

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la  
Propriété Intellectuelle  
Bureau international



(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2015/097298 A1**

(43) Date de la publication internationale  
2 juillet 2015 (02.07.2015)

WIPO | PCT

- (51) Classification internationale des brevets :  
**B02C 23/08** (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2014/079333
- (22) Date de dépôt international :  
24 décembre 2014 (24.12.2014)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
1363543 24 décembre 2013 (24.12.2013) FR
- (71) Déposants : **INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE** [FR/FR]; 147 rue de l'Université, F-75007 Paris Cedex 07 (FR). **CIRAD (CENTRE DE COOPÉRATION INTERNATIONALE EN RECHERCHE AGRONOMIQUE POUR LE DÉVELOPPEMENT)** [FR/FR]; 42 rue Scheffer, F-75116 PARIS 16ème (FR).
- (72) Inventeurs : **PIRIOU, Bruno**; 24 rue de l'Aiguillerie, F-34000 Montpellier (FR). **BARAKAT, Abdellatif**; 96 rue du Vercors, F-34070 Montpellier (FR). **ROUAU, Xavier**; 8 avenue de l'École d'Agriculture, F-34000 Montpellier (FR). **VAITILINGOM, Gilles**; 412 avenue de Montpellier, F-34270 Claret (FR).
- (74) Mandataire : **CORNUEJOLS, Georges**; Schmit-Chretien, 836, rue du Mas de Verchant, F-34000 Montpellier (FR).
- (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : PROCESS FOR DRY FRACTIONATION OF LIGNOCELLULOSIC BIOMASS

(54) Titre : PROCÉDÉ DE FRACTIONNEMENT PAR VOIE SÈCHE DE BIOMASSE LIGNO-CELLULOSIQUE

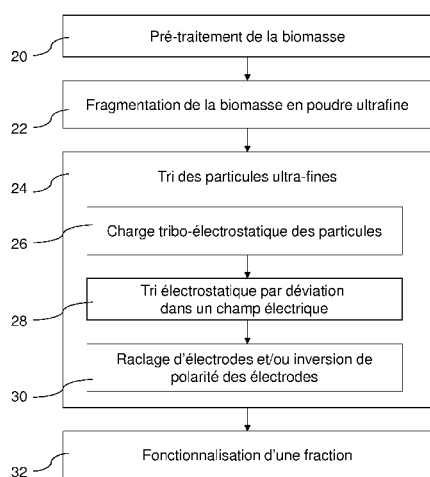


Figure 1

(57) Abstract : The process for dry fractionation of lignocellulosic biomass comprising at least 50%, by weight, of lignins, cellulose and hemicelluloses, comprises: - a step (22) of fragmentation of the biomass so as to obtain an ultrafine powder and - at least one step (24) of separation of a fraction enriched with cellulose and of a fraction enriched with lignin, with hemicelluloses and with minerals, by electrostatic sorting of the ultrafine particles. In embodiments, the fraction separation step comprises: - a step (26) of triboelectrostatic charging of ultrafine particles and - at least one step (28) of deviation of the path in the electric field of the charged particles so as to sort the particles.

(57) Abrégé : Le procédé de fractionnement par voie sèche de biomasse lignocellulosique comportant au moins 50 %, en masse, de lignines, cellulose et hémicelluloses, comporte : - une étape (22) de fragmentation de la biomasse pour obtenir une poudre ultrafine et - au moins une étape (24) de séparation d'une fraction enrichie en cellulose, d'une part, d'une fraction enrichie en lignine, en hémicelluloses et en minéraux d'autre part, par tri électrostatique des particules ultrafines. Dans des modes de réalisation, l'étape de séparation des fractions comporte : - une étape (26) de charge tribo-électrostatique de particules ultrafines et - au moins une étape (28) de déviation de trajectoire dans le champ électrique des particules chargées pour trier les particules.

- 20... Pre-treatment of the biomass  
22... Fragmentation of the biomass into an ultrafine powder  
24... Sorting of the ultrafine particles  
26... Triboelectrostatic charging of the particles  
28... Electrostatic sorting by deviation in an electric field  
30... Electrode scraping and/or electrode polarity inversion  
32... Functionalization of a fraction



WO 2015/097298 A1



**(84) États désignés** (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasién (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE,

SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Publiée :**

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

## PROCÉDÉ DE FRACTIONNEMENT PAR VOIE SÈCHE DE BIOMASSE LIGNO-CELLULOSIQUE

### DOMAINE TECHNIQUE DE L'INVENTION

La présente invention concerne un procédé de fractionnement par voie sèche de biomasse ligno-cellulosique. Elle s'applique, en particulier, à l'obtention de fractions enrichies en cellulose, hémicelluloses, lignine, minéraux et/ou autres  
5 constituants d'intérêt.

### ETAT DE LA TECHNIQUE

Les biomasses disponibles comportent, notamment, les co-produits agricoles (tels que les pailles, tiges et feuilles) et agro-alimentaires (coques, balles, enveloppes, pellicules), le bois (notamment sous forme de produits de coupe, de  
10 feuille, d'écorce, de plaquettes, de copeaux et de sciure), les cultures énergétiques, par exemple les taillis à courte rotation, plantes annuelles et pérennes, les graminées, les déchets d'emballages et organiques et les produits frais séchés, végétaux terrestres et aquatiques.

15 Les procédés de raffinerie de biomasse lignocellulosique participent à la fourniture de bioénergies, sous forme de poudre et d'éthanol, de matériaux bio-sourcés, notamment pour charger des matrices et de biomolécules à haute valeur ajoutée, par exemple des phénols, des acides gras et des minéraux.

Les procédés connus, physiques ou chimiques, utilisent des étapes de  
20 pressage et de lavage intense à l'eau et aux solvants organiques, afin de récupérer la lignine, la cellulose et les hémicelluloses. Ces techniques sont très coûteuses en investissement et en énergie. Elles ont un impact très important sur l'économie du procédé et sur l'environnement. De plus, ces procédés sont peu adaptés à l'extraction de la lignine, du fait de leur coût et du fait que les lignines extraites sont  
25 souvent modifiées ou contaminées par des réactifs chimiques (sulfates, acétyles, ...) et subissent des réactions de dépolymérisation/repolymérisation qui rendent leur valorisation plus difficile. De plus, la nécessité d'un recyclage intégral des réactifs pénalise économiquement ce type de procédés.

Dans les procédés chimiques (extraction par solvant, en milieu acide ou alcalin...), les fonctionnalités des biopolymères (lignines et polysaccharides comme la cellulose et les hémicelluloses) sont altérées ou modifiées par des réactions secondaires d'oxydation et d'hydrolyse, ce qui pénalise leurs utilisations ultérieures.

5 De plus, dans ces procédés, des étapes coûteuses en énergie et en investissements sont nécessaires (neutralisations, purifications, séchage, recyclage et traitements de déchets...).

Le document EP 0 330 462 décrit un exemple d'application d'une fraction issue de la biomasse. Cette fraction est enrichie en silice et autres matériaux  
10 présents dans les cendres de balles de riz.

On connaît le document FR 2 985 735, qui décrit un procédé de préparation d'un constituant lignocellulosique sous la forme d'une poudre. Ce procédé comporte plusieurs étapes de broyage, éventuellement séparées par une étape d'élimination des particules de plus petites dimensions, la dernière étape étant ainsi toujours une  
15 étape de broyage. Ce procédé ne fournit donc qu'une seule fraction de l'échantillon initial.

## OBJET DE L'INVENTION

La présente invention vise à remédier à tout ou partie de ces inconvénients.

20 A cet effet, selon un premier aspect, la présente invention vise un procédé de fractionnement par voie sèche de biomasse lignocellulosique comportant au moins 50 %, en masse, de lignines, cellulose et hémicelluloses, procédé qui comporte :

- une étape de fragmentation de la biomasse pour obtenir une poudre ultrafine  
et

25 - au moins une étape de séparation d'une fraction enrichie en cellulose, d'une part, d'une fraction enrichie en lignine et en hémicelluloses d'autre part, par tri électrostatique des particules ultrafines.

Des opérations ultérieures de tri aérodynamique (basé sur la densité de particules) et de tri dimensionnel (basé sur la taille des particules) peuvent être  
30 appliquées aux fractions préalablement séparées, pour augmenter leur pureté.

Le procédé objet de la présente invention permet de concentrer les lignines, les minéraux et les polysaccharides sans solvant, sans réactif chimique et sans

recyclage et traitement des déchets. Ce procédé permet ainsi de valoriser très efficacement ces différentes fractions en biomolécules et matériaux bio-sourcés.

Un produit biosourcé est un produit non alimentaire, partiellement ou totalement issu de la biomasse. Les produits biosourcés incluent les produits à haute  
5 valeur tels que ceux issus de la chimie fine (pharmaceutiques, parfums, additifs alimentaires, etc...), ainsi que les produits de spécialité (lubrifiants, détergents, etc...), ou encore les produits de commodité (polymères, intermédiaires chimiques, etc...). Le concept exclut les produits biosourcés traditionnels, tels que ceux qui proviennent de la pulpe et du papier, du bois et de la biomasse, utilisée comme source d'énergie.  
10 On parle de produit biosourcé pour une large gamme d'applications, et de matériau biosourcé plus spécifiquement dans le domaine de l'ecoconstruction.

Par « poudre ultrafine », on entend ici un ensemble de particules dont le diamètre médian ( $d_{50}$ ) est inférieur à 200  $\mu\text{m}$  (50% du volume total des particules correspond au volume des particules de diamètres inférieur au  $d_{50}$ ). L'homogénéité  
15 de la composition des particules issues du broyage de végétaux augmente quand leur taille diminue. Ainsi, certaines particules ultrafines présentent une teneur en lignines, cellulose et/ou hémicelluloses élevée. On note que ces lignines, celluloses et hémicelluloses sont présentes dans les parois des végétaux.

La combinaison des étapes de broyage ultrafin (particules de  $d_{50}$  inférieur à  
20 200  $\mu\text{m}$ ) des lignocelluloses (bois et co-produits de la filière, co-produits agricoles et agro-alimentaires, plantes dédiées, déchets municipaux et industriels) et de tri en milieu sec strict (tri électrostatique, tri dimensionnel, tri aérodynamique), permet d'isoler des fractions enrichies en cellulose, en hémicelluloses, en lignines et/ou en minéraux, sans modification chimique, contrairement aux procédés de  
25 fractionnement chimiques développés jusqu'à présent.

Dans des modes de réalisation, l'étape de tri des particules ultrafines comporte :

- une étape de charge tribo-électrostatique de particules ultrafines et
- au moins une étape de déviation de trajectoire dans le champ électrique des  
30 particules chargées pour trier les particules.

Les inventeurs ont déterminé que ce type de tri est particulièrement efficace.

Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en outre, une étape de raclage d'électrode d'un moyen de tri

électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape de déviation, pour collecter les particules fixées sur une électrode après l'étape de déviation de particules.

Ces modes de réalisation permettent de collecter les particules fixées sur l'électrode, dont la charge électrique est forte, ce qui signifie que leur constitution est particulièrement homogène.

Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en outre, une étape d'inversion cyclique de la polarité de chaque électrode d'un moyen de tri électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape de déviation.

Ces modes de réalisation permettent de décoller et collecter les particules fixées aux électrodes, dont les constitutions sont particulièrement homogènes et de collecter les particules fixées sur chaque électrode sans action mécanique telle que le raclage.

Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en aval de l'étape de déviation, au moins une étape de déviation secondaire.

