustibles ainsi obtenus possèdent donc un pouvoir énergétique plus important. De plus, des tels combustibles dégagent moins d'odeurs et de fumées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'un combustible à base de grignon d'olive, dans lequel on torréfie ledit grignon d'olive, 5 caractérisé en ce que la torréfaction s'effectue à une température comprise entre 200 et 320 degrés Celsius (°C), notamment proche de 300 degrés Celsius, ladite torréfaction s'effectuant par introduction de gaz chauffés en partie basse d'une colonne recevant une charge de grignon d'olive, de 10 manière à obtenir un gradient thermique du bas vers le haut de ladite colonne.

2. Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite torréfaction s'effectue à 320 degrés Celsius.