

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7402816号  
(P7402816)

(45)発行日 令和5年12月21日(2023.12.21)

(24)登録日 令和5年12月13日(2023.12.13)

(51)国際特許分類		F I	
C 1 2 M	1/00 (2006.01)	C 1 2 M	1/00 Z
C 1 2 P	7/06 (2006.01)	C 1 2 M	1/00 D
D 2 1 C	1/00 (2006.01)	C 1 2 P	7/06
C 0 8 H	8/00 (2010.01)	D 2 1 C	1/00
C 1 2 P	19/04 (2006.01)	C 0 8 H	8/00
請求項の数 15 (全19頁) 最終頁に続く			
(21)出願番号	特願2020-554374(P2020-554374)	(73)特許権者	591007826
(86)(22)出願日	平成30年12月4日(2018.12.4)		イエフペ エネルジ スヴェル
(65)公表番号	特表2021-507726(P2021-507726 A)		I F P E N E R G I E S N O U V E L L E S
(43)公表日	令和3年2月25日(2021.2.25)		フランス国 9 2 5 0 0 リュエイユ・マルメゾン アヴニユ ド ボワ プレオ 1 エ 4
(86)国際出願番号	PCT/EP2018/083541	(73)特許権者	520221501
(87)国際公開番号	WO2019/120995		アンスティチュ ナショナル ドゥ ルシエルシュ プール ラグリクルチュール ,
(87)国際公開日	令和1年6月27日(2019.6.27)		ラリメンタシオン エ アンヴィロンヌマン
審査請求日	令和3年12月1日(2021.12.1)		フランス国 パリ セデクス 0 7 リュ
(31)優先権主張番号	1762610		ドゥ リュニヴェルシテ 1 4 7
(32)優先日	平成29年12月20日(2017.12.20)	(73)特許権者	514041030
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)		アグロ インダストリ ルシエルシュ エ
			デヴロップマン
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 リグノセルロースのバイオマスを処理する方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

リグノセルロースのバイオマス(6)を処理する方法であって、以下の工程：

a) バイオマスの浸透を意図した化学触媒を含有している浸透酒液(4)を調製する工程であって、該化学触媒は、酸性触媒、塩基性触媒および酸化触媒から選ばれ、好ましくは酸性触媒である、工程

b) 浸透反応器(5)の入口を介して粉碎済みバイオマスを導入する工程であって、前記入口は、前記浸透反応器の第1の浸透帯域(5a)中に置かれ、該浸透反応器は、2つの重ねあわされた帯域である、前記第1の浸透帯域と、浸透帯域の上方の第2の「ドレイン処理」帯域(5b)とを含んでいる、工程

c) 反応器の前記第1の浸透帯域(5a)中に置かれた第1の酒液入口を介して酒液(4)を導入する工程を含む方法であって、

以下の工程：

d) 別の反応帯域(5d)における第2の酒液入口を介して前記酒液を前記反応器(5)に導入する工程であって、該反応帯域(5d)は、第1の浸透帯域(5a)中に置かれたバイオマス(6)の入口より下に置かれている、工程も含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

バイオマス(6)を第1の浸透帯域(5a)から第2のドレイン処理帯域(5b)に、

1 個または複数個の輸送スクリュウ（ 5 c ）によって輸送し、第 1 の浸透帯域（ 5 a ）において酒液をバイオマスに浸透させ、かつ、第 2 のドレイン処理帯域（ 5 b ）においてドレイン処理することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

反応器の第 1 の浸透帯域（ 5 a ）へのバイオマス（ 6 ）の導入をフィード手段（ 6 a ）によって行い、該フィード手段（ 6 a ）は、前記第 1 の浸透帯域（ 5 a ）から前記フィード手段（ 6 a ）への液体の逆流を防ぐバイオマスプラグ（ 6 b ）を作り出し、前記フィード手段は、とりわけ、フィードスクリュウであることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