La séparation des composants résultant de la pluralité de tris successifs réalisés par le procédé est alors plus précise.

Dans des modes de réalisation, les particules les moins chargées obtenues après une première étape de déviation, sont recyclées dans le séparateur tribo-électrique.

L'avantage de ces modes de réalisation est qu'ils permettent aux particules dont la charge électrique est indéterminée après deux tris électrostatiques de suivre une nouvelle mise en œuvre du procédé objet de la présente invention.

Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en aval d'au moins une étape de déviation, une étape de comparaison des dimensions de particules en regard d'une valeur limite prédéterminée et une étape d'alimentation d'un moyen de broyage en particules dont les dimensions sont supérieures à la limite prédéterminée.

Grâce à ces dispositions, les particules trop grandes pour être triées efficacement sont broyées de nouveau de manière à optimiser leur tri. En revanche, les particules dont les dimensions sont nominales peuvent être triées de nouveau sans subir de broyage supplémentaire.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de charge, on met en œuvre un lit d'air fluidisé dynamique.

La mise en œuvre d'un lit d'air fluidisé permet, à la fois la formation des charges électrostatiques sur les particules en mouvement et leur séparation en vue  
5 de leur tri.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de fragmentation de la biomasse, on met en œuvre un broyage de la biomasse.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de fragmentation de la biomasse, on met en œuvre un broyeur vibrant ou à boulets rotatifs.

10 Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en amont ou au cours de l'étape de fragmentation de la biomasse, une étape de prétraitement de la biomasse.

Ce prétraitement permet de favoriser la déconstruction de la biomasse lors du broyage.

15 Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de prétraitement, on effectue un traitement chimique de la biomasse par contact avec un gaz ou un aérosol oxydant.

Par exemple, un gaz oxydant comportant de l'oxygène ou de l'ozone peut être utilisé. Les oxydants sont connus pour provoquer la dégradation des constituants  
20 phénoliques de la paroi végétale et favoriser ainsi la rupture sous contrainte mécanique.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de prétraitement, on effectue un traitement chimique de la biomasse par contact avec un gaz ou un aérosol réducteur.

25 Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de prétraitement, on effectue un traitement chimique de la biomasse par contact avec un gaz inerte.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de prétraitement, le gaz inerte est de l'azote.

30 Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention comporte, en aval de l'étape de séparation, une étape de fonctionnalisation d'au moins une fraction enrichie.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de fonctionnalisation, on effectue une torréfaction de la fraction enrichie.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape de fonctionnalisation, on effectue une hydrolyse enzymatique de la fraction enrichie.

La présente invention vise, selon un deuxième aspect, une application du procédé objet de la présente invention à la génération de biocarburant à partir de  
5 composants enrichis en ligno-cellulose et/ou appauvris en minéraux.

On rappelle ici qu'un biocarburant est un carburant produit à partir de matériaux organiques non fossiles, provenant de la biomasse et qui vient en complément ou en substitution de combustibles fossiles. Les biocarburants comportent, notamment le biohydrogène, le bioéthanol, le biométhane, et des  
10 biopoudre, ou carburant solide.

La présente invention vise, selon un troisième aspect, une application du procédé objet de la présente invention à l'obtention de fractions entrant dans la fabrication de matériaux bio-sourcés, comme par exemple des particules servant de charges dans les matrices de polymères, permettant de moduler leurs propriétés  
15 (propriétés mécaniques, perméabilité etc...).

La présente invention vise, selon un quatrième aspect, une fraction enrichie issue du procédé objet de la présente invention.

Les avantages, buts et caractéristiques particulières de ces applications et fraction objets de la présente invention étant similaires à ceux du procédé objet de la  
20 présente invention, ils ne sont pas rappelés ici.

#### BREVE DESCRIPTION DES FIGURES

D'autres avantages, buts et caractéristiques particulières de l'invention ressortiront de la description non limitative qui suit d'au moins un mode de réalisation  
25 particulier du dispositif et du procédé de fractionnement objets de la présente invention, en regard des dessins annexés, dans lesquels :

- la figure 1 représente, sous forme d'un logigramme, des étapes d'un mode de réalisation particulier du procédé objet de la présente invention,
- la figure 2 représente, schématiquement et en coupe, un moyen de  
30 prétraitement par voie sèche par un gaz,
- la figure 3 représente, schématiquement et en coupe, un premier mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,



- la figure 4 représente, schématiquement et en coupe, un deuxième mode de réalisation particulier du dispositif objet de la présente invention,
- la figure 5 représente, schématiquement et en coupe, une partie de l'un des modes de réalisation illustrés en figures 3 et 4,
- 5 - la figure 6 représente, sous forme d'un histogramme, une hydrolyse enzymatique de fractions de paille de blé issues du tri électrostatique,
- la figure 7 représente, sous forme d'un histogramme, des teneurs en cendres de fractions obtenues par la mise en œuvre du procédé objet de la présente invention sur des balles de riz,
- 10 - la figure 8 représente, sous forme d'un histogramme, des teneurs en cellulose de fractions obtenues par la mise en œuvre du procédé objet de la présente invention sur de la paille de riz,
- la figure 9 représente, sous forme d'un histogramme, des teneurs en lignines de fractions obtenues par la mise en œuvre du procédé objet de la présente invention sur de la paille de riz,
- 15 - la figure 10 montre, sur deux courbes, l'évolution de la durée de broyage lorsque la biomasse est refroidie en cours de broyage,
- la figure 11 représente, sous forme d'un logigramme, des étapes d'un mode de réalisation particulier du procédé objet de la présente invention comportant un prétraitement de la biomasse et un traitement d'au moins une fraction enrichie et
- 20 - la figure 12 représente des taux de sucres réducteurs obtenus en mettant en œuvre le procédé illustré en figure 11.

## 25 DESCRIPTION D'EXEMPLES DE REALISATION DE L'INVENTION

La présente description est donnée à titre non limitatif.

On note, dès à présent, que les figures ne sont pas à l'échelle.

On appelle « ultrafine » une poudre dont les particules ont un diamètre médian inférieur à 200 micromètres, préférentiellement compris entre 10 micromètres et 200 micromètres.

30 Selon une autre définition, on appelle « ultrafine » une poudre dont la moitié (50 %) en volume, des particules a une dimension inférieur à 200 micromètres ( $d_{50} <$

200µm), préférentiellement inférieur à 100 micromètres, plus préférentiellement inférieur à 50 micromètres.

Pour mesurer les particules, un granulomètre laser peut être mis en œuvre.

La raffinerie sèche du végétal a pour but de rendre la biomasse, et la  
5 biomasse lignocellulosique en particulier, plus adaptée un usage final donné. Ce type de procédés a la particularité de ne pas générer d'effluents polluants, au contraire de la raffinerie en voie liquide.

On observe, en figure 1, un mode de réalisation particulier du procédé de fractionnement par voie sèche de biomasse ligno-cellulosique objet de la présente  
10 invention. Ce procédé comporte, pour séparer une fraction enrichie en cellulose d'une fraction enrichie en lignine et hémicelluloses :

- une étape 20 de prétraitement de la biomasse ;

- une étape 22 de fragmentation de la biomasse pour obtenir une poudre ultrafine ;

- 15 - au moins une étape 24 de tri des particules ultrafines par tri électrostatique. Les fractions résultant de cette étape peuvent être ensuite soumises à des étapes optionnelles de tri aérodynamique et/ou de tri dimensionnel pour améliorer leur pureté.

- une étape optionnelle 32 de fonctionnalisation d'au moins une fraction triée.

20 L'objectif de l'étape 20 de prétraitement de la biomasse, et de la biomasse lignocellulosique en particulier, est de modifier sa composition physico-chimique de surface ou de masse, afin de la rendre plus adaptée aux étapes qui suivent. Il peut s'agir de réduire les coûts de broyage en rendant la biomasse plus fragile. Il peut aussi s'agir d'augmenter la réactivité.

25 L'étape 20 de prétraitement permet préférentiellement de favoriser la déconstruction de la biomasse au cours de l'étape 22 de fragmentation de la biomasse. Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape 20 de prétraitement, on effectue un traitement chimique par voie gazeuse, aérosol ou vapeur. En particulier, un prétraitement chimique consistant à traiter la biomasse avec un gaz ou  
30 un aérosol oxydant.

Par exemple, un gaz oxydant comportant de l'oxygène ou de l'ozone peut être utilisé et provoquer la dégradation des constituants phénoliques de la paroi végétale et favoriser ainsi la rupture sous contrainte mécanique.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape 20 de prétraitement, on traite la biomasse avec un gaz ou un aérosol réducteur.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape 20 de prétraitement, on refroidit la biomasse (voir figure 10).

5 Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape 22 de fragmentation de la biomasse, on met en œuvre un broyage de la biomasse. Par exemple, on met en œuvre un broyeur vibrant ou à boulets rotatifs.

On note que, dans des modes de réalisation, l'étape 20 de prétraitement est simultanée à l'étape 22 de fragmentation de la biomasse.

10 Dans le mode de réalisation représenté en figure 1, l'étape 24 de tri des particules ultrafines comporte :

- une étape 26 de charge tribo-électrostatique de particules ultrafines,
- au moins une étape 28 de tri électrostatique par déviation de trajectoire dans le champ électrique des particules chargées pour trier les particules et
- 15 - une étape 30 de raclage d'au moins une électrode d'un moyen de tri électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape de déviation, pour collecter les particules fixées sur une électrode après l'étape de déviation de particules.

L'étape 26 de charge tribo-électrostatique est réalisée, par exemple, par la collision entre les particules et une surface intérieure d'un conduit comportant une  
20 partie en PVC, téflon et/ou verre et acier, par exemple par la mise en œuvre d'un lit d'air ventilé grâce à une turbine ou un ventilateur par exemple. En particulier, les particules comportant des fractions enrichies en ligno-cellulose se chargent positivement au cours de l'étape 26. Ce lit d'air fluidisé déplace les particules pour réaliser l'étape 26 de charge et déplacer ces particules chargées jusqu'à un moyen  
25 de tri électrostatique.

Dans des modes de réalisation, on complète ou on remplace l'étape 30 de raclage par une étape (non représentée) d'inversion cyclique de la polarité de chaque électrode d'un moyen de tri électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape de déviation. Grâce au raclage ou à l'inversion de polarité, on décolle et on collecte  
30 les particules fixées sur chaque électrode.

Chaque étape 28 de tri électrostatique est réalisée par déviation de trajectoire des particules chargées électriquement dans un champ électrique produit entre deux électrodes. Les particules comportant des fractions enrichies en cellulose sont

attirées par une électrode polarisée négativement et les particules enrichies en lignine et hémicelluloses et minéraux sont attirées par une électrode polarisée positivement, au cours de l'étape 28.

Préférentiellement, l'étape 28 de déviation de trajectoire comporte deux  
5 étapes successives de déviation de trajectoires, primaire et secondaire, dans deux moyens de tri électrostatique montés en série. La séparation des composants résultant de la pluralité de tris successifs réalisés par le procédé est alors plus précise.

Dans des modes de réalisation, en sortie d'une étape de déviation secondaire,  
10 on alimente un moyen de charge tribo-électrostatique en particules qui n'ont pas été séparées après deux étapes de tris (collectées dans les récipients centraux). L'avantage de ces modes de réalisation est qu'ils permettent aux particules dont la charge électrique nette ne permet pas la séparation après deux tris électrostatiques de suivre une nouvelle mise en œuvre du procédé objet de la présente invention.

