



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) Numéro de publication : **0 434 512 A1**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : **90403573.0**

(51) Int. Cl.⁵ : **C13K 13/00**

(22) Date de dépôt : **13.12.90**

(30) Priorité : **20.12.89 FR 8917026**

(43) Date de publication de la demande :
26.06.91 Bulletin 91/26

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

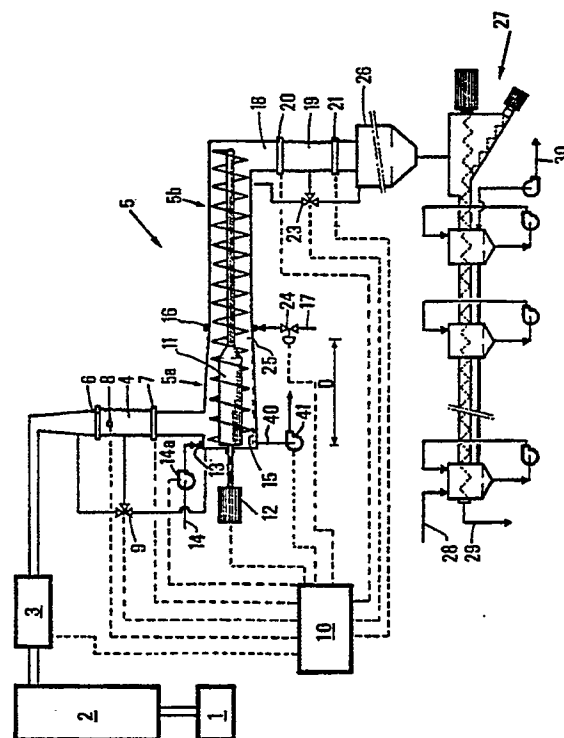
(71) Demandeur : **INSTITUT FRANCAIS DU
PETROLE
1 et 4 Avenue de Bois-Préau BP 311
F-92506 Rueil Malmaison Cédex (FR)**

(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)
Inventeur : Renault, Philippe
2, Allée des Closeaux
F-78590 Noisy Le Roi (FR)**

(54) **Réacteur en continu et sous pression d'imprégnation et d'hydrolyse du substrat lignocellulosique, procédé et unité de production d'un mélange de sucres à base de xylose.**

(57) On décrit un réacteur en continu et sous pression d'imprégnation et d'hydrolyse d'un substrat lignocellulosique, un procédé et une unité de production d'un mélange de sucres à base de xylose.

Ce réacteur comprend une première section (5a) d'imprégnation sous pression côté amont et une seconde section (5b) d'hydrolyse sous pression contiguë à la première section, côté aval, des moyens de mise sous pression et température desdites sections comportant au moins un moyen d'alimentation (16) de vapeur d'eau, un premier organe (4) étanche d'introduction en continu du substrat dans la section d'imprégnation des moyens d'alimentation (13) en une solution comprenant de l'eau et au moins un acide ou une base dans la section d'imprégnation, des moyens (40) de maintien d'un fluide comprenant ladite solution à un niveau adéquat dans la première section. Il comporte en outre des moyens de transfert (11) du substrat, de l'extrémité amont de la section d'imprégnation vers l'extrémité aval de la section d'hydrolyse, et à son extrémité aval, un deuxième organe (19) étanche d'extraction en continu du substrat hydrolysé, l'ensemble de ces moyens étant agencés par des moyens d'asservissement et de contrôle (10). Application à la production de xylose.



EP 0 434 512 A1

**REACTEUR EN CONTINU ET SOUS PRESSION D'IMPREGNATION ET D'HYDROLYSE DU
SUBSTRAT LIGNOCELLULOSIQUE, PROCEDE ET UNITE DE PRODUCTION D'UN MELANGE DE
SUCRES A BASE DE XYLOSE**

L'invention concerne un réacteur et un procédé d'imprégnation et d'hydrolyse, en continu et sous pression d'un substrat lignocellulosique. Elle concerne également une unité de production en continu de pentoses à partir de ce substrat comprenant le réacteur ci-dessus, l'obtention des pentoses et en particulier celle d'une solution enrichie en au moins 80% en poids de xylose qui est notamment utile en vue de sa transformation en xylitol par exemple, 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 variable 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. 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. GADEL-MANN, M.M. DIETRICH, Process Biochemistry, Dec/Jan. 1980/1981, pp 37-43).

