



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 34616 B1** (51) Cl. internationale : **D21B 1/02; D21B 1/12; D21B 1/36; D21C 1/06**
- (43) Date de publication : **02.10.2013**

- 
- (21) N° Dépôt : **35835**
- (22) Date de Dépôt : **18.04.2013**
- (30) Données de Priorité : **29.09.2010 IT TO2010A000792**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/IB2011/054293 29.09.2011**
- (71) Demandeur(s) : **BETA RENEWABLES S.P.A., Strada Ribrocca 11 I-15057 Tortona (Alessandria) (IT)**
- (72) Inventeur(s) : **TORRE, Paolo ; CHERCHI, Francesco ; DE FAVERI, Danilo ; OTTONELLO, Piero ; FERRERO, Simone**
- (74) Mandataire : **SABA & CO**

---

(54) Titre : **PROCESSUS DE RECCUPERATION DE SUCRES A PARTIR D'UN COURANT DE PRETRAITEMENT D'UNE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE**

- (57) Abrégé : La présente invention concerne un processus de prétraitement d'une matière première de biomasse lignocellulosique consistant à : tremper une matière première de biomasse lignocellulosique, la biomasse trempée étant présente en tant que mélange comprenant un liquide libre et le liquide libre comprenant au moins un composé dissous choisi dans le groupe constitué par le glucose, le xylose et leurs oligomères respectifs; laver le mélange de la biomasse trempée et du liquide libre, au moins une partie du liquide libre contenant au moins un composé dissous choisi dans le groupe constitué par le glucose, le xylose et leurs oligomères respectifs étant séparée de la biomasse trempée pour créer une biomasse lavée trempée et au moins un courant de liquide libre; comprimer la biomasse trempée pour créer un liquide libéré, séparer le liquide libéré de la biomasse trempée; et maintenir au moins une partie du liquide libéré séparée de tout liquide libre.

**Abrégé**

La présente invention concerne un procédé amélioré pour effectuer l'extraction de sucres à base de xylane C5 à partir d'une biomasse. Le procédé amélioré fait intervenir une série de trempages et de lavages de la biomasse, par opposition à la réalisation d'une  
5 étape unique de trempage et de lavage.

(ONZE PAGES)

BETA RENE WABLES SPA.  
P. P. SABA & CO., Casablanca



34616  
02 SEPT 2013

02 OCT 2013

## DESCRIPTION

**Titre de l'invention : PROCESSUS AMÉLIORÉ DE RÉCUPÉRATION DE SUCRES À PARTIR D'UN FLUX DE PRÉTRAITEMENT DE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE**

5 (Contexte de l'invention)

Dans le domaine de la biomasse, la conversion de la biomasse lignocellulosique en éthanol est une pratique courante. Si la biomasse est une biomasse contenant des polysaccharides et elle est lignocellulosique, un prétraitement ou un trempage est souvent utilisé pour faire en sorte que la structure de la teneur en lignocellulosique est rendue plus accessible pour les enzymes, et en même temps, les concentrations des sous-produits inhibiteurs nuisibles tels que l'acide acétique, le furfural et le furfural hydroxyméthyl sont généralement élevées et présentent des problèmes dans le traitement ultérieur.

En termes généraux, plus le processus est grave, plus la teneur en cellulose de la matière est accessible. La gravité de l'explosion de vapeur est connue dans la littérature comme étant  $R_o$ , et est une fonction du temps et de la température exprimés ainsi

$$R_o = t \times e^{[(T-100)/1.75]}$$

avec la température,  $T$ , exprimée en degré Celsius et le temps,  $t$ , exprimé en unités communes. La formule est également exprimée ainsi  $\ln(R_o)$ , à savoir

$$\ln(R_o) = \ln(t) + [(T-100)/14,75].$$

20 Il est généralement considéré qu'une valeur élevée de  $R_o$  est associée à un grand nombre de sous-produits indésirables qui inhibent l'hydrolyse et la fermentation de la biomasse, tel que le furfural.