Dans des modes de réalisation, le procédé objet de la présente invention  
15 comporte, en aval d'au moins une étape de déviation, une étape de comparaison des dimensions de particules en regard d'une valeur limite prédéterminée et les particules dont les dimensions sont supérieures à la limite prédéterminée sont retournées à l'étape de broyage. Ainsi, les particules trop grandes pour être triées  
20 efficacement sont broyées de nouveau de manière à optimiser leur tri. En revanche, les particules dont les dimensions sont nominales peuvent être triées de nouveau sans subir de broyage supplémentaire.

Dans des modes de réalisation, au cours de l'étape 26 de charge, on met en  
25 œuvre un lit d'air fluidisé dynamique. Ce lit d'air fluidisé permet, à la fois, la constitution des charges électrostatiques sur les particules en mouvement et leur séparation en vue de leur tri.

L'étape 32 de fonctionnalisation d'au moins une fraction de particules triées  
comporte, par exemple, une étape de torréfaction permettant de densifier le contenu énergétique des particules et de favoriser leurs propriétés d'écoulement.

30 On observe, en figure 2, un moyen de prétraitement 60 de biomasse, par voie sèche. Dans ce moyen, le matériau lignocellulosique est mis au contact d'un gaz aux propriétés particulières (oxydantes ou réductrices,..), afin de modifier sa fragmentabilité on sa réactivité. Un broyeur 62 à boulets vibrants permet un accès au

produit lors du broyage, de sorte qu'un balayage continu et contrôlé de gaz 66 au travers du produit peut être opéré. De même, le remplissage de la cuve 64 permet de maintenir constante tout au long du broyage la quantité de gaz dans la cuve 64.

Parmi les gaz utilisables, les inertes peuvent modifier l'état d'oxydation de surface du matériau lignocellulosique et sa réactivité (argon, azote, CO<sub>2</sub>)

Parmi les gaz utilisables, les oxydants (par exemple, le dioxygène, O<sub>3</sub> et l'éthylène) peuvent modifier l'état d'oxydation de surface du matériau lignocellulosique et sa réactivité.

Des acides et bases sous forme gazeuse peuvent être utilisés (NH<sub>3</sub>, HCl, SO<sub>x</sub>, NO<sub>x</sub>...).

On observe, sur la figure 3, un premier mode de réalisation d'un dispositif 100 de tri électrostatique. Ce dispositif 100 comporte :

- une entrée 105 de particules ultrafines issues d'un broyage,
- un moyen 110 de charge tribo-électrostatique des particules reçues et
- un moyen 120 de tri électrostatique principal des particules transmises.

L'entrée 105 de particules ultrafines est, par exemple, une trémie ou un entonnoir configuré pour permettre le versement d'une poudre de particules ultrafines issues du broyage.

Les particules ainsi versées dans l'entrée 105 de particules traversent un moyen 110 de charge disposé, par exemple, sous l'entrée 105 de particules. Ce moyen 110 de charge est configuré pour que les particules traversent ce moyen 110 de charge grâce à force gravitationnelle. Dans des variantes, le déplacement des particules est assuré par un système de lit d'air fluidisé, c'est-à-dire ventilé grâce à une turbine ou un ventilateur. La charge tribo-électrostatique est réalisée par collision entre les particules et la surface intérieure d'un conduit. Cette surface comporte au moins une partie en polychlorure de vinyle (abrégé « PVC »). Dans des variantes, cette surface comporte au moins une partie en téflon. Dans d'autres variantes, cette surface comporte au moins une partie en verre. Dans d'autres variantes, cette surface comporte au moins une partie en acier. Le PVC, le téflon, le verre et l'acier ont des propriétés optimales pour la charge de particules riches en ligno-cellulose. Le moyen 110 de charge est relié à l'entrée du moyen 120 de tri.

Le moyen 120 de tri électrostatique principal des particules transmises comporte au moins une électrode 125. Ce moyen 120 de tri est configuré pour trier

les particules transmises en fractions enrichies en cellulose. Ce tri est réalisé par l'utilisation de l'électrode 125 polarisée de façon positive ou négative. Ainsi, les particules chargées sont attirées ou repoussées par l'électrode 125. En sortie de ce moyen 120 de tri électrostatique principal, deux conduits permettent aux particules  
5 de se déverser dans deux contenants 130 et 135. Dans un premier contenant 130 sont déversées les particules ayant été attirées ou repoussées par l'électrode 125 selon la polarisation de l'électrode 125. Dans le deuxième contenant 135 sont déversées les autres particules.

En particulier, les particules enrichies en cellulose se chargent dans le moyen  
10 110 de charge de charges positives. En conséquence, ces particules enrichies en cellulose sont attirées par une électrode polarisée négativement. Ainsi, les particules se déversant dans le conduit puis dans le contenant 130 à proximité de l'électrode chargée négativement comportent des fractions enrichies en cellulose. Les particules riches en lignine-hémicelluloses et minéraux sont attirées par l'électrode positive et  
15 se déversent dans le contenant 135.

Les particules ultrafines issues du broyage ont l'avantage de présenter une composition chimique très homogène. Le moyen 110 de charge tribo-électrostatique permet aux particules de se charger ou de se décharger en électrons en fonction de leur composant chimique principal. Le moyen 120 de tri électrostatique principal  
20 sépare ainsi les particules dont les composants principaux sont différents. Le dispositif 100 sépare ainsi les fractions enrichies en différents composants.

On observe, sur la figure 4, un deuxième mode de réalisation particulier du dispositif 200 objet de la présente invention. Ce dispositif comporte :

- un moyen 240 de broyage de la biomasse en poudre de particules ultrafines  
25 comportant :
  - un moyen 245 de configuration de la finesse de broyage réalisé par le moyen 240 de broyage et
  - un moyen 275 de configuration de la température du moyen 240 de broyage ;
- 30 - une entrée 205 de particules ultrafines issues d'un broyage,
- un moyen 210 de charge tribo-électrostatique des particules reçues,
- un moyen 220 de tri électrostatique principal des particules transmises qui comportant :

- deux électrodes 225 ;
- un moyen 280 de raclage d'électrode du moyen 220 de tri électrostatique principal et
- un moyen 285 d'inversion de la polarité d'une électrode 225 du moyen 220 de tri électrostatique principal ;
- deux moyens 250 secondaires de tri électrostatique comportant chacun deux électrodes 255 et
- deux moyens 270 de comparaison des dimensions de particules en regard d'une valeur limite prédéterminée.

5

10

15

20

25

Le moyen 240 de broyage de la biomasse en poudre de particules ultrafines est, par exemple, un broyeur centrifuge configuré pour broyer la biomasse en particules ultrafine. Ce moyen 240 de broyage comporte un moyen 245 de configuration de la finesse du broyage réalisé par le moyen 240 de broyage. Ce moyen 245 de configuration de la finesse du broyage est, par exemple, un écran tactile sur lequel un programme informatique fait apparaître la finesse de broyage actuelle, une zone interactive permettant à un utilisateur d'augmenter la finesse de broyage et une zone interactive permettant à l'utilisateur de réduire la finesse de broyage. En fonction de la finesse de broyage configurée, le moyen 240 de broyage est configuré pour broyer la biomasse en poudre de particules dont le diamètre a été défini par le moyen 245 de configuration. Ce moyen 240 de broyage comporte également un moyen 275 de configuration de la température du moyen 240 de broyage. Ce moyen 275 de configuration de la température est, par exemple, un écran tactile sur lequel un programme informatique fait apparaître la température du moyen 240 de broyage actuelle, une zone interactive permettant à un utilisateur d'augmenter ladite température et une zone interactive permettant à l'utilisateur de réduire ladite température.

L'entrée 205 de particules ultrafines issues d'un broyage est, par exemple, un conduit connectant le moyen 240 de broyage et le moyen 210 de charge tribo-électrostatique des particules reçues.

30

Le moyen 210 de charge tribo-électrostatique des particules reçues est, par exemple, une surface intérieure d'un conduit dont au moins une partie est en verre, téflon, PVC ou acier. Les particules parcourant le conduit se chargent au contact du moyen 210 de charge. En particulier, la cellulose se charge de charges positives.

Les particules se déplacent dans le moyen 210 de charge grâce à la mise en œuvre d'un lit d'air fluidisé dynamique mis en mouvement par une turbine, par exemple.

Le moyen 220 de tri électrostatique principal des particules transmises est, par exemple, un conduit cylindrique sur la surface intérieure duquel sont placées deux électrodes 225 diamétralement opposées. L'une de ces électrodes 225 est positivement polarisée, et l'autre électrode 225 est négativement polarisée. A proximité de chacune de ces électrodes 225 et en aval du moyen 220 de tri sont positionnés deux conduits configurés pour permettre le passage des particules étant attirées par l'une ou l'autre des électrodes 225. Les particules chargées négativement par le moyen 210 de charge sont attirées par l'électrode 225 chargée positivement. Les particules chargées positivement par le moyen 210 de charge sont attirées par l'électrode 225 chargée négativement.

Ce moyen 220 de tri électrostatique principal comporte, de plus, un moyen 280 de raclage d'électrode du moyen 220 de tri électrostatique principal. Ce moyen 280 de raclage est, par exemple une forme en plastique souple configuré pour épouser les formes de l'électrode 225 sur lequel la forme est placée. Cette forme est mise en mouvement par un moteur mécanique lorsque le dispositif est mis à l'arrêt.

Ce moyen 280 de raclage est configuré pour collecter les particules ainsi raclées. Les particules raclées ont la particularité de comporter un grand nombre de fractions attirées par l'électrode 225, au point que ces particules se soient fixées à l'électrode 225. Par exemple, dans le cas d'une électrode 225 chargée négativement, les particules collectées par le moyen 280 de raclage comportent majoritairement des fractions comportant de la cellulose.

Ce moyen 220 de tri électrostatique principal comporte, de plus, un moyen 285 d'inversion de la polarité d'une électrode 225 du moyen 220 de tri électrostatique principal. Ce moyen d'inversion de la polarité est par exemple un circuit électronique, mise en œuvre un dixième de seconde toutes les minutes, configuré pour inverser la polarité de l'électrode 225. L'inversion de polarité permet de décoller et collecter les particules fixées sur ladite électrode 225.

Dans des variantes, le moyen 220 de tri électrostatique principal comporte un moyen 280 de raclage et un moyen 285 d'inversion de la polarité pour chaque électrode 225 du moyen 220 de tri.



A l'issue de chacun des conduits du moyen 220 de tri électrostatique principal, un moyen 250 secondaire de tri électrostatique est positionné. Chacun de ces moyens 250 secondaires de tri électrostatique comporte une électrode positivement ou négativement polarisée. L'électrode du moyen 250 secondaire de tri est polarisée  
5 de manière similaire à l'électrode à proximité du conduit auquel est fixé ledit moyen 250 secondaire de tri.

Dans des variantes, L'électrode du moyen 250 secondaire de tri est polarisée de manière inverse à l'électrode à proximité du conduit auquel est fixé ledit moyen 250 secondaire de tri.

10 Dans des variantes, au moins un moyen 250 secondaire de tri électrostatique comporte deux électrodes polarisées de manière opposées situées de part et d'autre dudit moyen 250 secondaire de tri. De cette manière, les particules comportant une majorité de fractions comportant de la ligno-cellulose sont attirées par l'une des électrodes. Chaque moyen 250 secondaire de tri électrostatique permet ainsi de trier  
15 d'une part les particules comportant une majorité de cellulose et d'autre part une majorité de lignine-hémicelluloses et minéraux.

