



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Numéro de publication : **0 432 015 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **90403374.3**

(51) Int. Cl.⁵ : **C13K 13/00**

(22) Date de dépôt : **28.11.90**

(30) Priorité : **07.12.89 FR 8916321**

(72) Inventeur : **Ballerini, Daniel**
103, rue du Pontel
F-78100 St Germain en Laye (FR)
Inventeur : **Nativel, Francis**
Avenue Charles de Gaulle
F-48110 Seignosse (FR)

(43) Date de publication de la demande :
12.06.91 Bulletin 91/24

(84) Etats contractants désignés :
BE DE ES GB IT NL SE

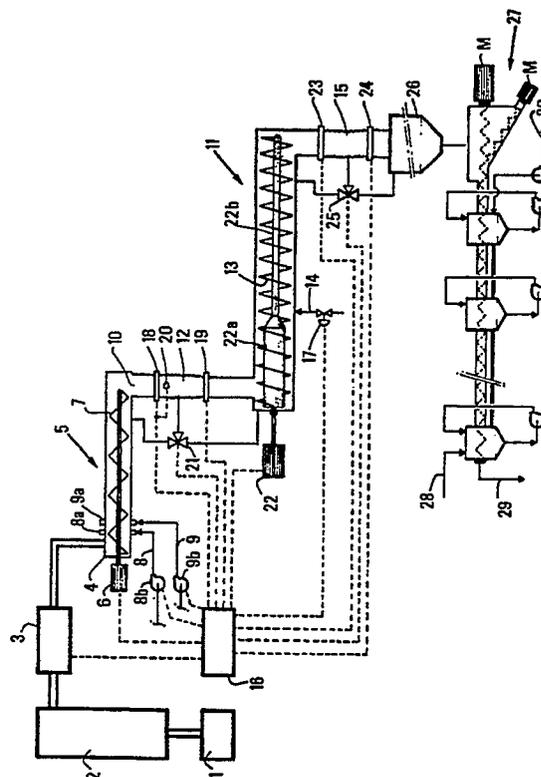
(71) Demandeur : **INSTITUT FRANCAIS DU**
PETROLE
4, Avenue de Bois-Préau
F-92506 Rueil-Malmaison Cédex (FR)

(54) **Procédé et unité de production en continu d'un mélange de sucres contenant au moins 80% de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique.**

(57) - On décrit un procédé et une unité de production en continu d'un mélange de sucres contenant au moins 80% en poids de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique.

- Le procédé comprend les étapes suivantes : on broie le substrat en 1, on alimente en continu en substrat une zone d'imprégnation 5 et on effectue une étape d'imprégnation en milieu acide dans des conditions telles que le substrat récupéré en 10 ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée et a une teneur en matière sèche de 30 à 70% en poids. On alimente en continu une zone d'hydrolyse 11 en substrat imprégné en présence de vapeur sous pression et on récupère un substrat hydrolysé en 15 ne contenant sensiblement pas de phase liquide séparée. On extrait par l'eau dans 27 et on récupère une solution de sucres contenant au moins 80% de xylose.

- Application à la synthèse de xylitol comme édulcorant.



EP 0 432 015 A1

**PROCEDE ET UNITE DE PRODUCTION EN CONTINU D'UN MELANGE DE SUCRES
CONTENANT AU MOINS 80% DE XYLOSE A PARTIR D'UN SUBSTRAT LIGNOCELLULOSIQUE**

L'invention concerne un procédé et une unité de production en continu d'un mélange de sucres contenant au moins 80% en poids de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique. Elle s'applique notamment à la transformation du xylose en xylitol qui est un édulcorant naturel.

La plupart des substrats lignocellulosiques (bois, plantes annuelles) présente une composition hétérogène dans laquelle on distingue habituellement trois fractions prépondérantes qui sont la cellulose, les hémicelluloses et la lignine. Cette hétérogénéité complique leur valorisation. De ce point de vue, une séparation des hémicelluloses (qui ont une composition en sucres variables mais sont souvent riches en pentoses, notamment xylose) de la cellulose (composée exclusivement de glucose) est d'un grand intérêt car elle permet une valorisation séparée des deux types de constituants. Cet intérêt exige que l'objectif visé soit l'usage chimique ou la fermentation puisque si la plupart des fermentations utilisent bien le glucose issu de l'hydrolyse de la cellulose, moins nombreuses sont celles qui utilisent par exemple les pentoses des hémicelluloses.