浸透反応器（ 5 ）に導入された酒液の 80 % ~ 98 %、とりわけ 85 % ~ 90 % を、第 1 の酒液入口（ 4 a ）を介して導入すること、および反応器に導入された酒液の 100 % までの残りを、第 2 の酒液入口（ 4 b ）を介して導入することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 5】

第 1 の酒液入口（ 4 a ）を介したおよび / または第 2 の酒液入口（ 4 b ）を介した酒液の導入を、連続的にまたは不連続的に行うことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 6】

第 2 の酒液入口が置かれている反応器（ 5 ）の別の反応帯域（ 5 d ）は、垂直に対して実質的に垂直にまたは傾斜して位置決めされた反応器の底部に置かれた不活性な帯域であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 7】

酒液（ 4 ）は、酸性触媒酒液であること、および酒液の pH は、0.1 ~ 4、とりわけ、0.3 ~ 2 に調節されることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 つに記載の方法。

【請求項 8】

リグノセルロースのバイオマスの連続的処理の方法であって、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 つにおいて記載された工程を含むこと、および、以下の工程；

e) 浸透済みかつドレイン処理済みのバイオマスを浸透反応器の出口（ 5 ）からクッキング前処理反応器（ 9 ）に移送する工程

f) 前記クッキング反応器（ 9 ）において前記バイオマスを前処理する工程

g) 前処理済みのバイオマス（ 15 ）の酵素加水分解（ 16 ）の工程

h) 前処理済みのバイオマスから得られた酵素加水分解マスト（ 17 ）のアルコール発酵（ 18 ）の工程

を含むことによって、連続的にまたは不連続的に継続されることを特徴とする方法。

【請求項 9】

リグノセルロースのバイオマスを処理するための設備であって、

- バイオマスの浸透のための化学触媒を含有している浸透酒液（ 4 ）を調製するための帯域（ 3 ）であって、該化学触媒は、酸性触媒、塩基性触媒または酸化触媒から選ばれ、好ましくは、酸性触媒であり、該帯域は、酒液出口を備えている、帯域（ 3 ）

- バイオマス入口を備えた第 1 の浸透帯域（ 5 a ）と、第 1 の浸透帯域（ 5 a ）上に重ねあわせられ、ドレイン処理帯域として知られ、バイオマス出口を備えている第 2 の帯域（ 5 b ）とを含んでいる浸透反応器（ 5 ）

- 粉碎済みのバイオマスを浸透反応器（ 5 ）に、第 1 の浸透帯域（ 5 a ）中に置かれた反応器のバイオマス入口を介してフィードするための手段（ 6 a ）

- 浸透酒液（ 4 a ）を浸透反応器（ 5 ）にフィードするための第 1 の手段であって、酒液（ 4 ）の調製帯域（ 3 ）の酒液出口を反応器の第 1 の浸透帯域における第 1 の酒液入口に接続している、手段

を含む、設備であって、

- 浸透酒液（ 4 b ）を反応器（ 5 ）にフィードするための第 2 の手段であって、酒液調

10

20

30

40

50

製帯域（３）の酒液出口を、第１の浸透帯域（５ａ）のバイオマス入口より下に置かれた反応帯域（５ｂ）における第２の酒液入口に接続している、手段も含むことを特徴とする設備。

【請求項１０】

浸透反応器（５）は、垂直に対して垂直のまたは傾斜の方向のものであり、バイオマスは、反応器中の前記帯域中に配置された１個または複数の輸送スクリュウ（５ｃ）によって第１の浸透帯域（５ａ）から第２のドレイン処理帯域（５ｂ）への上昇移動を経ることを特徴とする請求項９に記載の設備。

【請求項１１】

浸透酒液調製帯域は、タンク（３）または静的ミキサまたは動的ミキサであることを特徴とする請求項９または１０に記載の設備。

10

【請求項１２】

浸透酒液（４ａ）を浸透反応器（５）にフィードするための第１の手段および浸透酒液（４ｂ）を反応器（５）にフィードするための第２の手段は、共通のパイプ部（４）を含み、該パイプ部（４）は、酒液調製帯域（３）の同一の酒液出口に接続されているか、または、それぞれ、酒液調製帯域（３）の異なる出口に接続されていることを特徴とする請求項９～１１のいずれか１つに記載の設備。