En sortie de chaque moyen 250 secondaire de tri sont positionnés deux conduits. Un premier conduit correspond à un résultat de tri similaire, dit « convergent », par le premier moyen 220 de tri et le moyen 250 secondaire de tri à  
20 la sortie duquel ce conduit est positionné. Par exemple, une particule comportant un proportion importante de cellulose est chargée positivement, puis attirée par l'électrode chargée négativement dans le moyen 220 de tri, puis finalement attirée par l'électrode chargée négativement dans le moyen 250 secondaire de tri. Dans le cas où le résultat du tri d'une particule par le moyen 220 de tri et le moyen 250  
25 secondaire de tri est différent, on dit que le résultat du tri « diverge ». Dans le cas où le résultat du tri par le moyen 220 de tri et le moyen 250 secondaire de tri diverge, la particule entre dans le deuxième conduit en sortie dudit moyen 250 secondaire de tri.

Dans des variantes, au moins un moyen 250 secondaire de tri comporte au moins un moyen 280 de raclage et/ou un moyen 285 d'inversion de polarité  
30 similaires à ceux configurés pour le moyen 220 de tri électrostatique principal.

Chaque conduit configuré pour recevoir les particules dont le résultat du tri par le moyen 220 de tri et le moyen 250 secondaire de tri diverge comporte un moyen 270 de comparaison des dimensions de particules en regard d'une valeur limite

prédéterminée. Ce moyen 270 de comparaison est, par exemple, un trieur de type cyclone. Dans des variantes, ce moyen 270 de comparaison est un filtre configuré pour retenir les particules dont les dimensions sont supérieures à la valeur limite prédéterminée.

5 Les particules dont les dimensions sont supérieures à la valeur limite prédéterminée sont transmises au moyen 240 de broyage pour être broyées de nouveau.

Les particules dont les dimensions sont inférieures à la valeur limite prédéterminée sont transmises de nouveau au moyen 210 de charge afin d'être  
10 triées.

Les particules ultrafines issues du broyage ont l'avantage de présenter une composition chimique très homogène. Le moyen 210 de charge tribo-électrostatique permet aux particules de se charger ou de se décharger en électrons en fonction de leur composant principal. Le moyen 220 de tri électrostatique principal sépare ainsi  
15 les particules dont les composants principaux sont différents. Le dispositif 200 sépare ainsi les fractions de la biomasse enrichies en différents composants, ces composants ayant des propriétés et des applications industrielles différentes.

De plus, la séparation des composants résultant de la pluralité de tris successifs réalisés par le moyen 220 de tri principal et les deux moyens 250  
20 secondaires de tri dispositif 200 est alors plus précise que si le dispositif 200 comportait un seul moyen 220 de tri électrostatique principal, comme dans le dispositif 100 illustré en figure 5.

Le dispositif 200 concentre le moyen 240 de broyage, le moyen 205 de réception, le moyen 210 de charge et chaque moyen 220, 250 de tri. Ainsi, le  
25 dispositif 200 est plus compact. De plus, la poudre n'a pas le temps de s'agréger, de se charger en humidité, de s'oxyder ou, plus généralement, de changer d'état, entre le broyage et le tri. Le fonctionnement du dispositif en est amélioré.

Le diamètre moyen des particules en sortie du moyen 240 de broyage du dispositif 200 permet d'obtenir des particules qui :

- 30
- ont une composition chimique homogène et
  - une fois chargées, demeurent mobiles en fonction de leur charge en présence des électrodes.

Grâce au moyen 270 de comparaison du dispositif 200, les particules trop grandes pour être triées efficacement sont broyées de nouveau de manière à optimiser le tri de ces particules. En revanche, les particules dont les dimensions sont nominales peuvent être re-triées sans nouveau broyage.

5 Le moyen 275 de configuration de la température du moyen 240 de broyage configuré pour que la biomasse atteigne une température à laquelle au moins un composant de la biomasse devient cassant permet au moyen 240 de broyage de broyer plus facilement la biomasse en particules ultrafines.

10 La mise en œuvre d'un lit d'air fluidisé permet, à la fois la constitution des charges électrostatiques sur les particules en mouvement et leur séparation en vue de leur tri.

Le moyen 280 de raclage d'électrode 225 du moyen 220 de tri électrostatique principal permet de collecter les particules fixées sur l'électrode 225), dont la charge électrique est forte, ce qui signifie que leur constitution est particulièrement  
15 homogène.

Le moyen 285 d'inversion cyclique de la polarité de chaque électrode 225 du moyen 220 de tri électrostatique principal permet de décoller les particules fixées aux électrodes 225), dont les constitutions sont particulièrement homogènes et de collecter les particules fixées sur chaque électrode sans action mécanique telle que  
20 le raclage.

On observe, en figure 7, deux unités de séparation cycloniques 305 et 310 reliées au même unique moyen d'aspiration 315. On rappelle qu'une unité de séparation cyclonique est une unité technologique imposant une rotation rapide à un gaz afin d'en séparer, par centrifugation, les fines particules solides qui y sont  
25 mélangées. Les entrées des unités de séparation cycloniques 305 et 310 constituent respectivement les contenants 130 ou 230, d'une part, et 135 ou 235, d'autre part.

#### Exemples de mise en œuvre et résultats obtenus avec le procédé

Dans les tables de résultats ci-dessous :

- 30
- F0 représente l'échantillon initial,
  - F1B+ représente la fraction obtenue sur l'électrode chargée positivement lorsqu'un seul étage est mis en œuvre,

- F1A- représente la fraction obtenue sur l'électrode chargée négativement lorsqu'un seul étage est mis en œuvre,
- F2B+ représente la fraction obtenue sur l'électrode chargée positivement lorsque, en entrée d'un deuxième étage, l'échantillon est la fraction F1B+,
- 5 - F2A- représente la fraction obtenue sur l'électrode chargée négativement lorsque, en entrée d'un deuxième étage, l'échantillon est la fraction F1A- et
- la terminaison du nom de la fraction en « e » signifie que la fraction a été obtenue par raclage de l'électrode.

10 Exemple 1 : Application du procédé objet de la présente invention à la paille de blé.

En ce qui concerne le mode de préparation, un échantillon de paille de blé brute a subi les opérations de raffinerie suivantes:

- imprégnation (sans traitement),
- 15 - pas d'opération de séchage et
- broyage.

La paille de blé a été broyée sans traitement préalable avec un taux d'humidité inférieur à 20% (en masse). Le broyeur utilisé est un broyeur à impact pour des tailles de particules inférieure 200 µm. Les substrats sont préalablement broyés au  
20 broyeur à couteaux puis au broyeur centrifuge.

Les différents broyats ou poudres obtenus ont été séparés par tri électrostatique dans les conditions suivantes :

- l'alimentation est de 0,5 à 1 kg/h et
- le voltage est de 5 à 20 Kv.

25 Les différentes fractions obtenues sont caractérisées, et un exemple de caractérisation est présenté dans la Table 1 (le tri tribo-électrostatique est effectué avec des électrodes présentant une différence de potentiel de 15 kVolts, à une distance, entre elles, de 3 cm. et mesurant 30 cm de hauteur pour 10 cm. de largeur).

Table 1 : Exemple de la Paille de blé - Composition des fractions, en poids.

Fractions	taux récupéré	d <sub>50</sub> (µm)	cendre	lignine	hémicelluloses	cellulose
F0		81,9	4,43	20,5	28,3	44,2
5 F1A-	25	81,2	5,14	22,4	32,5	41,8
F1B+	46	52,2	3,67	18,1	22,6	54,7
F1A-e	4	42,2	15,2	16,6	30,1	37,3
F1B+e	5	44,8	2,94	16,6	22,4	57,8

Le taux récupéré (deuxième colonne) est donné en pourcentage de masse.

10 On observe que la combinaison des opérations de broyage de la paille de blé et de tri électrostatique en milieu sec strict, a permis d'isoler :

- d'une part, des fractions enrichies en cellulose (jusqu'à 57,8 % comparé à 44,2 % dans la paille brute) et appauvries en hémicelluloses (jusqu'à 22,4 %, comparé à 28,3 % dans la paille brute) et
- 15 - d'autre part, des fractions enrichies en lignine (jusqu'à 22,4 %, comparé à 20,5 % dans la paille brute), hémicelluloses (jusqu'à 32,5 %, comparé à 28,3 % dans la paille brute) ou des complexes lignine-hémicelluloses.

Sur les électrodes, on a obtenu également des fractions très riches en minéraux (jusqu'à 15,2 % pour la fraction F1A-, comparé à 4,4 % dans la paille brute), sans modifications chimiques.

20 On observe, au vu de cette table 1 que les fractions F1B+ et F1B+e contiennent plus de cellulose, en comparaison avec les autres fractions. Cette cellulose peut être utilisée comme source de bioénergie après hydrolyse en glucose et fermentation (bioéthanol et biogaz). En revanche, les fractions F1A- et F1A-e sont

25 enrichies en lignine-hémicelluloses, qui peuvent être destinés à la synthèse de matériaux bio-sourcés.

Ainsi, on a amélioré la bioaccessibilité et la transformation de la cellulose en glucose (avec un taux doublé comparé à la paille brute), sans avoir recours à des prétraitements chimiques. On a concentré des fractions enrichies en complexes de

30 lignine-hémicelluloses et en minéraux qui peuvent être destinés à la synthèse des matériaux bio-sourcés.

La figure 6 illustre la transformation par hydrolyse enzymatique des fractions de paille de blé, comme décrit dans la publication *Barakat et al*, « *Eco-friendly dry*

*chemo-mechanical pretratments of lignocellulosic biomass : impact on energy and yield of the enzymatic hydrolysis* » *Applied Energy* 2014, 113 (2014) 97–105, incorporée ici par référence qui détaille les méthodes utilisées ici pour analyser les sucres, la lignine et la purification enzymatique.

5 Les barres verticales blanches représentent, en mg/g, le glucose (cellulose). Les barres verticales noires représentent, en mg/g, le xylose (hémicelluloses). Cette figure 6 met en évidence l'enrichissement en cellulose hydrolysable dans les fractions « + ». Le glucose résultant de l'hydrolyse enzymatique de la cellulose peut être utilisé comme source de fermentation pour la production de bioéthanol ou  
10 d'autres molécules à destination de la chimie verte, en fonction des microorganismes fermentaires utilisés.

#### Exemple 2 : Balle de riz

Dans le cas de la balle de riz, un échantillon de balle de riz brute a subi les  
15 opérations suivantes:

- broyage à couteaux,
- broyage à palette,
- séchage jusqu'à une teneur en eau inférieure à 10 %,
- broyage à boulets rotatifs et  
20 - tri électrostatique en deux passages.

La figure 7 donne les taux de fractions obtenues par la mise en œuvre du procédé objet de la présente invention sur des balles de riz, en pourcentage de masse, et la teneur en cendres de certaines de ces fractions.

On sépare ainsi, à partir de balles de riz :

- 25 - une fraction enrichie en minéraux et notamment en silice et
- une fraction enrichie en lignine et cellulose et appauvrie en minéraux.

La fraction enrichie en minéraux et en silice et peut être utilisée pour la mise en oeuvre de matériaux bio-sourcés (bétons, par exemple).

La fraction enrichie en lignine et cellulose et appauvrie en minéraux est  
30 utilisable pour des applications en combustion.

#### Exemple 3 : Paille de riz

Les figures 8 et 9 représentent, respectivement, les teneurs en cellulose et en lignine de différentes fractions obtenues par la mise en œuvre du procédé objet de la présente invention sur une biomasse constituée de paille de riz.