On connaît déjà un traitement dit d'explosion à la vapeur d'eau dans lequel le substrat lignocellulosique est soumis pendant un temps variable à l'action de la vapeur d'eau sous pression à une température généralement supérieure à 150°C par exemple 150 à 250°C. Cette action est terminée par une détente explosive. Ce traitement anciennement connu pour l'amélioration de la digestibilité des fourrages augmente également la susceptibilité des substrats lignocellulosiques à l'hydrolyse enzymatique (K. BUCHHOLZ, J. PULS, B. GADELMANN, M.M DIETRICH, Process Biochemistry, Dec/Jan. 1980/1981, pp 37-43).

Il a été constaté dans le brevet FR 2580 669 que l'addition d'au moins un acide lors du traitement d'explosion à la vapeur dans une enceinte en discontinu à température élevée pendant des temps de 2 à 5 mn permettait une excellente séparation des fractions hémicellulosiques et cellulosiques et une libération très importante des sucres constitutifs des hémicelluloses, notamment des pentoses tels que xylose et arabinose sans avoir subi de dégradation importante. Mais on ne peut opérer en continu pour des raisons de corrosion. Par ailleurs, le fait d'opérer en milieu biphasique à une température de 150 à 250°C présente l'inconvénient de dégrader les pentoses obtenues et de favoriser l'apparition des sous-produits comme le furfural.

Cependant, il est connu par le brevet US 4136 207, un dispositif de traitement en continu à la vapeur et sous pression jusqu'à 25 bar par exemple d'un substrat lignocellulosique préalablement broyé ou amené à un état de division spécifique au matériau de départ.

Aux niveaux de température et de pression recommandés (190-220°C), il est possible de solubiliser en particulier 50 à 60% de l'ensemble des pentosanes contenus dans le matériau de départ. Seulement 10% des pentoses passés en solution se trouvent à l'état de monomères, les autres 90% étant sous forme d'oligomères avec des degrés de polymérisation variable.

Ce dispositif ne peut pas être utilisé en milieu acide et à haute température, de l'ordre de 200°C, en raison des niveaux de corrosion que le traitement d'hydrolyse en présence d'acide engendrerait.

Un des objets de l'invention est de répondre aux problèmes soulevés ci-dessus.

On a en effet constaté qu'avec le dispositif et le procédé selon l'invention, on minimisait la corrosion des diverses enceintes réactionnelles tout en obtenant un rendement d'extraction amélioré notamment en pentoses et particulièrement en xylose.

Par ailleurs, avec un coût d'investissement très limité en raison de la simplicité de l'appareillage mis en oeuvre, le dispositif peut fonctionner en continu dans des conditions de température et de pression sévères par exemple à une pression pouvant être entre 1 et 7 bar.

L'invention concerne donc un procédé de production en continu d'un mélange de sucres en solution contenant au moins 80% en poids de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique comportant une étape de broyage, une étape d'imprégnation en solution aqueuse de préférence acide, une étape d'hydrolyse en présence de vapeur d'eau, une étape de dilution en présence d'eau, une étape d'extraction du mélange de sucres produits à partir du substrat hydrolysé, et une étape de récupération du xylose.

De manière plus précise, le procédé comprend la combinaison des étapes suivantes :

- a) on broye le dit substrat à une granulométrie adéquate et comprise entre 0,1 et 40 mm ;
- b) on alimente en continu en substrat provenant de l'étape a), une zone d'imprégnation et on effectue l'étape d'imprégnation dans des conditions telles que l'on récupère un substrat imprégné en sortie de la zone d'imprégnation avec une teneur en matières sèches (de 30 à 70% en poids) telle qu'il ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée ;
- c) on alimente en continu en substrat imprégné résultant de l'étape b) une zone d'hydrolyse sous pression et on effectue l'étape d'hydrolyse dans des conditions de température, de pression et de débit de vapeur d'eau telles que l'on récupère un substrat au moins en partie hydrolysé ne contenant sensible-

ment pas de phase liquide séparée.

Le substrat lignocellulosique est en général du bois, des rafles et des tiges de maïs ou de la paille. On préfère utiliser cependant, les rafles de maïs.

5 Le bois est habituellement écorcé et découpé sous forme de copeaux tandis que les rafles sont broyées et obtenues à une granulométrie comprise en général entre 0,1 et 40 mm, de préférence entre 1 et 5 mm.

La paille est par contre hachée et utilisée sous forme de brins. Pour des raisons de commodité, on utilise le terme de broyage pour l'étape de division à la dimension appropriée de chacun de ces substrats. La teneur en matière sèche du substrat est généralement d'au moins 50%, par exemple celle du bois est d'environ 50% tandis que celle de la paille est d'environ 80% et celle des rafles d'environ 80%.