【請求項１３】

粉碎済みのバイオマスを浸透反応器（５）に、第１の浸透帯域（５ａ）中に置かれた反応器のバイオマス入口を介してフィードするための手段（６ａ）は、前記第１の帯域から前記フィード手段への液体の逆流を防ぐバイオマスプラグ（６ｂ）を作り出し、前記フィード手段は、とりわけ、フィードスクリュウであることを特徴とする請求項９～１２のいずれか１つに記載の設備。

20

【請求項１４】

浸透反応器（５）の出口において得られたバイオマスのための前処理反応器（９）、酵素加水分解反応器（１６）およびアルコール発酵反応器（１８）も含み、反応器の全部、またはそれらの少なくとも２基が、直列に備え付けられていることを特徴とする請求項９～１３のいずれか１つに記載の設備。

【請求項１５】

バイオマス（６）、例えば、木材、わら、農業残渣、および全ての専用エネルギー作物、とりわけ、一年生または多年生の植物、例えば、ススキを処理して、糖、バイオ燃料または生物を原料とした分子を生じさせるための、請求項１～８のいずれか１つに記載の方法または請求項９～１４のいずれか１つに記載の設備の使用。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、リグノセルロースのバイオマスを処理して、「第二世代」（２Ｇ）の甘味汁を生じさせる方法に関する。これらの甘味汁は、生化学的経路を介して他の生成物（例えば、アルコール、例えば、エタノール、ブタノールまたは他の分子、例えば、溶媒、例えば、アセトン等）を生じさせるために用いられてよい。この方法は、一般的に、３工程を含み、これらは、酒液の調製、バイオマスの浸透および浸透済みのバイオマスの前処理、例えば、クッキングと、場合によるその後の蒸気爆砕とによるものである。本発明は、より詳細には、本方法の最初の２工程に焦点が当てられる。

40

【背景技術】

【０００２】

リグノセルロースのバイオマスは、地球上で最も豊富な再生可能資源の一つを示す。考慮される基質は、非常に多彩であり、それらは、木質の基質、例えば、種々の木材（硬材および軟材）と、農業（麦わら、米わら、トウモロコシ穂軸等）に由来するかまたは他の農業食品、紙等の産業に由来する共生成物との両方に関する。

【０００３】

50

リグノセルロースの材料の 2 G 甘味汁への生化学的転化のための方法は、とりわけ、前処理工程と、酵素カクテルによる酵素加水分解の工程とを含んでいる。これらの方法は、通常、前処理の前に浸透工程も含んでいる。加水分解に由来する甘味汁は、次いで、例えば、発酵により処理され、この方法は、分離工程および/または最終生成物の精製の工程も含む。

#### 【 0 0 0 4 】

リグノセルロースのバイオマスは、3 種の主要ポリマーからなっている：セルロース（35 % ~ 50 %）；これは、ヘキソースから本質的に構成されるポリサッカライドである；ヘミセルロース（20 % ~ 30 %）；これは、ペントースから本質的に構成されるポリサッカライドである；およびリグニン（15 % ~ 25 %）；これは、複合体構造かつ高分子量のポリマーであり、エーテル結合によって接続された芳香族アルコールからなっている。これらの種々の分子は、植物の細胞壁（plant wall）の固有の特性の要因であり、それら自体を複合交絡体（complex entanglement）に組織立てている。

10

#### 【 0 0 0 5 】

リグノセルロースのバイオマスを作り上げる 3 種のベースポリマーの中で、セルロースとヘミセルロースは、2 G 甘味汁の生成を可能にするものである。

#### 【 0 0 0 6 】

通常、ヘミセルロースは、主に、前処理の間に糖に破壊され、セルロースは、酵素加水分解によってグルコースに転化される。しかしながら、粗セルロースへのアクセスは、依然として酵素にとってアクセス困難であり、それ故に、前処理の必要性がある。この前処理によって、リグノセルロースの材料の物理化学的特性を改変して、セルロースの酵素へのアクセス可能性およびその酵素加水分解に対する反応性を改善することが可能となる。