On observe que ce procédé permet d'obtenir,

- 5 - d'une part, des fractions enrichies en cellulose (F1B+ et F2B+) et
- d'autre part, des fractions enrichies en lignine (F1A- et F2A-).

#### Exemple 4 : Paille de blé

10 L'étape de broyage ayant le coût énergétique le plus important est la dernière amenant la granulométrie dans la gamme de l'ultrafin (de la centaine à la dizaine de micromètres). C'est donc sur celle-ci que les efforts visant à réduire l'énergie de broyage sont à fournir. L'exemple suivant est donné sur la paille de blé, avec un broyeur à boulets tournant de laboratoire.

15 La température à l'intérieur de la jarre de broyage (broyeur à boulets Marne 0 de Faure instruments) peut atteindre 40°C lorsque le broyage est exécuté à température ambiante, ce qui a un effet sur l'élasticité/rigidité des fibres de paille. Pour limiter cet effet de perte de rigidité, le broyeur à boulets a été utilisé en chambre froide à 5°C (l'intérieur du broyeur monte alors à 20°C en fonctionnement stabilisé).

20 La Figure 10 montre l'évolution de la durée de broyage en fonction de la température : la durée totale de broyage pour rejoindre un d50 de 20 µm est de 120 heures à 40°C (courbe du haut) contre 70 heures à 20°C (courbe du bas).

25 La fragmentabilité de la biomasse est améliorée par l'utilisation de basses température : il est nécessaire de contrôler la température de broyage afin de la maintenir les végétaux dans leur plage de rigidité, soit sous les 40 °C pour les matériaux considérés. Des températures fortement négatives n'apportent pas de réel avantage (coût important, re-agglomération et reprise d'humidité par condensation lors du retour à la température ambiante).

#### Exemple 5 : Paille de blé

30 Pour observer un effet de l'atmosphère de broyage sur la broyabilité et/ou sur la réactivité de la paille de blé, des tests ont été menés en atmosphère oxydante (air) et neutre (argon) dans un broyeur à boulets Faure modèle Marne 0 muni d'une jarre céramique de 8 Litres.

La présence d'argon lors du broyage n'affecte pas la fragmentabilité de la paille de blé. La durée nécessaire à l'obtention d'une poudre à 20 microns est la même. En revanche, la réactivité, par exemple la capacité à libérer de l'énergie thermique, est modifiée.

5

#### Exemple 6 : Paille de blé

On décrit, ci-dessous, une combinaison d'une séparation électrostatique et d'un prétraitement chimique et d'un traitement enzymatique postérieur à la séparation.

10

Comme illustré en figure 11, au cours d'une étape 605, la paille de blé est broyée, par exemple à l'aide d'un broyeur à couteaux avec une grille de deux mm. Puis, la paille broyée est imprégnée par de la soude au cours d'une étape 610. Par exemple cette étape 610 est réalisée selon la méthode décrite par Barakat et al., 2014, dans la publication référencée ci-dessus.

15

Après un séchage à 40°C jusqu'à ce que le taux d'humidité atteigne une valeur entre 7 % et 10%, la biomasse est broyée de nouveau avec un broyeur impact (UPZ, déjà décrit en détail en regard des figures 1 à 9), au cours d'une étape 615. Le broyat est ensuite fractionné par séparation électrostatique selon la même méthode et dans les conditions décrites en regard des figures 1 à 9, au cours d'une étape 620.

20

Au cours d'une étape 625, au moins une des fractions enrichies ainsi obtenues est fonctionnalisée par traitement par des enzymes (Barakat et al., 2014).

Les résultats obtenus sont présentés en figure 12. L'ordonnée y représente le taux de sucres réducteurs (glucose), en milligrammes par gramme.

25

A gauche, on représente la paille non séparée. Au centre, sont représentées les fractions positives F1B+ après un passage dans le séparateur. A droite, sont représentées les fractions positives F2B+ après deux passages dans le séparateur. Les rectangles pleins noirs représentent les résultats obtenus en l'absence d'imprégnation à la soude. Les rectangles hachurés représentent les résultats obtenus avec une étape d'imprégnation à la soude.

30

En général, le couplage des procédés traitement chimique, broyage et séparation électrostatique a un effet très significatif sur l'accessibilité de la cellulose par les enzymes (cellulases) et la production du glucose (précurseur pour produire l'éthanol) qui atteint un rendement de 95% pour les fractions chargées positivement.



## REVENDEICATIONS

1. Procédé de fractionnement par voie sèche de biomasse lignocellulosique comportant au moins 50 %, en masse, de lignines, cellulose et hémicelluloses, caractérisé en ce qu'il comporte :
- 5 et
- une étape (22) de fragmentation de la biomasse pour obtenir une poudre ultrafine
  - au moins une étape (24) de séparation d'une fraction enrichie en cellulose, d'une part, d'une fraction enrichie en lignine, en hémicelluloses et en minéraux d'autre part, par tri électrostatique des particules ultrafines.
- 10 2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape (24) de séparation des fractions comporte :
- une étape (26) de charge tribo-électrostatique de particules ultrafines et
  - au moins une étape (28) de déviation de trajectoire dans le champ électrique des particules chargées pour trier les particules.
- 15 3. Procédé selon la revendication 2, qui comporte, en outre, une étape (30) de raclage d'électrode d'un moyen de tri électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape (28) de déviation, pour collecter les particules fixées sur une électrode après l'étape de déviation de particules.
- 20 4. Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3, qui comporte, en outre, une étape (30) d'inversion cyclique de la polarité de chaque électrode d'un moyen de tri électrostatique mis en œuvre au cours de l'étape de déviation.
- 25 5. Procédé selon l'une des revendications 2 à 4, qui comporte, en aval de l'étape (28) de déviation, au moins une étape de déviation secondaire.
- 30 6. Procédé selon l'une des revendications 2 à 5, qui comporte, en aval d'au moins une étape (28) de déviation, une étape de comparaison des dimensions de particules en regard d'une valeur limite prédéterminée et une étape d'alimentation d'un moyen

de broyage en particules dont les dimensions sont supérieures à la limite prédéterminée.

- 5 7. Procédé selon l'une des revendications 2 à 6, dans lequel, au cours de l'étape (26) de charge, on met en œuvre un lit d'air fluidisé dynamique.
8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel, au cours de l'étape (24) de fragmentation de la biomasse, on met en œuvre un broyage de la biomasse.
- 10 9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel, au cours de l'étape (24) de fragmentation de la biomasse, on met en œuvre un broyeur vibrant ou à boulets rotatifs.
- 15 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, qui comporte, en amont ou au cours de l'étape (24) de fragmentation de la biomasse, une étape (20) de prétraitement de la biomasse.
- 20 11. Procédé selon la revendication 10, dans lequel, au cours de l'étape (20) de prétraitement, on effectue un traitement chimique de la biomasse par contact avec un gaz ou un aérosol oxydant.
- 25 12. Procédé selon la revendication 10, dans lequel, au cours de l'étape (20) de prétraitement, on effectue un traitement chimique de la biomasse par contact avec un gaz ou un aérosol réducteur.
- 30 13. Procédé selon la revendication 10, dans lequel, au cours de l'étape (20) de prétraitement, on traite la biomasse avec un gaz inerte.
14. Procédé selon la revendication 13, dans lequel le gaz inerte est de l'azote.
15. Procédé selon la revendication 13, dans lequel le gaz inerte est de l'azote.

16. Procédé selon l'une des revendications 1 à 15, qui comporte, en aval de l'étape de séparation, une étape (32, 625) de fonctionnalisation d'au moins une fraction enrichie.

5 17. Procédé selon la revendication 16, dans lequel, au cours de l'étape de fonctionnalisation (32), on effectue une torréfaction de la fraction enrichie.

10 18. Procédé selon la revendication 16, dans lequel, au cours de l'étape de fonctionnalisation (32, 625), on effectue une hydrolyse enzymatique de la fraction enrichie.

19. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 18 à la génération de biocarburant à partir des fractions enrichies en cellulose ou en lignine-hémicelluloses.

15

20. Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 18, à l'obtention de fractions enrichies soit en cellulose, soit en héli-celluloses-lignine soit en minéraux pour la production de matériaux bio-sourcés.

20 21. Fraction enrichie issue du procédé selon l'une des revendications 1 à 18.