Il existe donc, la nécessité d'avoir un processus sévère avec une valeur générale élevée de  $R_o$  qui, en même temps, donne un produit ayant un furfural faible et des rendements élevés de sucre.

**Résumé de l'invention**

Dans la présente description, l'invention concerne un procédé de trempage de la biomasse lignocellulosique, comprenant les étapes consistant à: A) introduire une charge d'alimentation de biomasse lignocellulosique dans une première zone de trempage, B) tremper la charge d'alimentation de biomasse lignocellulosique en présence d'un liquide ou d'une vapeur du liquide pour une première fois et une première température en corrélation avec une première sévérité des conditions de trempage créant un premier liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci, C) séparer au moins une partie du premier liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du premier trempage, D) introduire la biomasse de la première zone de

5 trempage dans un deuxième zone de trempage, en présence d'un liquide pour une seconde fois et une deuxième température en corrélation avec une seconde sévérité des conditions de trempage créant un second liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci dans lequel la deuxième sévérité est plus grande que la première, E) séparer au moins une partie du second liquide libre comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du second trempage.

10 Il est en outre décrit d'avoir une troisième étape de trempage et de lavage en introduisant la biomasse de la deuxième zone de trempage dans une troisième zone de trempage, en présence d'un liquide pour une troisième fois, et sur une troisième marge de température en corrélation avec une troisième sévérité des conditions de trempage créant un troisième liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci dans lequel la troisième  
15 sévérité est supérieure à la deuxième, séparant au moins une partie du troisième liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du troisième trempage.

20 Il est en outre décrit que le trempage et le lavage peuvent être effectués dans un récipient en série, dans le même récipient ou dans une pièce d'équipement, et que les zones de trempage peuvent être situées l'une en dessus de l'autre ou l'une à côté de l'autre. Il est également décrit que le processus peut être à cycle continu ou en lots.

### Brève description des figures

La figure 1 est un schéma d'un premier mode de réalisation du processus.

25 La figure 2 est un schéma d'un second mode de réalisation du processus.

(Description détaillée de l'invention)

30 Divulgué dans cette description est la découverte que lorsque le traitement de la biomasse, en particulier la biomasse lignocellulosique, est réalisé dans une série de d'étapes de trempage/d'hydrolyse, la sévérité générale qui en résulte peut être très élevée, ce qui indique le long temps à des températures au cours des différentes phases, mais la quantité du produit récupéré est considérablement plus élevée que prévu.

Le concept est illustré dans l'exemple de travail suivant avec une sévérité étant déterminée par la formule:

$$R_o = t \times e^{[(T-100)/1,75]}$$

35 avec la température, T, exprimée en degré Celsius et le temps, t, exprimé en unités communes, en minutes, dans le cas sous-mentionné.

La formule est également exprimée comme Ln (Ro), à savoir

$$\ln(Ro) = \ln(t) + [(T-100)/14,75].$$

Lorsque les étapes sont prises en série, la sévérité totale est la somme du Ro individuel pour chaque étape de trempage.

5 La procédure de trempage elle-même est connue dans la technique, qui consiste à placer la biomasse lignocellulosique ayant une teneur en cellulose d'au moins 5% en poids de la matière sèche, et de préférence au moins 10% en poids de la matière sèche de la biomasse dans une zone ou dans un réacteur de trempage, et à introduire une vapeur, généralement la vapeur d'eau et maintenir la biomasse à une température pour une période de temps définie. La vapeur est introduite dans le réacteur de trempage à un taux exemplaire de 0,5  
 10 kg stm/1kg de charge d'alimentation de la biomasse à 10 kg stm/1 kg de charge d'alimentation de la biomasse, en fonction de la sévérité choisie. Au lieu d'ajouter de la vapeur, l'eau liquide peut être ajoutée et chauffée à ces conditions. La zone de trempage maintient la biomasse en présence de la vapeur et de l'eau pendant environ 30 minutes à 3 heures ou plus, en fonction de la sévérité souhaitée. La température de trempage peut être  
 15 dans la marge de 100°C à 210°C, voire plus, mais avec des rendements décroissants. Après le trempage, la matière solide/liquide/vapeur est évacuée dans un réacteur incliné, typiquement à la même pression du réacteur de trempage. A ce stade, le liquide est retiré par l'intermédiaire d'une vis de décharge et vidé dans le réacteur incliné. La biomasse solide est transmise du réacteur incliné avec le condensat refroidi ou encore l'eau ajouté  
 20 s'écoulant contre-courant au flux solide et retirant le liquide libre avec les xylandes et les dérivés des xylandes.