L'art antérieur est aussi illustré par les brevets DE-A-2458 386, DE-A-2413 306 et US-A-4350 766.

Il a été constaté dans le brevet FR 2 580 669 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 celluloses et une libération très importante des sucres constitutifs des hémicelluloses, notamment pentoses (xylose et arabinose) sans avoir subi de dégradation importante. Mais on ne peut opérer en continu pour des raisons de corrosion.

Cependant, il est connu par le brevet US 4 136

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, 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 des oligomères de pentoses qui peuvent représenter par exemple de 50 à 60% de l'ensemble des pentosanes. Parmi ces pentoses environ 10% de monomères se trouvent être dilués avec 90% d'oligomères.

Ce dispositif ne peut pas être utilisé en milieu acide et à haute température en raison des niveaux de corrosion que le traitement d'hydrolyse en présence d'acide engendrerait. En effet, les problèmes liés à l'utilisation d'un traitement acide sont généralement les suivants :

- un traitement acide en milieu dilué implique la présence d'une quantité d'eau telle qu'elle devient un obstacle lorsqu'on prend en compte les dépenses énergétiques,
- par ailleurs, opérant de ce fait en milieu diphasique, on augmente nécessairement les phénomènes de corrosion sur les parois du réacteur.

De plus, les problèmes liés à l'imprégnation d'un substrat sont dépendants de son hétérogénéité physique : le cœur d'une rafle de maïs est moins poreux que ne l'est sa périphérie, la rafle elle-même étant plus poreuse que le copeau de bois. Il s'agit donc d'optimiser les quantités d'acide et d'eau qui doivent être réellement en contact avec le substrat de façon qu'elles soient absorbées et/ou adsorbées par celui-ci.

Il s'agit de manière générale d'augmenter la susceptibilité à l'imprégnation et à l'hydrolyse de substrats difficiles à attaquer par les méthodes conventionnelles.

Par ailleurs, lorsque les étapes d'imprégnation et d'hydrolyse sont réalisées dans des enceintes distinctes et séparées, les organes de transfert avec leurs organes de commande et de contrôle dans les enceintes sont doublés. Les investissements sont donc augmentés dans des proportions importantes et la valeur ajoutée réalisée sur le produit final peut remettre en cause l'intérêt de la technique.

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 obtenait un rendement d'extraction amélioré notamment en pentoses et particulièrement en xylose tout en minimisant la corrosion de l'enceinte réactionnelle. De plus, en raison de sa compacité et de sa simplicité, les coûts d'investis-

sement sont réduits dans une proportion importante. Enfin, le dispositif peut fonctionner en continu dans des conditions de température et de pression assez sévères par exemple de l'ordre de 140°C ou sous 1 à 7 bar. Plus précisément, l'invention concerne un réacteur (5) d'imprégnation et d'hydrolyse, en continu et sous pression d'un substrat lignocellulosique, éventuellement broyé, de forme sensiblement cylindrique au moins sur sa partie aval, ayant une extrémité amont et une extrémité aval située sensiblement au dessus de l'extrémité amont, le réacteur en inox (5) étant caractérisé en ce qu'il comprend en combinaison une première section (5a) dite d'imprégnation sous pression côté amont et une seconde section (5b) dite d'hydrolyse sous pression contigüe à la première section, côté aval, les deux sections étant en continuité, des moyens de mise sous pression et température desdites sections comportant au moins un moyen d'alimentation (16) de vapeur d'eau, un premier organe (4) étanche d'introduction en continu du substrat adapté à introduire le substrat dans la section d'imprégnation qui comprend un sas relié à un moyen d'alimentation (3) en substrat et connecté au voisinage de l'extrémité amont du réacteur, des moyens d'alimentation (13) en une solution comprenant de l'eau et au moins un acide ou une base dans la section d'imprégnation, des moyens (40) de maintien d'un fluide comprenant ladite solution à un niveau adéquat dans la première section, le réacteur ayant un axe de symétrie et étant en outre caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de transfert (11) du substrat, selon ledit axe, de l'extrémité amont de la section d'imprégnation vers l'extrémité aval de la section d'hydrolyse, et en ce qu'il comporte de plus, à son extrémité aval, un deuxième organe (19) étanche d'extraction en continu du substrat hydrolysé, adapté à extraire par débordement le substrat hydrolysé de la section d'hydrolyse, l'ensemble de ces moyens étant agencés par des moyens d'asservissement et de contrôle (10) de telle façon que le substrat ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée à l'extrémité aval du réacteur.