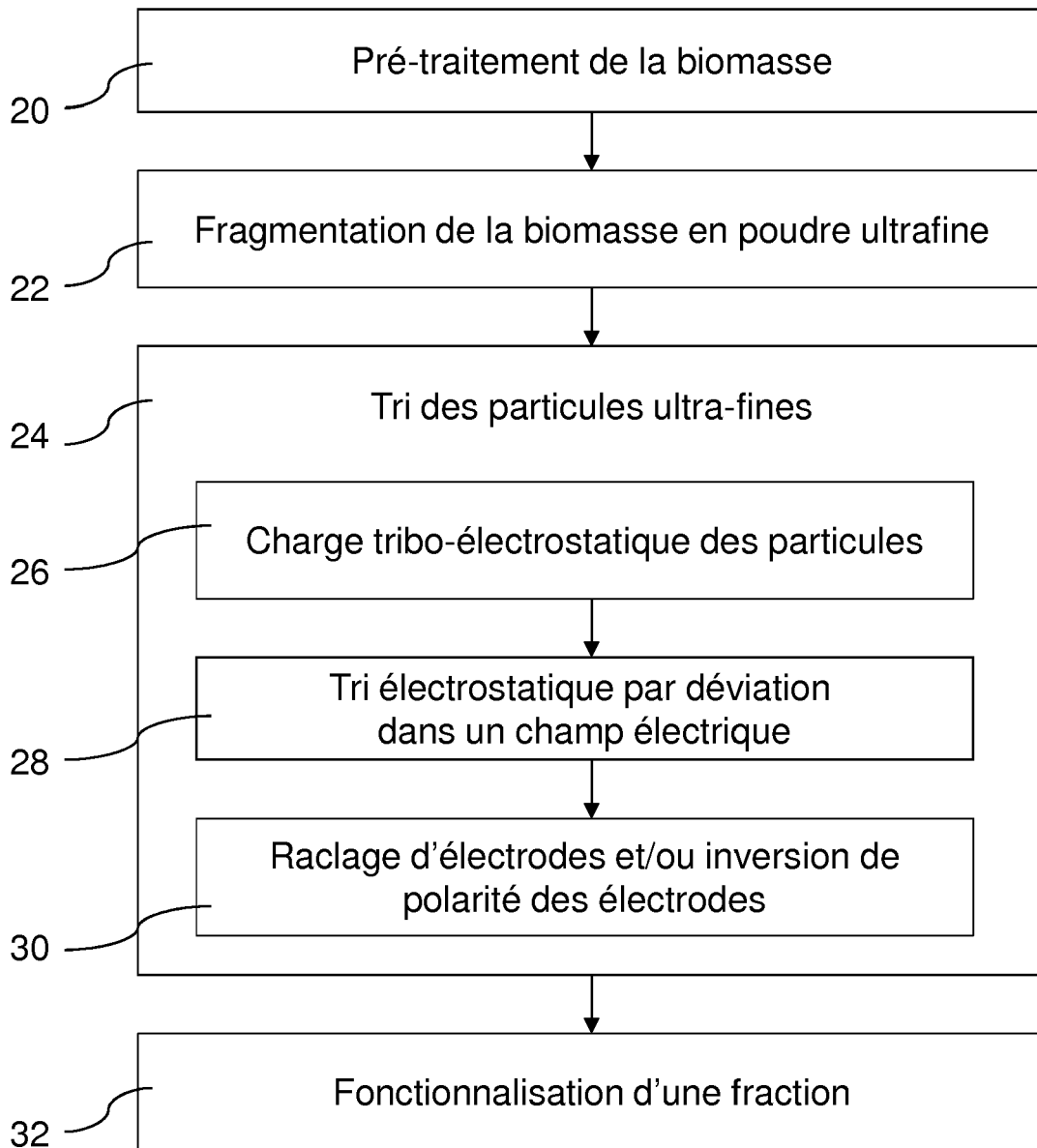


Figure 1

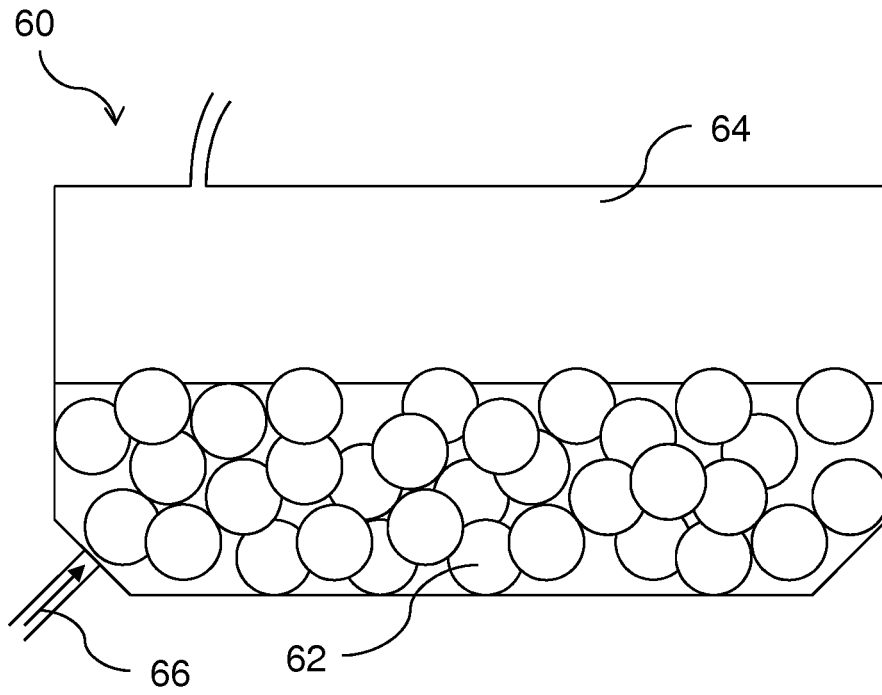


Figure 2

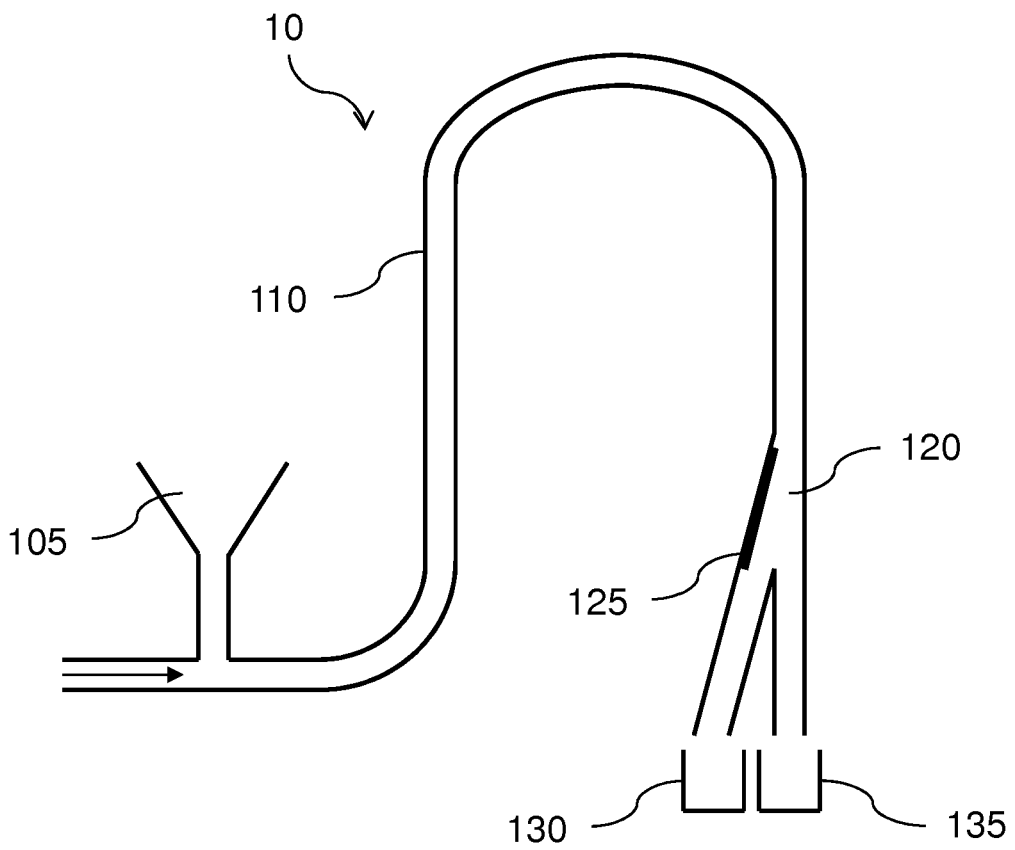


Figure 3

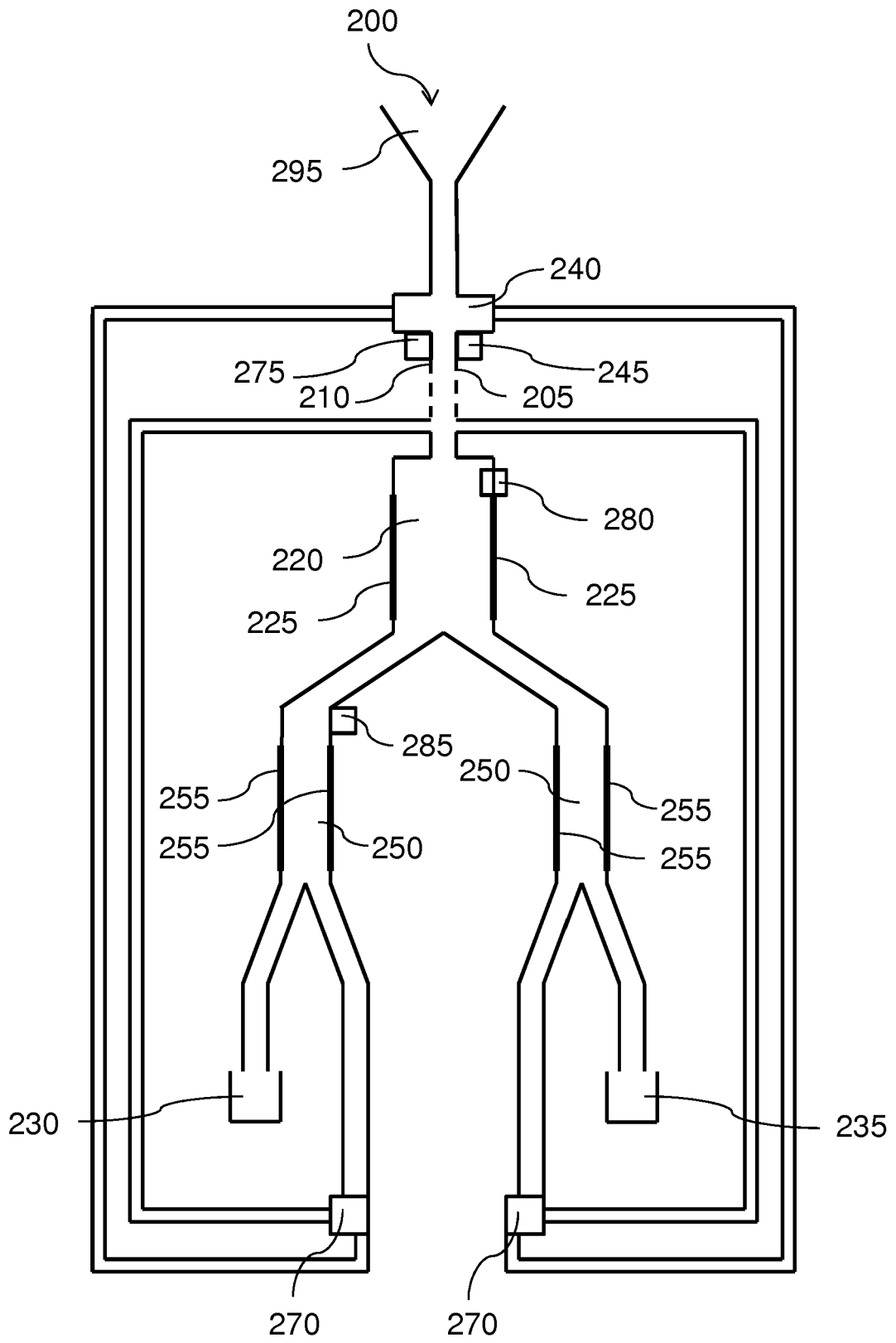


Figure 4

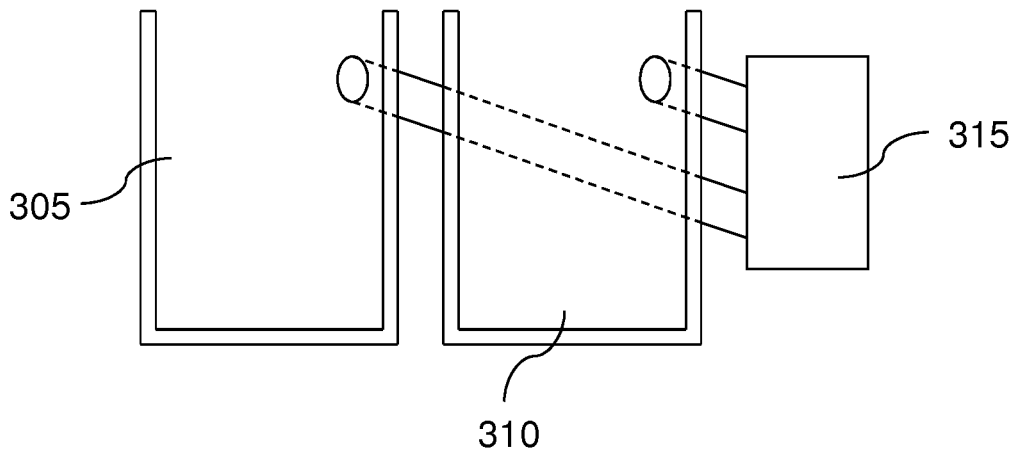


Figure 5

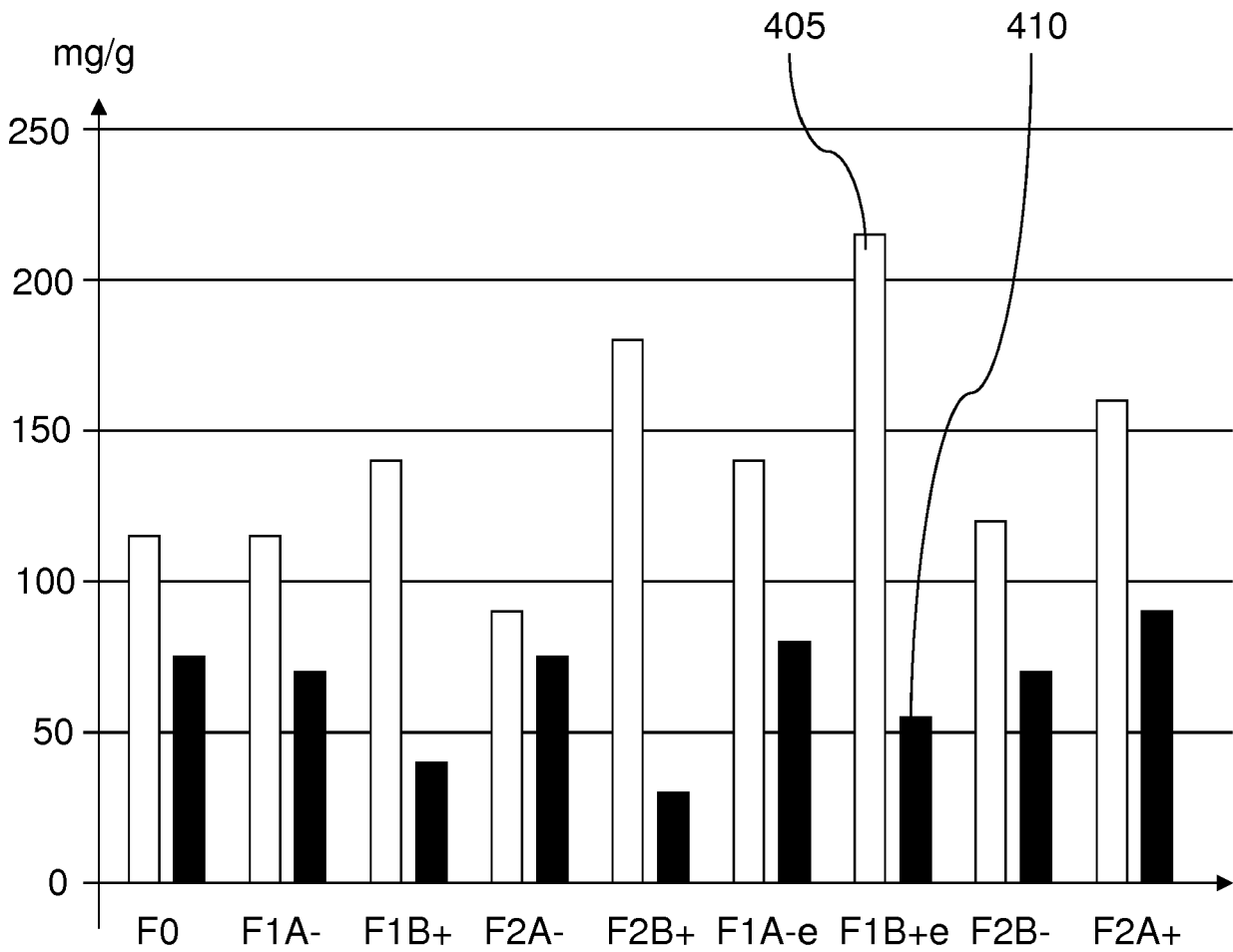


Figure 6

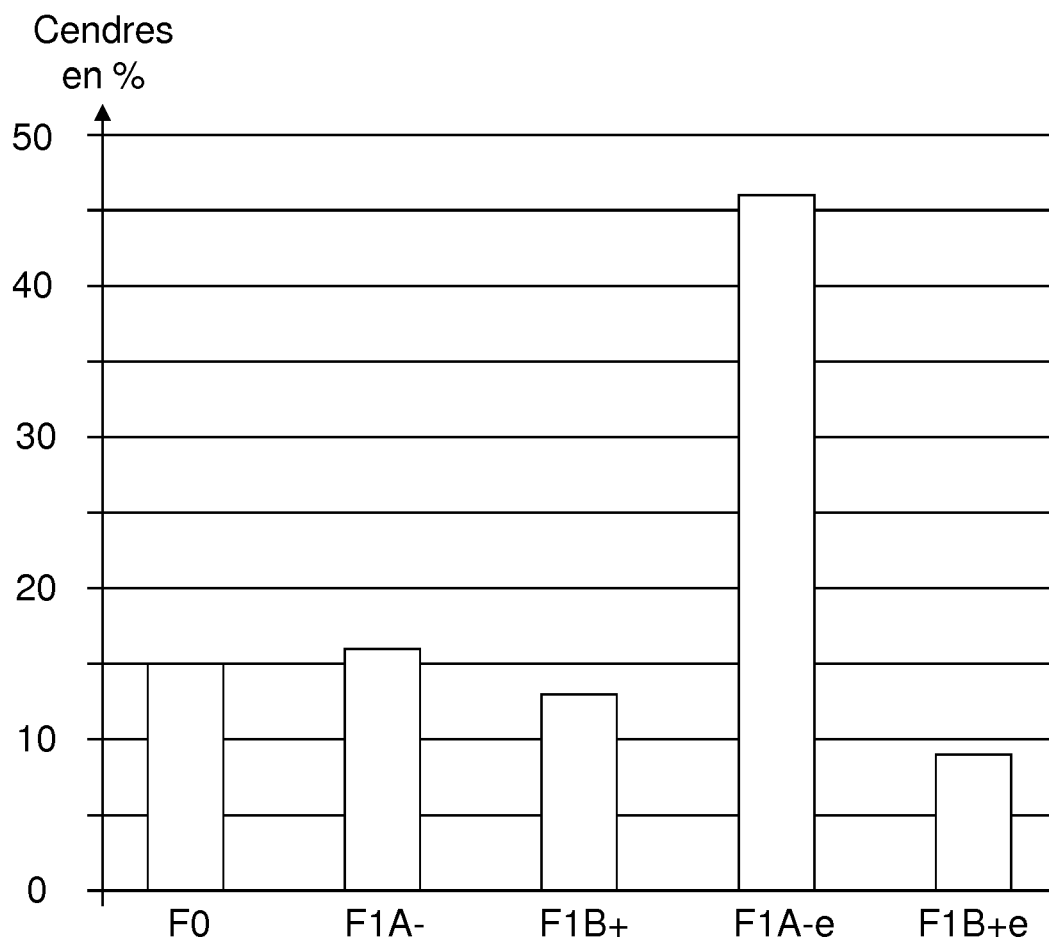


Figure 7



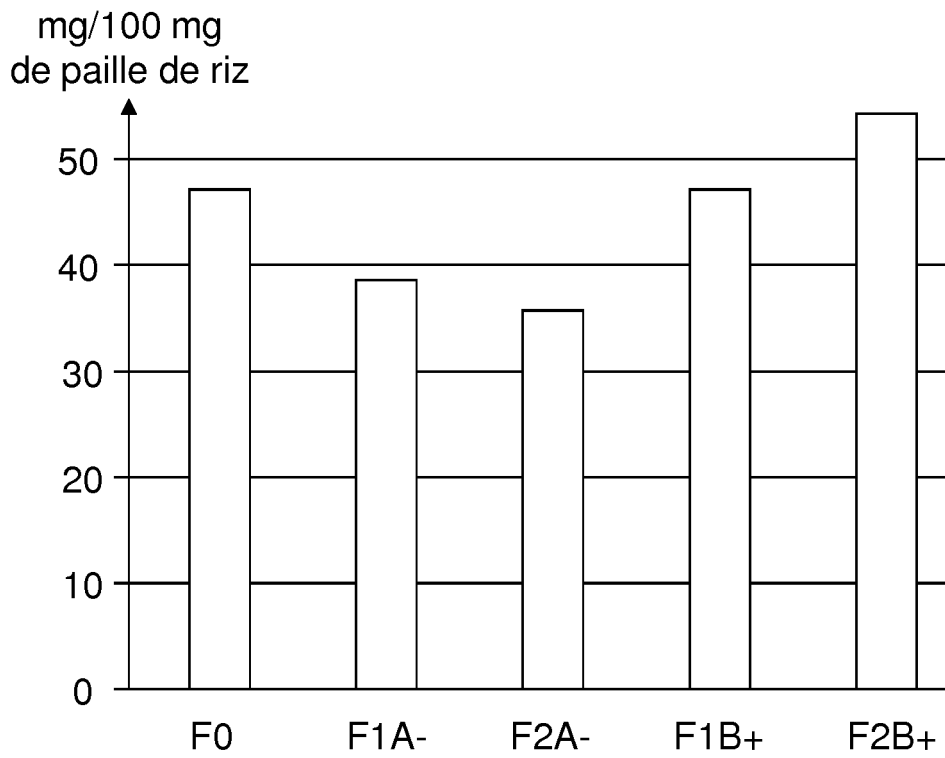


Figure 8

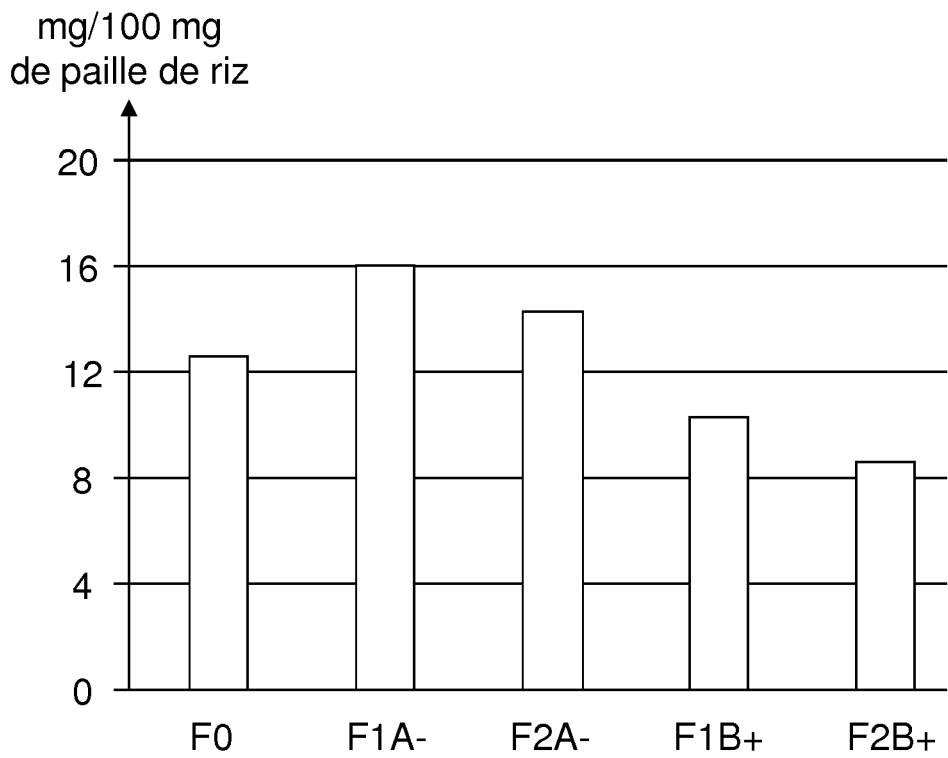


Figure 9

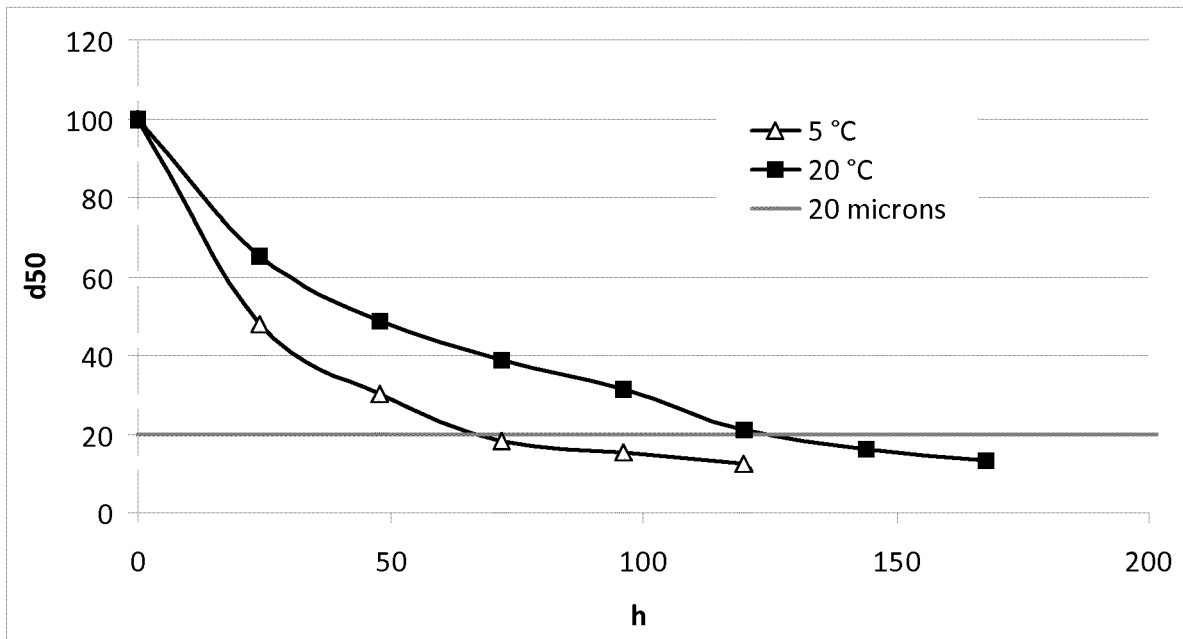


Figure 10

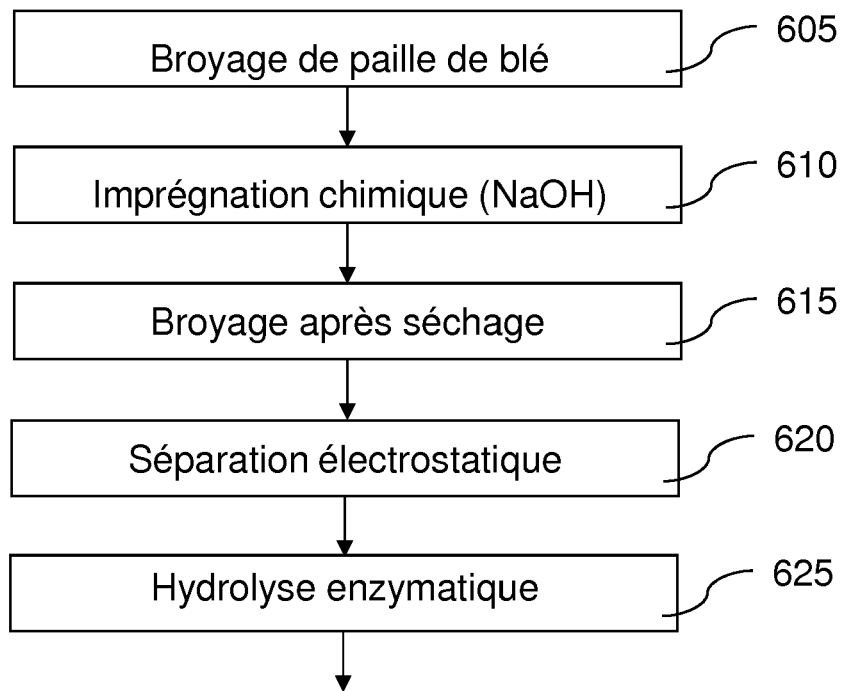


Figure 11

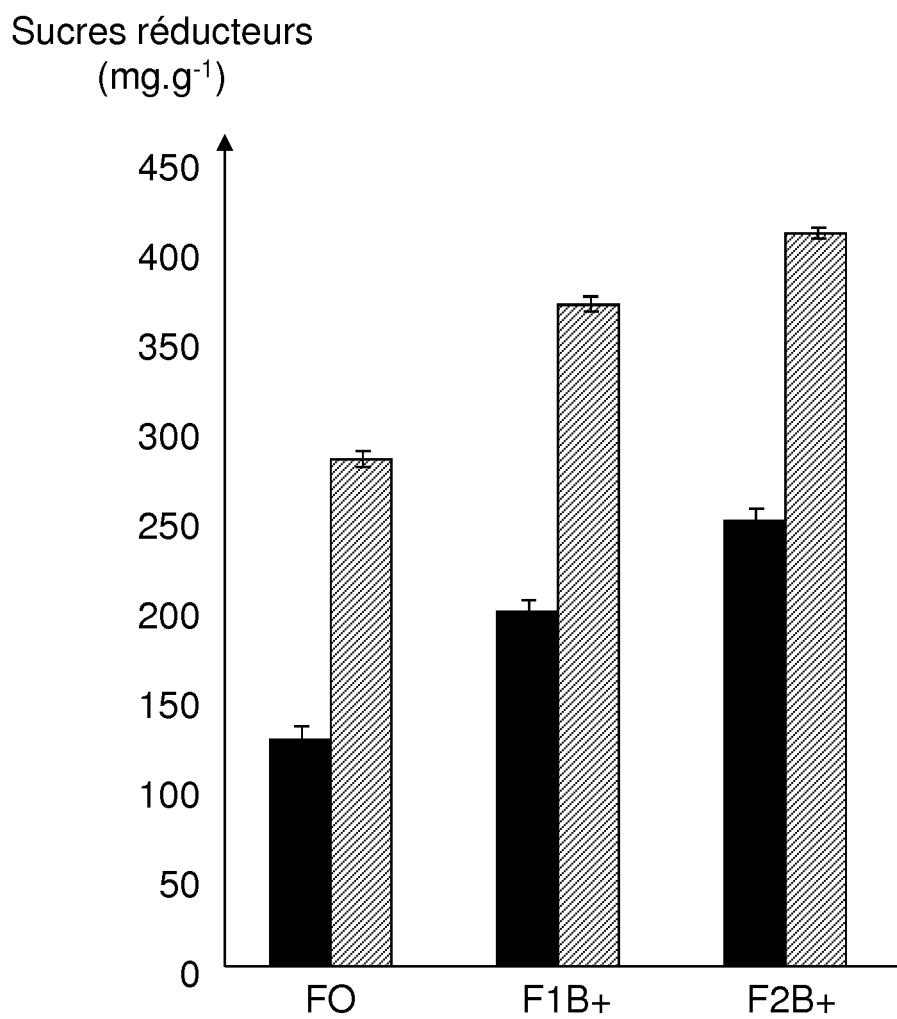


Figure 12

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No  
PCT/EP2014/079333

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 INV. B02C23/08  
 ADD.  
 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**  
 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 B02C B03C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)  
 EPO-Internal, WPI Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	FR 2 985 735 A1 (CIRAD [FR]; AGRONOMIQUE INST NAT RECH [FR]) 19 July 2013 (2013-07-19)	1,8-21
Y	page 1, line 3 - line 11 page 4, line 15 - page 5, line 18 page 6, line 1 - page 7, line 26 page 8, line 1 - line 4 page 9, line 22 - line 26 page 10, line 3 - page 11, line 19 page 12, line 16 - line 20 figures 1-5  -----  -/--	2-7

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

\* Special categories of cited documents :

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
  
10 March 2015

Date of mailing of the international search report  
  
18/03/2015

Name and mailing address of the ISA/  
 European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer  
  
Redelsperger, C

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2014/079333