Les exemples comparatifs CE-A et CE-C (voir le tableau 2)

Dans l'exemple CE-A, une biomasse lignocellulosique a été trempée à la température indiquée pendant le temps indiqué dans le tableau 1 (CONDITIONS DE TREMPAGE).  
 25 La sévérité calculée pour cette étape était égale à 20. Cette étape seule a récupéré seulement 6,94% des Xylanes présents dans le courant d'alimentation. 87,89% sont restés dans les solides et 5,17% ont été perdus, ce qui signifie qu'ils ont été convertis en une série de sous-produits indésirables.

Dans l'exemple CE-C, la même charge d'alimentation a été trempée dans les conditions  
 30 indiquées dans le Tableau 1, pour une sévérité de 6802, nettement plus sévère que les conditions de l'exemple CE-A. Dans cette étape seule, 65,05% des xylandes sont restés dans les solides et 18,92% ont été récupérés dans le liquide, mais 16,03% des xylandes ont été perdus en sous-produits.

Tableau 1

35 Conditions de trempage

ID	Température (°C) T	Temps (min) t	Sévérité Ro $= t \times e^{[(T-100)/14,75]}$
A et CE-A	100	20	20

B	140	30	452
C et CE-C	180	30	6802

Tableau 2

Exemples comparatifs

ID	Sévérité Ro	Xylane dans le Flux Solide (% du Xylane en Charge d'alimentation dans le Flux Solide)	Xylane dans le Flux Liquide (% du Xylane en Charge d'alimentation dans le Flux Liquide)	Xylane Perdu (% du Xylane en Charge d'alimentation n'étant ni dans le Flux Solide ou Liquide)
CE-A	20	87,89	6,94	5,17
CE-C	6802	65,05	18,92	16,03

5 Dans l'exemple de travail 2 (voir le Tableau 3), l'étape CE-A a été effectuée, le liquide est retiré, suivi de l'étape CE-C. Comme remarqué par les données, la quantité de xylane récupérée dans le flux liquide a été légèrement plus faible que prévu (la quantité récupérée de l'ajout direct de CE-A et de CE-C).

10 De façon inattendue, la quantité de xylane perdue en sous-produits était seulement 11,68% contre 16,03% perdue en une seule étape CE-C. Etant donné que les solides après trempage sont généralement transmis à une explosion de vapeur d'eau et une hydrolyse enzymatique, les xylnes restants dans le solide sont disponibles pour une récupération ultérieure.

15 L'exemple de travail 2 a combiné les conditions de l'étape de trempage A, lavé et suivi par l'étape de trempage C.

20 Dans l'exemple de travail 3, une étape ayant une sévérité entre A et C a été ajoutée et appelée B. Ainsi, l'exemple de travail 3 est la biomasse lignocellulosique trempée dans les conditions A, avec le flux liquide retiré. Le solide restant est ensuite traité dans la condition B, avec le liquide retiré. Le solide restant est ensuite traité dans les conditions C et le liquide retiré. Comme remarqué dans le Tableau 3 – les exemples de travail, une quantité moins de xylnes a été perdue par rapport à l'étape unique C et 36,97% des xylnes ont été mis en solution dans le liquide, avec 47,91% restant dans le flux solide.