10 L'imprégnation s'effectue en général dans une zone d'imprégnation, alimentée de manière séparée ou pas, par de l'eau et un acide. Ce pourrait être une base si l'on désirait faire un traitement alcalin.

Le débit d'alimentation en eau et en acide est ajusté en fonction du débit d'alimentation en substrat broyé, de sa teneur initiale en matière sèche, de sa teneur finale souhaitée et de sa vitesse de transfert dans la zone d'imprégnation. Ces débits en eau et en acide sont avantageusement distribués de manière annulaire par des
15 moyens d'injection appropriés connus de l'Homme de l'art et situés en général dans le premier quart de cette zone, côté amont.

La proportion d'acide utilisé par rapport à la teneur en matière sèche du substrat est généralement comprise entre 0,1 et 10%, avantageusement entre 2 et 5%.

20 Les acides organiques ou minéraux conventionnels sont habituellement utilisés. On préfère cependant l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique.

Avantageusement, la teneur en matière sèche en sortie de la zone d'imprégnation est d'environ 35 à 55%.

L'imprégnation s'effectue en règle générale à la température et à la pression ambiante durant un temps de séjour fonction de la nature du substrat utilisé et qui est conditionné par la vitesse de transfert dans la zone d'imprégnation et par le pourcentage de matière sèche à l'entrée et à la sortie de cette zone. Il est d'habitude
25 de 1 à 60 mn et de préférence de 10 à 40 mn. Opérant sensiblement en absence de phase liquide séparée, on minimise les quantités de réactifs et la taille des réacteurs.

L'alimentation en substrat imprégné de la zone d'hydrolyse s'effectue en général par un sas piloté par l'intermédiaire de moyens d'asservissement et de contrôle reliés à une mesure de niveau haut dans le sas et à une minuterie commandant l'ouverture ou la fermeture des vannes du sas. Cette alimentation est avanta-
30 geusement gravitaire et l'équilibrage des pressions se fait par des vannes trois voies reliant le sas, soit au réacteur d'hydrolyse décrit ci-dessous et opérant sous pression, soit par exemple au réacteur d'imprégnation opérant sensiblement à la pression atmosphérique. L'hydrolyse du substrat acidifié est généralement réalisée en présence de vapeur d'eau moyenne pression, de préférence 1 à 7 bar, avantageusement 2 à 5 bar, et à une température de 120 à 170°C, avantageusement de 120 à 150°C et de préférence de 135 à 145°C. Le temps
35 de séjour du substrat dans la zone d'hydrolyse est conditionné par la vitesse de transfert du substrat dans cette zone. Il est en général de 10 minutes à 1 heure préférentiellement de 20 à 40 mn. Il est d'autant mieux contrôlé que l'hydrolyse est effectuée en absence de phase liquide séparée dans le réacteur d'hydrolyse.

La quantité de vapeur introduite est fonction de la teneur en matière sèche du substrat acidifié et des conditions de fonctionnement en température et pression du réacteur d'hydrolyse. Elle est introduite avec un débit
40 tel qu'en sortie de la zone d'hydrolyse, le substrat imprégné et hydrolysé ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée. La teneur en matière sèche est alors généralement comprise entre 25 et 55% en poids et de préférence de 40 à 50% en poids.

45 Selon une autre caractéristique du procédé, on peut effectuer un prétraitement du substrat avant l'étape d'imprégnation consistant en un prélavage à l'eau du substrat afin d'éliminer les tanins et les produits organiques susceptibles de colorer la solution de sucres.

L'invention concerne également une unité de production en continu notamment de xylose à partir de substrat lignocellulosique. Cette unité comporte des moyens de broyage de ce substrat à une dimension adéquate reliée à des moyens d'alimentation en substrat broyé. De manière plus précise, l'unité comprend en combinaison un réacteur d'imprégnation de ce substrat broyé, de forme sensiblement cylindrique ayant une entrée reliée
50 aux moyens d'alimentation en substrat et une sortie, des moyens de transfert en continu du substrat dans le réacteur d'imprégnation et des moyens d'alimentation en une solution comprenant de l'eau et au moins un acide (ou au moins une base), ledit réacteur d'imprégnation comportant des moyens d'asservissement connectés aux moyens d'alimentation en substrat, aux moyens de transfert de ce substrat dans le réacteur d'imprégnation et aux moyens d'alimentation en ladite solution et adaptés à imprégner le substrat dans des conditions telles
55 que celui-ci est sensiblement dépourvu de phase liquide séparée, l'unité de production étant en outre caractérisée en ce qu'elle comporte un réacteur d'hydrolyse en continu et sous pression, de forme sensiblement cylindrique, en acier inox comprenant à une de ses extrémités un organe étanche d'alimentation en continu de substrat imprégné relié à la sortie du réacteur d'imprégnation et adapté à fonctionner tantôt sensiblement