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5 944 875 A (STENCEL JOHN M [US] ET AL) 31 August 1999 (1999-08-31)	2-7
A	column 1, line 5 - line 8 column 1, line 54 - line 58 column 2, line 15 - line 32 column 4, line 38 - line 58 column 7, line 15 - line 25 figure 1	1
A	----- DE 10 2012 203148 B3 (WERNER HANS [DE]) 29 August 2013 (2013-08-29) abstract; figure 1	1
A	----- DE 10 2008 047899 A1 (LITVINOV GEORGY [DE]) 25 March 2010 (2010-03-25) abstract claim 1 figure 1 -----	1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No PCT/EP2014/079333
---

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
FR 2985735	A1	19-07-2013	AR 090413 A1 12-11-2014
			CA 2861243 A1 25-07-2013
			EP 2804932 A1 26-11-2014
			FR 2985735 A1 19-07-2013
			US 2015007492 A1 08-01-2015
			WO 2013108177 A1 25-07-2013
-----			
US 5944875	A	31-08-1999	NONE
-----			
DE 102012203148	B3	29-08-2013	DE 102012203148 B3 29-08-2013
			EP 2819785 A1 07-01-2015
			WO 2013127792 A1 06-09-2013
-----			
DE 102008047899	A1	25-03-2010	NONE
-----			

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2014/079333

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> INV. B02C23/08 ADD.				
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB				
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b> Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) B02C B03C				
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche				
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data				
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>				
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées		
X	FR 2 985 735 A1 (CIRAD [FR]; AGRONOMIQUE INST NAT RECH [FR]) 19 juillet 2013 (2013-07-19)	1,8-21		
Y	page 1, ligne 3 - ligne 11 page 4, ligne 15 - page 5, ligne 18 page 6, ligne 1 - page 7, ligne 26 page 8, ligne 1 - ligne 4 page 9, ligne 22 - ligne 26 page 10, ligne 3 - page 11, ligne 19 page 12, ligne 16 - ligne 20 figures 1-5  ----- -/--	2-7		