Tableau 3

EXEMPLES DE TRAVAIL

ID	Sévérité Ro	Xylane dans le Flux Solide (% du Xylane	Xylane dans le Flux Liquide (% du Xylane	Xylane Perdu (% du Xylane en Charge
----	-------------	---	--	-------------------------------------

		en Charge d'alimentation dans le Flux Solide)	en Charge d'alimentation dans le Flux Liquide)	d'alimentation n'étant ni dans le Flux Solide ou Liquide)
WE-1 A+B	472	76,77	13,25	9,98
WE-2 A+C	6822	66,50	21,82	11,68
WE-3 A+B+C	7273	47,91	36,97	15,12

5 Cette preuve démontre l'efficacité améliorée d'effectuer les étapes de trempage et de lavage de manière séquentielle. Ce processus pourrait être fait dans une série de récipients comme le montre la Figure 1, où la sévérité, à n'importe quelle température ou quel temps est progressivement augmentée d'un récipient à un autre.

10 Se référant à la Figure 1, les zones de trempage A, B et C sont orientées en série. Elles sont maintenues à leur température respective. Dans le cas de la zone A, la vapeur d'eau pénétrant dans la zone de trempage A est à une température  $T_1$  et une pression  $P_1$ , avec la biomasse maintenue dans la zone à une température  $T_A$  et pendant un temps  $t_A$ . La biomasse se déplace à travers une vis de décharge,  $A_d$ , qui coule dans un réacteur incliné ( $A_i$ ) avec le liquide  $L_A$  étant retiré.

15 La biomasse qui a été trempée une fois, se déplace dans la prochaine zone de trempage, la Zone B, caractérisée comme la zone A. Dans le cas de la zone B, la vapeur entrant dans la zone de trempage B est à une température  $T_2$  et une pression  $P_2$ , avec la biomasse étant maintenue dans la zone à une température  $T_B$  et pendant un temps,  $t_B$ , avec le liquide  $L_B$  étant retiré. La biomasse se déplace à travers une vis de décharge,  $B_d$ , qui s'écoule dans un réacteur incliné  $B_i$  avec le liquide  $L_B$  étant retiré.

20 La biomasse, maintenant trempée et lavée pour la deuxième fois, est envoyée dans une troisième zone de trempage, la Zone C étant caractérisée comme les zones A et B. Dans le cas de la zone C, la vapeur entrant dans la zone de trempage C est à une température  $P_3$  et une pression  $T_3$ , avec la biomasse maintenue dans la zone à une température  $T_C$  et pendant un temps,  $t_C$ . La biomasse se déplace à travers une vis de décharge,  $C_d$ , s'écoulant dans un réacteur incliné ( $C_i$ ) avec le liquide  $L_C$  étant retiré.

25 La biomasse est ensuite déplacée vers un compresseur pour la préparer à l'explosion de vapeur. La dernière zone doit avoir une sévérité supérieure à celle d'au moins une des zones avant d'être dans le processus.

Le processus pourrait également être effectué dans un seul réacteur vertical constitué de zones, tels que ceux décrits dans US 2008/0295981, (voir la Figure 1 de US 2008/0295981).

L'adaptation à la colonne verticale est évidente une fois que l'homme ordinaire se rend compte que plusieurs lavages en température progressive est bénéfique. La Figure 2 de cette spécification démontre les opérations de l'unité d'un tel dispositif. La biomasse est introduite dans la partie supérieure du récipient passant dans la zone A, où la biomasse est traitée à des conditions de températures douces, en présence d'une vapeur introduite à une température  $T_1$  et une pression  $P_1$  et une biomasse tenue à une température  $T_A$  pour une période de temps définie  $t_A$ , ayant généralement une sévérité faible. Le liquide,  $L_A$ , contenant du xylane peut être séparé de la biomasse à l'aide d'un filtre d'extraction indiqué par les lignes diagonales en dessous de la Zone A ou d'un autre dispositif et les solides entrent dans la prochaine zone, la Zone B.