à la pression atmosphérique, tantôt sous pression, des moyens de transfert en continu du substrat imprégné dans le réacteur d'hydrolyse, au moins un moyen d'alimentation en vapeur sous pression et à l'autre extrémité un organe étanche d'évacuation du substrat hydrolysé adapté à fonctionner tantôt sensiblement à la pression atmosphérique, tantôt sous pression et adapté à alimenter des moyens d'extraction des sucres ci-dessous, ledit réacteur d'hydrolyse comportant des moyens d'asservissement reliés à l'organe d'alimentation en substrat et à l'organe d'évacuation du substrat, au débit d'alimentation en vapeur et à la vitesse de transfert en substrat, lesdits moyens d'asservissement étant adaptés à hydrolyser le substrat imprégné, sensiblement en absence de phase liquide séparée, ladite unité comprenant en outre des moyens d'extraction en continu des sucres, contenant le xylose du substrat non hydrolysé, reliés à l'organe d'évacuation et comportant des moyens d'alimentation en eau et des moyens de récupération du xylose produit reliés aux moyens d'extraction.

Les moyens de transfert du réacteur d'imprégnation peuvent comprendre soit une mono-vis sans fin pour l'acheminement des rafles soit une bi-vis pour les autres substrats par nature moins poreux.

Selon un mode de réalisation, le réacteur d'hydrolyse peut être sensiblement horizontal ou sensiblement incliné et l'organe d'alimentation en substrat imprégné et l'organe d'évacuation du substrat hydrolysé au moins en partie sont sensiblement verticaux.

Selon une autre caractéristique de l'unité, l'organe étanche d'alimentation en substrat imprégné comprend une vanne d'entrée et une vanne de sortie, des moyens de mesure de niveau à l'intérieur de l'organe, des moyens d'équilibrage de pression connectés alternativement au réacteur d'hydrolyse sous pression et au réacteur d'imprégnation à l'atmosphère et des premiers moyens d'asservissement des moyens de mesure de niveau aux vannes d'entrée et de sortie de l'organe d'alimentation.

Selon une autre caractéristique de l'unité, l'organe étanche d'évacuation du substrat hydrolysé comporte une vanne d'entrée et une vanne de sortie, des seconds moyens d'équilibrage de pression connectés alternativement au réacteur d'hydrolyse sous pression et au réacteur d'imprégnation par exemple qui opère à la pression atmosphérique et des seconds moyens d'asservissement des vannes d'entrée et de sortie de l'organe d'évacuation aux dits seconds moyens d'équilibrage de pression.

Selon une autre caractéristique, le réacteur d'hydrolyse peut être incliné selon une pente descendante de 0,1 à 1% dirigée vers l'organe d'évacuation, de façon à récupérer d'éventuels condensats.

Selon un autre mode de réalisation, les moyens de transfert en continu du substrat imprégné dans le réacteur d'hydrolyse peuvent comprendre une vis sans fin. Cette vis sans fin peut, selon un mode de réalisation particulièrement avantageux, être constituée d'un arbre épais à pas de vis resserré dans le premier quart, par exemple, de sa longueur et d'un arbre plus petit à pas de vis plus grand sur le reste de sa longueur. Cette configuration permet de mieux répartir le substrat et de mieux régulariser le débit d'alimentation.

Le procédé et l'appareillage ainsi décrits opérant en continu permettent notamment par une imprégnation en milieu acide de récupérer du xylose avec des rendements élevés. Le fait de pouvoir contrôler séparément le fonctionnement de chaque réacteur permet d'optimiser l'unité et d'obtenir un rendement d'extraction d'au moins 50% du xylose contenu dans le substrat et avantageusement d'au moins 70%. En milieu basique, l'appareillage permet notamment d'extraire la lignine et de récupérer des polymères à base de sucres facilement hydrolysables.

L'invention sera mieux comprise au vu de la figure ci-jointe illustrant de manière schématique un mode de réalisation avantageux du dispositif.