Le substrat lignocellulosique est en général du bois, des rafles de maïs, des tiges de maïs et de la paille. On préfère utiliser cependant les rafles de maïs pour l'obtention de xylose.

Le bois est habituellement écorcé et découpé sous forme de copeaux tandis que les rafles sont broyées à une granulométrie comprise en général entre 3 et 10 nm, de préférence entre 4 et 6 nm. 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 75% et celle des rafles d'environ 80 à 90%.

le réacteur est généralement en pente descendante vers l'amont d'environ 0,1 à 5% de préférence de 0,5 à 2%, de sorte qu'une accumulation de solution acide ou basique se réalise dans la partie basse de la zone d'imprégnation. Le niveau de solution dans cette zone se trouve généralement à une distance D de l'extrémité amont du réacteur suivant la génératrice la plus longue représentant 0,1 à 0,4 fois la longueur du réacteur et de préférence 0,2 à 0,3 fois. On dispose généralement dans la zone d'imprégnation de moyens de maintien à un niveau approprié de la solution qui correspond à un volant de liquide le plus faible possible pour un substrat donné.

Ces moyens de maintien sont reliés à une sonde de niveau connectée à un microprocesseur qui gère les informations en fonction d'un point de consigne préalablement affiché. Une sonde de contrôle d'acidité ou de basicité du fluide est généralement associée au microprocesseur qui commande dans les mêmes conditions l'alimentation en la solution.

La section d'imprégnation peut être cylindrique. Elle est avantageusement tronconique, l'extrémité amont étant évasée. La section d'hydrolyse est habituellement cylindrique.

Pour véhiculer le substrat aussi bien dans la section d'imprégnation que dans la section d'hydrolyse, on utilise des moyens de transfert qui sont en règle générale une vis sans fin. Elle est avantageusement de forme globalement tronconique dans la section tronconique du réacteur. La section d'imprégnation comporte une extrémité aval définie par la partie du niveau la plus éloignée de l'extrémité amont. Elle peut être avantageusement sensiblement confondue avec la partie la plus étroite du tronc de cône. Les moyens d'alimentation en la solution de la section d'imprégnation peuvent être situés au voisinage immédiat de l'extrémité amont.

Le substrat est généralement introduit par un organe d'introduction tel qu'un sas et une fois hydrolysé il est évacué par un organe d'extraction, par exemple un sas. Ces deux sas sont avantageusement verticaux, l'introduction et l'évacuation du substrat s'effectuant de préférence par gravité. Ils sont avantageusement disposés respectivement au voisinage immédiat de l'extrémité amont et de l'extrémité aval du réacteur.

L'invention concerne aussi une unité de production en continu de pentoses à partir du substrat lignocellulosique. Elle comporte en combinaison des moyens d'alimentation en substrat, renfermant avantageusement des moyens de broyage (1) du substrat à une dimension adéquate, qui comprennent une entrée et une sortie, le réacteur d'imprégnation et d'hydrolyse dont le premier organe d'introduction (4) est connecté à ladite sortie, ledit réacteur étant adapté à réaliser dans la première section 5a, l'imprégnation en milieu acide aqueux du substrat broyé dans des conditions de température et de pression appropriées et dans la seconde section 5b une hydro-

lyse acide du substrat imprégné à température sensiblement constante et en milieu ne contenant sensiblement pas de phase liquide séparée, des moyens d'extraction (27) des pentoses du substrat hydrolysé ayant une entrée reliée au deuxième organe d'extraction (19) du réacteur ci-dessus, les moyens d'extraction comportant en outre des moyens (28) d'alimentation en eau, des moyens de récupération (29) du substrat dépentosé et des moyens de récupération (30) des pentoses produits.