Dans la Zone B, la biomasse est traitée en présence d'une vapeur introduite à une température  $T_2$  et une pression  $P_2$  et une biomasse tenue à une température  $T_B$  pendant une période de temps définie  $t_B$ , et le liquide,  $L_B$ , contenant du xylane est séparé de la biomasse au moyen d'un filtre d'extraction indiqué par les lignes diagonales en dessous de la Zone B ou un autre dispositif et les solides passent dans la prochaine zone, la zone C.

Dans la zone C, la biomasse est traitée en présence d'une vapeur introduite à une température  $T_3$  et une pression  $P_3$  et une biomasse tenue à une température  $T_C$  pendant une période de temps définie,  $t_C$ , et le liquide,  $L_C$ , contenant du xylane peut être séparé de la biomasse à l'aide d'un écran d'extraction indiqué par les lignes diagonales en dessous de la Zone C ou un autre dispositif et les solides passent dans la prochaine zone, ou dans ce cas, l'étape de compression en préparation de l'explosion de la vapeur d'eau.

Il est préférable d'avoir une augmentation de la sévérité avec chaque trempage.

Après que les étapes de lavage sont terminées, les flux liquides peuvent être collectés et traités. La biomasse solide est alors récupérée et généralement transmise sur une étape d'explosion de vapeur, qui peut être montée sur la partie inférieure du réacteur vertical.

Dans le mode de réalisation ci-dessus, le flux de la matière est en baisse. Toutefois, le flux peut aussi être en hausse avec un dispositif d'extraction du liquide différent de telle sorte que le liquide, généralement l'eau, se déplace à contre-courant du flux de la biomasse. Les zones peuvent être configurées horizontalement les unes aux autres et la biomasse se déplace donc latéralement.

Selon un autre mode de réalisation de l'invention, au moins une des étapes de lavage possède une sévérité plus grande ou égale à la sévérité d'une étape de lavage précédente dans le processus.

Le processus peut fonctionner comme un processus à cycle continu ou en lots.

Il devrait être évident à partir des exemples et modes de réalisation que cette invention n'est pas limitée aux modes de réalisation comme il existe de nombreuses variantes de l'invention.

### Revendications

1. Un processus pour le trempage de la biomasse lignocellulosique, comprenant les étapes consistant à

5 A) Introduire une charge d'alimentation de biomasse lignocellulosique dans une première zone de trempage,

10 B) Tremper la charge d'alimentation de biomasse lignocellulosique en présence d'un liquide ou d'une vapeur du liquide pendant un premier temps et d'une première température en corrélation avec une première sévérité des conditions de trempage créant un premier liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de d'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci,

C) Séparer au moins une partie du premier liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du premier trempage,

15 D) Introduire la biomasse de la première zone de trempage dans une seconde zone de trempage, en présence d'un liquide pour une seconde fois, et une deuxième température en corrélation avec une seconde sévérité des conditions de trempage créant un second liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci, dans lequel la deuxième sévérité est supérieure à la première,

20 E) Séparer au moins une partie du second liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du second trempage.

2. Un processus selon la revendication 1, comprenant les étapes ultérieures consistants à

25 Introduire la biomasse provenant de la seconde zone de trempage dans une troisième zone de trempage, en présence d'un liquide pour une troisième fois, et à une troisième marge de température en corrélation avec une troisième sévérité des conditions de trempage créant un troisième liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci, dans lequel la troisième sévérité est plus grande que la deuxième,

30 Séparer au moins une partie du troisième liquide comprenant au moins un composé choisi du groupe constitué de l'acide acétique, du glucose, du xylose et des oligomères solubles de ceux-ci à partir de la biomasse du troisième trempage.

35 3. Un processus selon une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel le trempage de chaque zone de trempage est effectué dans un récipient séparé.

4. Un processus selon une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel les zones de trempage sont dans un seul récipient, et la première zone de trempage est placée au-dessus de la seconde zone de trempage.

5 5. Un processus selon une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel les zones de trempage sont dans un seul récipient et la première et la deuxième zone de trempage sont horizontales l'une à l'autre.

6. Un processus selon une quelconque des revendications 1 et 2, dans lequel les zones de trempage sont dans un seul récipient et la première zone de trempage est située en dessous de la deuxième zone de trempage.