Les rafles de maïs, après avoir été broyées dans un broyeur 1 de type conventionnel, à une granulométrie appropriée, sont envoyées à l'aide d'un élévateur 2 par exemple à disques dans un réacteur d'imprégnation 5 via un doseur gravimétrique 3 alimentant en substrat l'entrée 4 de ce réacteur. Ce réacteur de forme sensiblement cylindrique comprend une vis sans fin de transfert 7 acheminant le substrat broyé jusqu'à la sortie 10. Cette vis est commandée par un moteur 6. Le débit d'alimentation en acide est assuré par des injecteurs 8a conventionnels disposés de manière sensiblement annulaires autour du réacteur, via une ligne 8 et une pompe doseuse tandis que le débit en eau est assuré par des injecteurs 9a identiques aux injecteurs 8, disposés de manière sensiblement annulaire autour du réacteur et reliés à une ligne d'alimentation 9 via une pompe 9b. Ces injecteurs distribuent leur fluide respectif de manière sensiblement radiale grâce à des pompes 8b, 9b et sont avantageusement situés à une distance de l'extrémité amont correspondant à un quart de la longueur du réacteur. Des premiers moyens de contrôle et d'asservissement permettent d'asservir les débits d'injection ou d'alimentation en solution acide au débit d'alimentation en substrat broyé, à sa teneur en matière sèche et à la vitesse de transfert dans le réacteur de telle sorte que la teneur en matière sèche des rafles passe d'environ 90% à environ 50% et qu'il n'y ait sensiblement pas de phase liquide séparée en sortie 10 de la zone d'imprégnation. Une fois imprégnées en milieu acide à la température ambiante et à une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique, les rafles sont évacuées par gravité et par une sortie perpendiculaire à l'axe du réacteur 5 dans un organe d'alimentation 12 qui est un sas comprenant une vanne supérieure 18 dite à guillotine en relation avec la sortie 10 de la zone d'imprégnation et une vanne inférieure à guillotine 19 qui commande

l'entrée de substrat dans un réacteur d'hydrolyse acide 11. Celui-ci, de forme allongée, sensiblement cylindrique, et disposé de manière sensiblement inclinée vers l'aval avec une pente descendante d'environ 0,5%, fonctionne sous pression et à température élevée grâce à l'apport de vapeur d'eau injectée de manière sensiblement radiale via une ligne 14. Le sas d'entrée, disposé de manière sensiblement verticale et sensiblement perpendiculaire à l'axe du réacteur 11 comprend un indicateur de niveau 20 commandant par les premiers moyens d'asservissement 16 la fermeture d'une vanne 18 lorsque le sas est suffisamment rempli, la mise sous pression du sas en équilibre avec la pression interne du réacteur d'hydrolyse par l'intermédiaire d'une vanne 3 voies 21 et enfin l'ouverture de la vanne 19 pour que le contenu du sas puisse s'écouler dans le réacteur d'hydrolyse. La vanne à 3 voies 21 assure les mises successives alternatives sous pression et à la pression atmosphérique. Le réacteur d'hydrolyse 11 alimenté en substrat imprégné assure le transfert de celui-ci jusqu'à l'organe d'évacuation 15 par une vis de transfert 13, mise en mouvement par un moteur 22. Cette vis comprend avantageusement une première partie 22a sur une distance correspondant au quart environ de sa longueur, constituée d'un arbre de diamètre plus grand que celui qui vient en continuité sur la deuxième partie 22b et d'un pas plus serré que celui de la seconde partie.

Les débits d'alimentation en substrat imprégné et en vapeur et la vitesse de transfert dans la zone d'hydrolyse sont asservis par des seconds moyens d'asservissement 16 de telle façon que l'on obtient un substrat au moins en partie hydrolysé ne contenant sensiblement pas de phase séparée et une teneur en matière sèche inférieure à celle qu'il avait à l'entrée de la zone d'hydrolyse par exemple 40 à 45%.

La pression et la température du réacteur d'hydrolyse sont régulées par des capteurs (non représentés sur la figure) et par les moyens 16 autour d'une valeur de consigne. Lorsque, la valeur de consigne fixée est dépassée, l'alimentation en vapeur est stoppée. Par contre, celle-ci est ouverte lorsque la valeur de consigne n'est pas atteinte. Une électrovanne 17 commande donc l'ouverture et la fermeture de l'alimentation 14 en vapeur en fonction d'un signal délivré par les moyens d'asservissement 16 reliés aux capteurs.

Le substrat hydrolysé est ensuite évacué par l'intermédiaire d'un sas 15 disposé verticalement et de manière sensiblement perpendiculaire à l'axe du réacteur d'hydrolyse. Ce sas comprend une vanne guillotine supérieure 23 et une vanne guillotine inférieure 24 fonctionnant à l'aide des seconds moyens d'asservissement, l'équilibrage des pressions s'effectuant par une vanne à 3 voies 25 comme cela a déjà été décrit dans le cas du sas supérieur. Le substrat hydrolysé s'écoule dans un bac tampon 26, à partir duquel ce même substrat hydrolysé est récupéré pour alimenter un diffuseur 27 effectuant en continu, en présence d'eau de diffusion amenée par une ligne 28, une extraction liquide solide à contre courant, l'eau de diffusion rencontrant en premier le substrat hydrolysé dont la teneur en sucres solubles est pratiquement totalement épuisée.