L'invention concerne par ailleurs un procédé d'imprégnation et d'hydrolyse en continu du substrat ci-dessus dans une zone réactionnelle sous pression comportant une première zone d'imprégnation et une seconde zone d'hydrolyse contigüe à la première zone. On introduit, de préférence par gravité, le substrat que l'on a éventuellement broyé et qui contient au moins 50% de matière sèche dans la zone d'imprégnation sous pression supérieure à au moins 1 bar. On imprègne à une température d'au moins 120°C ledit substrat en présence d'une solution aqueuse acide dans des conditions d'imprégnation en milieu diphasique puis on effectue immédiatement après une hydrolyse du substrat imprégné dans la zone d'hydrolyse en présence de vapeur d'eau à une température sensiblement constante en milieu ne contenant sensiblement pas de phase liquide séparée et dans des conditions de pression et de temps de séjour telles que l'on obtient le substrat hydrolysé contenant de 25 à 55% en poids de matière sèche et on récupère ledit substrat hydrolysé. L'alimentation en solution acide est avantageusement réalisée à l'entrée de la zone d'imprégnation.

Le débit d'alimentation en eau et acide est ajusté en fonction de la quantité de fluide séjournant dans la zone d'imprégnation laquelle dépend de la teneur initiale en matière sèche du substrat, de sa teneur finale souhaitée et de sa vitesse de transfert dans la zone subséquente.

Les acides organiques ou minéraux conventionnels sont habituellement utilisés. On préfère cependant l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique. Leur concentration par rapport à la matière sèche du substrat est ajustée de façon à ce qu'elle soit généralement comprise entre 0,1 et 10%, de préférence comprise entre 2% et 5% en poids.

La température dans la zone d'imprégnation et d'hydrolyse est avantageusement comprise entre 120 et 180°C tandis que la pression est habituellement comprise entre 1 et 10 bar et de préférence comprise entre 2 et 5 bar.

L'alimentation en substrat broyé de la zone d'imprégnation s'effectue en général par un sas piloté grâce à des moyens d'asservissement et de contrôle reliés à une mesure de niveau dans le sas et à une minuterie commandant l'ouverture ou la fermeture des vannes du sas. Cette alimentation est avantageusement gravitaire et l'équilibrage des pressions se fait

par des vannes trois voies reliant le sas soit au réacteur soit à l'atmosphère.

L'hydrolyse du substrat imprégné et acidifié est habituellement réalisée en présence de vapeur d'eau, moyenne pression. L'alimentation en vapeur est en règle générale effectuée à l'entrée de la zone d'hydrolyse, de préférence au voisinage de l'extrémité aval de la zone d'imprégnation.

Les conditions de débit de vapeur, de température, de pression, de vitesse de transfert dans ladite zone sont choisies de sorte que la teneur en matière sèche du substrat hydrolysé soit généralement comprise entre 25 et 55% et de préférence comprise entre 40 et 50% en poids. Dans ces conditions générales, le substrat ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée.

La vitesse de transfert du substrat et la longueur du réacteur conditionnent le temps de séjour dans le réacteur. Il est en général de 10 mn à 1 heure, préférentiellement de 20 à 30 mn. Il est d'autant mieux contrôlé que l'hydrolyse est effectuée en absence de phase liquide séparée.

Les moyens de transfert du substrat dans la zone d'imprégnation puis dans la zone d'hydrolyse peuvent comprendre soit une mono-vis sans fin pour le cheminement des rafles soit une bi-vis pour les autres substrats qui sont par nature moins poreux. La vis sans fin peut selon un mode de réalisation particulièrement avantageux être constituée d'un arbre épais à pas de vis resserré au moins sur une partie 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 son débit.

Par ailleurs, lorsque la zone d'imprégnation est de forme tronconique, la vis sans fin épouse de préférence la forme de la zone dans laquelle elle se trouve de sorte qu'un minimum de substrat baigne dans la solution.

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 en inox 5 via un doseur gravimétrique 3 alimentant un sas d'introduction 4 en continu du substrat dans le réacteur 5 selon l'invention. Ce réacteur calorifugé comprend, en amont, une première section d'imprégnation 5a de longueur sensiblement comprise avantageusement entre 0,2 et 0,3 fois la longueur totale du réacteur et de forme globalement tronconique, la partie évasée se trouvant du côté de l'extrémité amont du réacteur.