20

#### 【 0 0 0 7 】

この前処理を行うために本発明に有利な数多くの技術が存在しており、これらは、以下において、総称「クッキング（cooking）」の下にグループ化されることになる：酸性クッキング、アルカリ性クッキング、蒸気爆砕、「オルガノソルブパルピング（organosolv pulping）」の方法。後者の方法は、1 種または複数種の有機溶媒、一般的には水の存在中の前処理に関連する。溶媒は、アルコール（エタノール）、酸、例えば、酢酸またはギ酸、さらにはアセトンであってよい。「オルガノソルブパルピング」方法は、リグニンの少なくとも部分的な分解およびヘミセルロースの部分的な分解につながる。それ故に、2 つの出口流れがある：残留のセルロース、ヘミセルロースおよびリグニンを伴う前処理済みの基質、および溶解したリグニンおよびヘミセルロースの一部を含有している溶媒相。一般的には、リグニン流れを抽出することを可能にする溶媒の再生の工程がある。所定の「オルガノソルブパルピング」処理（とりわけ、エタノールによるもの）は、強酸（例えば  $H_2SO_4$ ）の添加と結び付けられる。浸透反応器を介して溶媒と接触しているようにバイオマスを置いた後にクッキング段階を行うことまたは酸性触媒と接触しているようにバイオマスを置いた後に「オルガノソルブパルピング」クッキングを行うことが想定されてもよい。

30

#### 【 0 0 0 8 】

種々の構成が、例えば、出版物（非特許文献 1）、または出版物（非特許文献 2）に記録されている。

40

#### 【 0 0 0 9 】

最も有効な前処理の一つは、酸性蒸気爆砕であり、これにより、ヘミセルロースのほぼ完全な加水分解と酵素に対するセルロースのアクセス可能性および反応性における有意な改善とが可能になる。この前処理は、他の処理（1 種または複数種）によって先行されてよい。

#### 【 0 0 1 0 】

特許（特許文献 1 および 2）には、温和な条件下のヘミセルロースの C5 糖への加水分解の第 1 の工程を含んでおり、このような温和な条件により、品質劣化からそれらが保護される方法が提案されている。この工程は、第 1 の反応器において行われ、その際の圧力

50

は、水蒸気の注入により 1 . 5 b a r 以上であり、その際の温度は、1 1 0 以上であり、場合によっては、弱酸の存在中とされる。この工程の後、洗浄が行われ、C 5 糖汁の抽出および回収がなされ、その後に、セルロースおよびリグニンに豊富である残りのバイオマスは、第 2 の工程（第 2 の反応器）に送られ、そこで、蒸気爆砕が行われる。この第 2 の反応器は、高圧水蒸気の注入により第 1 の反応器より高い圧力で操作し、これにより、バイオマスの突然の膨張（蒸気爆砕）が引き起こされる。

【 0 0 1 1 】

特許出願（特許文献 3 ）には、製紙分野での垂直式反応器（浸透器）における浸透方法であって、当該反応器は、塩基性浸透酒液を含有し、そのために、浸透が行われる第 1 の帯域が規定されている、方法が記載されている。リグノセルロースの材料は、浸透器の底部において受け取られ、それは、2 つの移送スクリーによって浸透器の頂部に移送される。液体の高さの上方に置かれた浸透器の第 2 の帯域へのその移送の間に、バイオマスは、ドレイン処理し、酒液は、落下して第 1 の帯域に戻る。この構成において、酒液の高さは、塩基性酒液の導入によって制御される。

10

【 0 0 1 2 】

本発明の目的は、上記出願（特許文献 3 ）に記載された浸透方法および適した機器を改善することにある。

【 0 0 1 3 】

本発明は、とりわけ、触媒酒液をバイオマスに浸透させる質を改善する方に向けられる。

【 0 0 1 4 】

併せて、本発明は、浸透の方法および機器を、使用のためにより簡単なものかつ / またはより乏しい流体の激しさのものにしようとしている。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【 0 0 1 5 】