La matière organique non hydrolysée (lignine, cellulose) est récupérée à une extrémité 29 de la ligne d'extraction tandis que le mélange de sucres en solution contenant au moins 80% en poids du xylose est récupéré à l'autre extrémité 30. Par des moyens et techniques connus, le mélange de sucres en solution est ensuite concentré, neutralisé généralement par de la chaux, déminéralisé et décoloré par passage par exemple sur des résines échangeuses d'ions. Du xylose purifié (pureté supérieure à 95%) peut être obtenu par cristallisation à partir de cette solution de sucres décolorés.

L'exemple suivant illustre l'invention et n'est nullement limitatif.

Au cours de cet essai, il a été traité en continu, pendant 5 heures, 500 kg de rafles de maïs broyées dans l'appareillage dont le schéma de principe est décrit précédemment.

La composition des rafles est la suivante :

	Humidité	9,0 %
45	Glucanes	32,5 %
	Xylanes	28,8 %
	Arabanes	3,7 %
50	Lignine	13,4 %
	Cendres	2,0 %
	Autres constituants (dont groupements acétyls, acides uroniques...)	10,6 %

L'analyse granulométrique des rafles mesurée avec différents tamis donne la répartition en poids (%) suivante :

Refus aux tamis 5 mm 3,15 mm 2,5 mm 1,3 mm 0,15 mm 0,1 mm 0,1 mm

Répartition en poids (%) 16,8 26,8 12,0 24,6 14,8 4,2 0,8

L'imprégnation est faite pendant 2 mn environ, à la température ambiante, à la pression atmosphérique avec de l'eau et de l'acide sulfurique concentré à 96% en poids (densité = 1,84). Pendant toute l'expérimentation, on a rajouté 19 kg d'acide et 380 kg d'eau.

5 La teneur en matière sèche à la sortie de la zone d'imprégnation est de 50,6%. La concentration en poids en acide par rapport à la matière sèche est de 4,0%.

Les conditions de fonctionnement du réacteur d'hydrolyse sont 140°C et une pression de l'ordre de 4 bar avec un temps de séjour moyen de 30 mn. La quantité totale de produit récupéré en sortie de réacteur d'hydrolyse est de 1060 kg. La teneur en matière du substrat hydrolysé est de 42,9%. Les rafles ayant subi le traitement d'hydrolyse sont envoyées dans un diffuseur fonctionnant en continu dans lequel l'extraction à l'eau des sucres est effectuée à contre-courant. On récupère d'une part une solution aqueuse de sucres et d'autre part des rafles épuisées en sucres monomères qui sont égouttées sur un filtre à bande, le filtrat étant ensuite ajouté à la solution aqueuse de sucres, dont le volume final est 2200 litres. La teneur en sucres totaux est de 61,8 g.l⁻¹ avec des concentrations respectives en xylose, glucose, arabinose de 51,8 g.l⁻¹, 5,4 g.l⁻¹ et 4,5 g.l⁻¹ soit une teneur en xylose de 83,9%. La solution aqueuse est ensuite évaporée sous vide pour atteindre une concentration en sucres totaux voisine de 150 g.l⁻¹.

La température d'évaporation ne dépasse pas 60°C. On récupère 920 l d'une solution concentrée en sucres, à laquelle on ajoute 10,1 kg de CaO. Le précipité de sulfate de calcium obtenu est séparé par filtration sur filtre à bande. Le filtrat est ensuite déminéralisé et décoloré par passage sur des résines échangeuses d'ions et des résines adsorbantes.