Vers l'aval du réacteur, une seconde section 5b dite d'hydrolyse est disposée en continuité avec la section d'imprégnation. Cette section est de forme

sensiblement cylindrique et est aménagée de telle façon qu'une pente descendante vers l'amont d'environ 0,2 à 1% permet l'accumulation de liquide dans la partie basse de la section d'imprégnation. Le sas d'introduction 4 étanche est disposé de façon à alimenter au voisinage de son extrémité amont, le secteur d'imprégnation par gravité et de préférence grâce à sa disposition verticale sur la partie supérieure du réacteur. Il comprend une vanne d'entrée 6 du sas, à guillotine, reliée au doseur gravimétrique 3, des moyens de mesure de niveau en substrat à l'intérieur du sas tels une sonde 8 et une vanne de sortie 7 à guillotine en liaison avec la section 5a. Des moyens d'équilibrage de pression 9 à l'intérieur du sas sont respectivement reliés à la pression atmosphérique et au réacteur d'imprégnation 5a. L'indicateur de niveau 8 commande par les moyens d'asservissement 10 la fermeture de la vanne 6 lorsque le sas est suffisamment rempli, la mise sous pression du sas en équilibre avec la pression interne du réacteur et enfin l'ouverture de la vanne 7 pour que le contenu du sas puisse s'écouler dans le réacteur 5. Une vis sans fin 11 de forme globalement tronconique avec un pas resserré dans la section d'imprégnation 5a, puis de forme cylindrique dans la section d'hydrolyse achemine le substrat grâce à un moteur 12, respectivement dans chacune des deux sections. Des moyens d'asservissement et de contrôle permettent d'asservir des débits d'injection d'une solution acide au débit d'alimentation en substrat broyé via le doseur 3, à sa teneur en matière sèche et à sa vitesse de transfert, de sorte que la teneur en matière sèche des rafles passe d'environ 90% à l'entrée du réacteur à environ 40% en sortie.

Le débit d'alimentation en solution acide est assuré par des injecteurs 13 conventionnels reliés à une ligne 14 via une pompe 14a et disposés de manière sensiblement annulaire au voisinage immédiat de l'extrémité amont du réacteur. Ils distribuent la solution de manière sensiblement radiale dans le secteur d'imprégnation.

En raison de la forme du secteur d'imprégnation ou de l'inclinaison du réacteur, un volume 15 de solution s'accumule dans la partie inférieure du réacteur. Le niveau maximum du liquide atteint une zone 25 du réacteur correspondant sensiblement à l'extrémité aval de la zone d'imprégnation.

Des moyens 40 comprenant une pompe 41 permettent de maintenir le fluide accumulé au volume minimum souhaité pour imprégner le substrat et d'atteindre sensiblement la zone 25, avec notamment une sonde de niveau reliée au moyen de contrôle 10, ce niveau de fluide étant en contact avec la paroi du secteur d'imprégnation en un point extrême situé à la distance D de l'extrémité amont du réacteur. Des injecteurs 16 alimentés par une ligne 17 distribuent de la vapeur moyenne pression au voisinage de l'extrémité aval du secteur d'imprégnation, côté secteur

d'hydrolyse. Ils sont plus précisément disposés au début de la zone cylindrique de manière annulaire. Cette vapeur contribue à la mise en température et sous pression du réacteur. A l'extrémité aval du réacteur, une évacuation 18 sensiblement verticale récupère par débordement et par gravité, de préférence, le substrat hydrolysé et l'envoie dans un sas étanche d'évacuation 19, qui comprend une vanne guillotine supérieure d'entrée 20 et une vanne guillotine inférieure 21 de sortie, commandé par les moyens d'asservissement 10, l'équilibrage des pressions tantôt à la pression du réacteur tantôt à la pression atmosphérique s'effectuant par une vanne à 3 voies 23 comme dans le cas du sas supérieur 4, commandée par les moyens d'asservissement 10.

La pression et la température du réacteur sont régulées par des capteurs (non représentés sur la figure) et par les moyens d'asservissement 10 autour d'une valeur de consigne. Lorsque cette valeur 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 24 commande donc l'ouverture et la fermeture de l'alimentation 17 en vapeur en fonction du signal délivré.