<table border="0" style="width: 100%;"> <tr> <td style="width: 50%;"><input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents</td> <td style="width: 50%;"><input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe</td> </tr> </table>			<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents	<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe			
* Catégories spéciales de documents cités:				
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  10 mars 2015		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  18/03/2015		
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé  Redelisperger, C		

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Demande internationale n°

PCT/EP2014/079333

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	US 5 944 875 A (STENDEL JOHN M [US] ET AL) 31 août 1999 (1999-08-31)	2-7
A	colonne 1, ligne 5 - ligne 8 colonne 1, ligne 54 - ligne 58 colonne 2, ligne 15 - ligne 32 colonne 4, ligne 38 - ligne 58 colonne 7, ligne 15 - ligne 25 figure 1	1
	-----	
A	DE 10 2012 203148 B3 (WERNER HANS [DE]) 29 août 2013 (2013-08-29) abrégé; figure 1	1
	-----	
A	DE 10 2008 047899 A1 (LITVINOV GEORGY [DE]) 25 mars 2010 (2010-03-25) abrégé revendication 1 figure 1	1
	-----	



# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2014/079333

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
FR 2985735	A1	19-07-2013	
		AR 090413 A1	12-11-2014
		CA 2861243 A1	25-07-2013
		EP 2804932 A1	26-11-2014
		FR 2985735 A1	19-07-2013
		US 2015007492 A1	08-01-2015
		WO 2013108177 A1	25-07-2013
-----			
US 5944875	A	31-08-1999	AUCUN
-----			
DE 102012203148	B3	29-08-2013	
		DE 102012203148 B3	29-08-2013
		EP 2819785 A1	07-01-2015
		WO 2013127792 A1	06-09-2013
-----			
DE 102008047899	A1	25-03-2010	AUCUN
-----			