Revendications

- 25 1. Procédé de production en continu d'un mélange de sucres en solution contenant au moins 80% de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique, comportant une étape de broyage, une étape d'imprégnation en solution aqueuse acide, une étape d'hydrolyse en présence de vapeur d'eau, une étape de dilution en présence d'eau, une étape d'extraction du mélange de sucres produits à partir du substrat hydrolysé et une étape de récupération du xylose, caractérisé par la combinaison des étapes suivantes :
- 30 a) on broye ledit substrat à une dimension adéquate,
 b) on alimente en continu en substrat provenant de l'étape a), une zone d'imprégnation et on effectue l'étape d'imprégnation dans des conditions telles que l'on récupère un substrat imprégné en sortie de la zone d'imprégnation avec une teneur en matière sèche telle qu'il ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée ;
- 35 c) on alimente en continu en substrat imprégné résultant de l'étape b) une zone d'hydrolyse sous pression et on effectue l'étape d'hydrolyse dans des conditions de température, de pression et de débit de vapeur d'eau telles que l'on récupère un substrat au moins en partie hydrolysé ne contenant sensiblement pas de phase séparée.
- 40 2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel l'étape d'imprégnation est effectuée avec une proportion d'acide par rapport à la quantité de matière sèche dudit substrat de 0,1-10% à la température ambiante et à une pression sensiblement égale à la pression atmosphérique durant 1 minute à 60 minutes.
- 45 3. Procédé selon l'une des revendications 1 à 2 dans lequel l'étape d'hydrolyse est effectuée à une température de 120 à 170°C à une pression de 1 à 7 bar durant 10 minutes à 1 heure.
4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel l'étape d'hydrolyse est effectuée à une température de 135 à 150°C, sous 2 à 5 bar durant 20 à 40 mn.
- 50 5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 dans lequel la teneur en matière sèche en sortie de la zone d'imprégnation est de 30 à 70% et avantageusement 25 à 55%.
6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel on alimente en substrat la zone d'hydrolyse par gravité.
- 55 7. Unité de production en continu notamment de xylose à partir d'un substrat lignocellulosique comportant des moyens de broyage d'un substrat à une dimension adéquate et des moyens d'alimentation en substrat broyé, caractérisé en ce que l'unité de production comprend en combinaison, un réacteur d'imprégnation

5 de ce substrat broyé de forme sensiblement cylindrique ayant une entrée reliée aux moyens d'alimentation en substrat et une sortie, des moyens de transfert en continu du substrat dans le réacteur d'imprégnation et des moyens d'alimentation en une solution comprenant de l'eau et au moins un acide ou au moins une base, ledit réacteur d'imprégnation comportant des moyens d'asservissement connectés aux moyens d'alimentation en substrat, aux moyens de transfert de ce substrat dans le réacteur d'imprégnation et aux
10 moyens d'alimentation en ladite solution et adaptés à imprégner le substrat dans des conditions telles que celui-ci est sensiblement dépourvu de phase liquide séparée, l'unité de production étant en outre caractérisée en ce qu'elle comporte un réacteur d'hydrolyse en continu et sous pression, de forme sensiblement cylindrique, en acier inox comprenant à une de ses extrémités un organe étanche d'alimentation en continu
15 de substrat imprégné relié à la sortie du réacteur d'imprégnation et adapté à fonctionner tantôt sensiblement à la pression atmosphérique, tantôt sous pression, des moyens de transfert en continu du substrat imprégné dans le réacteur d'hydrolyse, au moins un moyen d'alimentation en vapeur sous pression et à l'autre extrémité un organe étanche d'évacuation du substrat hydrolysé adapté à fonctionner tantôt sensiblement à la pression atmosphérique, tantôt sous pression et adapté à alimenter des moyens d'extraction
20 des sucres ci-dessous, ledit réacteur d'hydrolyse comportant des moyens d'asservissement reliés à l'organe d'alimentation en substrat et à l'organe d'évacuation du substrat, au débit d'alimentation en vapeur et à la vitesse de transfert en substrat, lesdits moyens d'asservissement étant adaptés à hydrolyser le substrat imprégné, sensiblement en absence de phase liquide séparée, ladite unité comprenant en outre des moyens d'extraction en continu des sucres contenant notamment le xylose du substrat non hydrolysé reliés à l'organe d'évacuation et comportant des moyens d'alimentation en eau et des moyens de récupération du xylose produit reliés aux moyens d'extraction.

- 25 **8. Unité de production selon la revendication 7 dans laquelle le réacteur d'hydrolyse est incliné selon une pente descendante de 0,1 à 1% dirigée vers l'organe d'évacuation.**
- 9. Unité de production selon la revendication 7 ou 8 dans laquelle le réacteur d'hydrolyse a un axe de symétrie et dans lequel l'organe d'alimentation et l'organe d'évacuation du substrat sont perpendiculaires à l'axe de symétrie.**
- 30 **10. Unité de production selon l'une des revendications 7 à 9 dans laquelle est intercalé un bac tampon entre l'organe d'évacuation de substrat et les moyens d'extraction des sucres.**