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. C'est ainsi que l'eau de diffusion rencontre en premier le substrat hydrolysé dont la teneur en sucres solubles est pratiquement épuisée en totalité.

La matière organique non hydrolysée (lignine, cellulose) est récupérée à une extrémité 29 de la ligne d'extraction où arrive la ligne d'eau 28 tandis que le mélange de sucres en solution contenant au moins 80% en poids de xylose est récupéré à l'autre extrémité 30. Par des moyens et techniques connus, ces sucres sont ensuite concentrés, neutralisés généralement par de l'hydroxyde de calcium, déminéralisés, décolorés par passage par exemple sur des résines et enfin cristallisés.

Revendications

1. Réacteur d'imprégnation et d'hydrolyse, en continu et sous pression, d'un substrat lignocellulosique de forme sensiblement cylindrique ayant une extrémité amont et une extrémité aval située sensiblement au dessus de l'extrémité amont, le réacteur étant en inox (5) et étant caractérisé en ce qu'il comprend en combinaison une première section (5a) dite d'imprégnation sous pression côté amont et une seconde section (5b) dite d'hydrolyse sous pression contigüe à la première section, côté aval, les deux sections étant

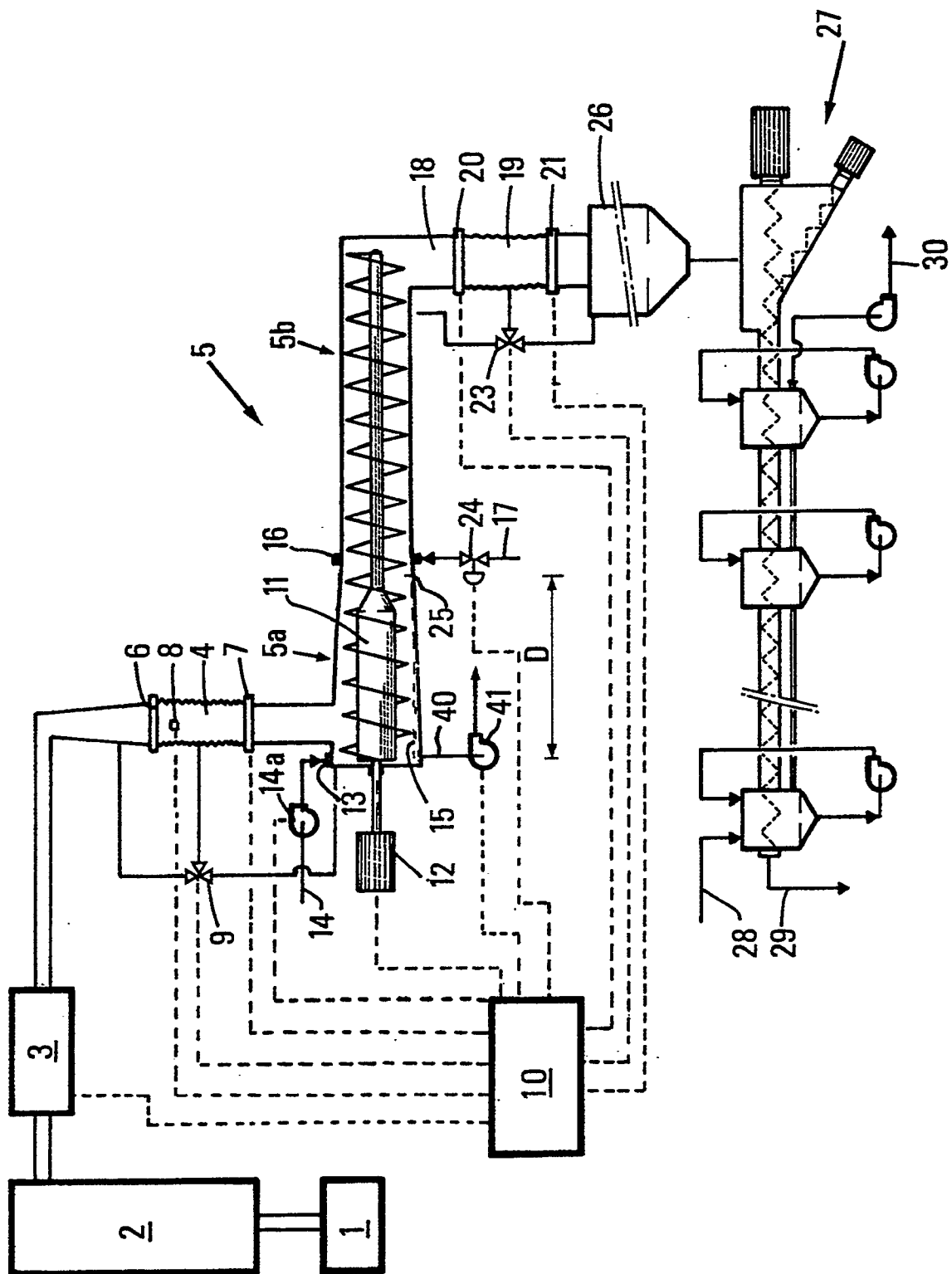
- en continuité, des moyens de mise sous pression et température desdites sections comportant au moins un moyen d'alimentation (16) de vapeur d'eau, un premier organe (4) étanche d'introduction en continu du substrat adapté à introduire le substrat dans la section d'imprégnation qui comprend un sas relié à un moyen d'alimentation (3) en substrat et connecté au voisinage de l'extrémité amont du réacteur, des moyens d'alimentation (13) en une solution comprenant de l'eau et au moins un acide ou une base dans la section d'imprégnation, des moyens (40) de maintien d'un fluide comprenant ladite solution à un niveau adéquat dans la première section, le réacteur ayant un axe de symétrie et étant en outre caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de transfert (11) du substrat, selon ledit axe, de l'extrémité amont de la section d'imprégnation vers l'extrémité aval de la section d'hydrolyse, et en ce qu'il comporte de plus, à son extrémité aval, un deuxième organe (19) étanche d'extraction en continu du substrat hydrolysé, adapté à extraire par débordement le substrat hydrolysé de la section d'hydrolyse, l'ensemble de ces moyens étant agencés par des moyens d'asservissement et de contrôle (10) de telle façon que le substrat ne contient sensiblement pas de phase liquide séparée à l'extrémité aval du réacteur.
2. Réacteur selon la revendication 1, dans lequel la longueur de la section d'imprégnation représente 0,1 à 0,4 fois celle du réacteur, et dans lequel les moyens de maintien du fluide au dit niveau sont disposés en un point de la section d'imprégnation contenant le fluide, compris entre ledit niveau et l'extrémité amont du réacteur.
 3. Réacteur selon la revendication 1 ou 2, dans lequel la section d'imprégnation 5a est une section tronconique ayant une extrémité amont évasée et dans lequel la section d'hydrolyse 5b est sensiblement cylindrique.