10



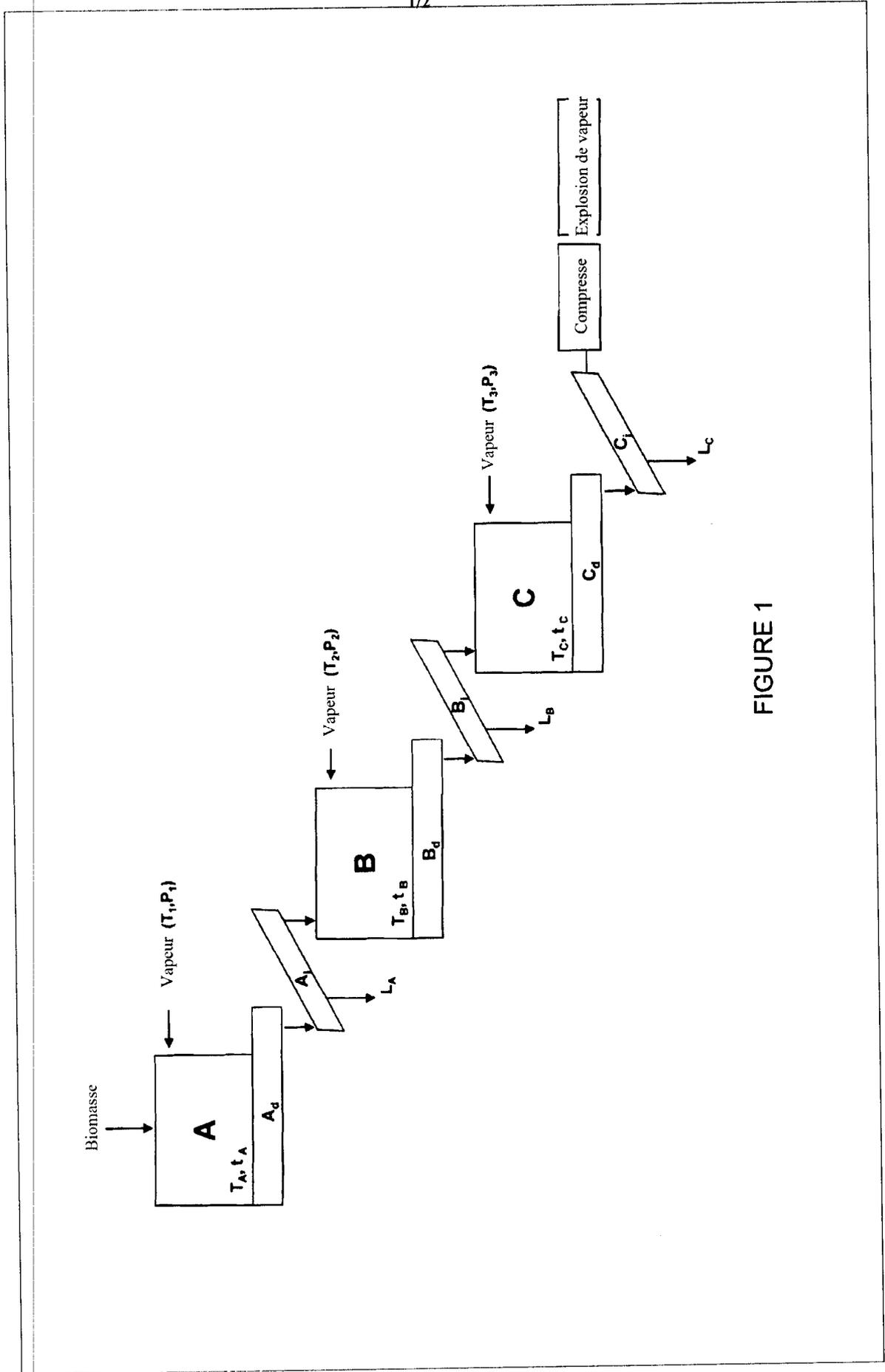


FIGURE 1