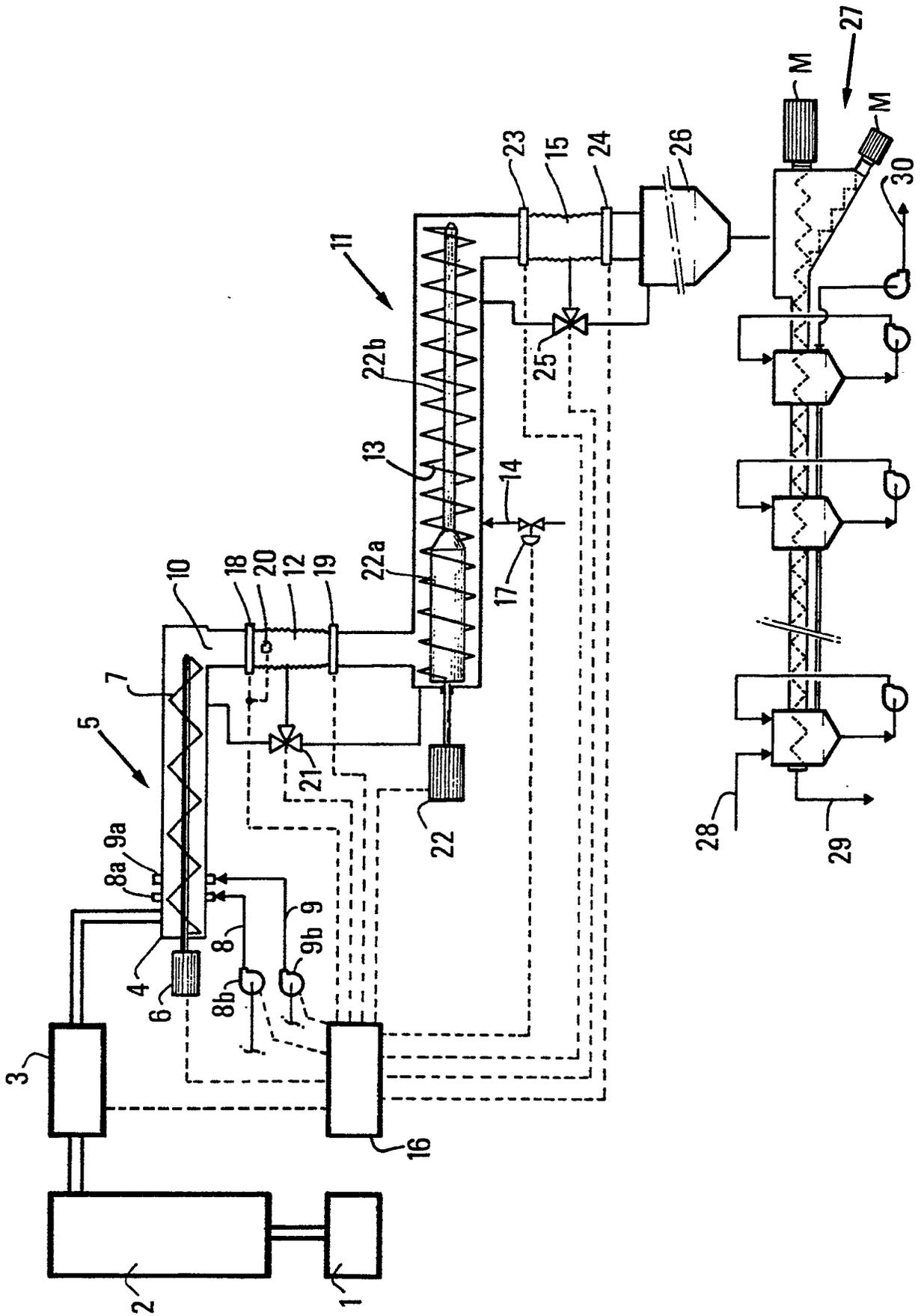
35

40

45

50

55



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 40 3374

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. CL5)
D,X	FR-A-2580669 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) * page 4, ligne 33 - page 5, ligne 26; revendications 1, 2, 6-10 *	1-4	C13K13/00
D,A	US-A-4136207 (BENDER) * colonne 6, ligne 35 - colonne 7, ligne 27; revendications 1-8; figure 1 *	1, 7	
A	DE-A-2413306 (SULZER) * page 7, alinéas 2 - 4; revendications 1, 2; figure 1 *	1-10	
A	DE-A-2458386 (SULZER) * revendications 1-5; figure 1 *	7-10	
A	US-A-4350766 (MEHLBERG) * revendications 11-16 *	1-6	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL5)
			C13K D21C
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 25 MARS 1991	Examinateur VAN MOER A. M. J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande I : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 01.82 (PWO/2)