 4. Réacteur selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel les moyens de transfert comprennent une vis sans fin dont l'arbre est de préférence plus épais avec un pas de vis plus resserré au moins sur une partie de la section d'imprégnation.
 5. Réacteur selon la revendication 3 ou 4 dans lequel la vis sans fin est de forme globalement tronconique dans la section tronconique du réacteur.
 6. Réacteur selon l'une des revendications 1 à 5 dans lequel la section d'imprégnation comporte une extrémité aval et dans lequel les moyens d'alimentation en la solution sont situés au voisinage immédiat de l'extrémité amont du réacteur et dans lequel les moyens d'alimentation en vapeur sont disposés au voisinage de l'extrémité aval de la section d'imprégnation côté section d'hydrolyse.
 7. Réacteur selon l'une des revendications 2 à 6, caractérisé en ce qu'il est établi une pente descendante de l'extrémité aval vers l'extrémité amont au moins égale à 0,1% et de préférence comprise entre 0,5 et 2%.
 8. Réacteur selon l'une des revendications 2 à 7 dans lequel l'organe (4) d'introduction du substrat et l'organe d'extraction (19) du substrat hydrolysé sont verticaux et constitués par des sas.
 9. Unité de production en continu, notamment de pentoses à partir d'un substrat lignocellulosique comportant des moyens d'alimentation en substrat renfermant des moyens de broyage (1) du substrat à une dimension adéquate, qui comprennent une entrée et une sortie, le réacteur d'imprégnation et d'hydrolyse selon l'une des revendications 1 à 8 dont le premier organe d'introduction (4) est connecté à ladite sortie, ledit réacteur étant adapté à réaliser dans la première section 5a, l'imprégnation en milieu acide aqueux du substrat broyé dans des conditions de température et de pression appropriées et dans la seconde section 5b une hydrolyse acide du substrat imprégné à température sensiblement constante et en milieu ne contenant sensiblement pas de phase liquide séparée, des moyens d'extraction (27) des pentoses du substrat hydrolysé ayant une entrée reliée au deuxième organe d'extraction (19) du réacteur ci-dessus, les moyens d'extraction comportant en outre des moyens (28) d'alimentation en eau, des moyens de récupération (29) du substrat dépentosé et des moyens de récupération (30) des pentoses produits.
 10. Procédé d'imprégnation et d'hydrolyse en continu d'un substrat lignocellulosique dans une zone réactionnelle sous pression comportant une première zone d'imprégnation et une seconde zone d'hydrolyse contigüe à la première zone d'imprégnation, les deux zones étant en continuité et en pente descendante vers la zone d'imprégnation, dans lequel on introduit le substrat préalablement broyé contenant au moins 50% en poids de matière sèche dans ladite zone d'imprégnation sous pression supérieure à au moins 1 bar, ou on imprègne à une température d'au moins 120°C, ledit substrat en présence d'une solution aqueuse acide dans des conditions d'imprégnation.