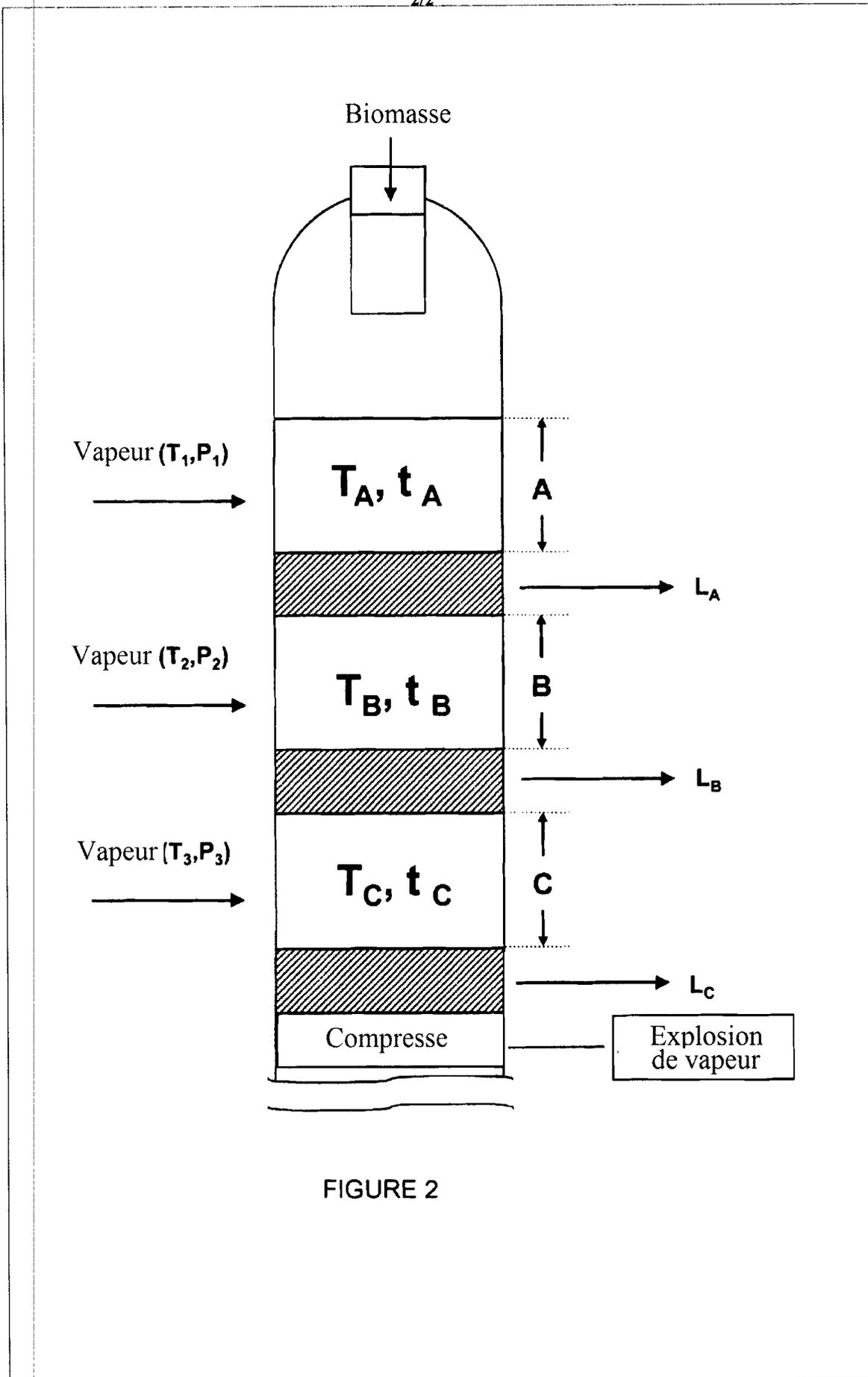


FIGURE 2

A