tion en milieu diphasique puis on effectue, immédiatement après, une hydrolyse du substrat imprégné dans la zone d'hydrolyse en présence de vapeur d'eau à une température sensiblement constante, en milieu ne contenant sensiblement pas de phase liquide séparée et dans des conditions de pression et de temps de séjour telles que l'on obtient le substrat hydrolysé contenant de 25 à 55% en poids de matière sèche et on récupère ledit substrat hydrolysé.

- 5
- 10
11. Procédé selon la revendication 10 dans lequel on imprègne le substrat broyé avec une proportion d'acide par rapport à la matière sèche du substrat de 1 à 7% en poids et de préférence de 2 à 5% en poids. 15
12. Procédé selon la revendication 10 ou 11 dans lequel la zone réactionnelle est inclinée et dans lequel on détermine un niveau de solution aqueuse dans la zone d'imprégnation à une distance de l'extrémité amont suivant la plus longue génératrice représentant 0,1 à 0,4 fois la longueur de la zone réactionnelle. 20
- 25
13. Procédé de production en continu de pentoses à partir d'un substrat lignocellulosique comportant une étape de broyage, une étape d'imprégnation en milieu aqueux acide, une étape d'hydrolyse, une étape de dilution (diffusion) en milieu aqueux, une étape d'extraction des pentoses produits du substrat hydrolysé et une étape de récupération des pentoses, caractérisé par la combinaison des étapes suivantes : 30
- a) on broye ledit substrat à une dimension adéquate, 35
- b) on alimente en continu en substrat broyé, une zone d'imprégnation et d'hydrolyse et on imprègne le substrat et on l'hydrolyse selon l'une des revendications 10 à 12 dans des conditions telles que le substrat hydrolysé ne contient pas de phase liquide séparée et renferme de 25% à 55% et de préférence de 40 à 50% en poids de matière sèche. 40
- 45
14. Procédé selon l'une des revendications 10 à 13 dans lequel le temps de séjour du substrat dans le réacteur est compris entre 10 et 60 mn et de préférence entre 20 et 30 mn. 50

55

PL.unique





Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande

EP 90 40 3573

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
D,A	FR-A-2580669 (INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE) * page 4, ligne 33 - page 5, ligne 26; revendications 1, 2, 6-10 * ---	1, 10-14	C13K13/00
D,A	US-A-4136207 (BENDER) * colonne 6, ligne 35 - colonne 7, ligne 27; revendications 1-8; figure 1 * ---	1-14	
D,A	DE-A-2458386 (SULZER) * revendications 1-5; figure 1 * ---	1-10	
D,A	DE-A-2413306 (SULZER) * page 7, alinéas 2 - 4; revendications 1, 2; figure 1 * ---	1-14	
D,A	US-A-4350766 (MEHLBERG) * revendications 11-16 * -----	10-14	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			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 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 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			

EPO FORM 1503 03.82 (P0407)