【文献】米国特許第 8 0 5 7 6 3 9 号明細書

【文献】米国特許第 8 5 1 2 5 1 2 号明細書

【文献】国際公開第 2 0 1 3 / 1 4 1 7 7 6 号

【非特許文献】

【 0 0 1 6 】

【文献】M. Balat 著、「Production of bioethanol from lignocellulosic materials via the biochemical pathway: a review」、Energy Conversion and Management、2011 年、第 52 巻、p.858-875

30

【文献】N. Sarkar、S. Kumar Ghosh、S. Bannerjee、K. Aikat 著、「Bioethanol production from agricultural wastes: an overview」、Renewable Energy、2012 年、第 37 巻、p.19-27

【発明の概要】

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 7 】

（発明の概要）

40

本発明の主題は、最初に、リグノセルロースのバイオマスを処理する方法であって、以下の工程：

a ) バイオマスの浸透を意図した化学触媒を含有している浸透酒液を調製する工程であって、該化学触媒は、酸性触媒、塩基性触媒および酸化触媒から選ばれ、好ましくは酸性触媒である、工程

b ) 浸透反応器の入口を介して粉碎済みのバイオマスを導入する工程であって、前記入口は、前記浸透反応器の第 1 の浸透帯域中に置かれ、該浸透反応器は、2 つの重ね合された帯域である、前記第 1 の浸透帯域と、浸透帯域の上方にある第 2 の「ドレイン処理」帯域とを含む、工程

c ) 該反応器の前記第 1 の浸透帯域中に置かれた第 1 の酒液入口を介して酒液を導入す

50

る工程

を含んでいる、方法である。

【 0 0 1 8 】

本発明は、本方法が、以下の工程：

d) 第1の浸透帯域中に置かれたバイオマス入口の下方に置かれた別の反応器帯域中の第2の酒液入口を介して前記反応器に前記酒液を導入する工程

も含むことを特徴とする。

【 0 0 1 9 】

本発明の背景において、「上方 (above)」または「下方 (below)」のタイプの空間的基準は、反応器の垂直線に対して好ましくは垂直なまたは斜めの配向に応じて理解され、これは、そのの高さにわたって、それ故に、反応器にフィードすることになるバイオマスが通過する帯域の連続を含み、これは、導入帯域と、その次の、ドレイン処理帯域とを含んでいる。バイオマスは、好ましくは、反応器における上昇する動きを経て、それ故に、導入帯域は、ドレイン処理帯域「より下に (under)」置かれる。(本発明は、他の反応器の構成に適合させられ、専門用語が適合させられ得るだろう)。

【 0 0 2 0 】

本発明は、それ故に、浸透反応器に触媒酒液 (catalytic liquor) を、反応器の浸透帯域 (これは従来的である) だけでなく、浸透帯域より下の、バイオマスの注入のポイントより下でも反応器に注入することを提案する。この帯域は、一般的には、反応器の「デッド」ゾーンまたは「不活性」ゾーンとして考えられている。第1の浸透帯域に導入されたバイオマスは、浸透帯域上方のドレイン処理帯域に運ばれることになるからである。この上昇する動きは、反応器中の輸送手段、例えば、輸送スクリューによって引き起こされる。この帯域は、一般的には、他の2つに対して低い高さのものであり、第1の浸透帯域より下に置かれ、この帯域は、反応器の底部に相当し、一般的には、垂直にまたは斜めに位置取られ、この底部を介して、反応器における輸送スクリュー (1基または複数基) に導入され、スクリューの動きは、モータによって作動させられる。バイオマスは、この帯域にほとんど/まったく残らないため、この帯域に酒液を注入することは、通常の実践と対抗し、かつ、この帯域に流体を注入することが想定されたならば、反応器中の輸送スクリューを用いる場合において、本質的に機械的な目的のためにスクリューをなめらかにするのは、意図される水のみくらのものであるだろう。

【 0 0 2 1 】

ここで今、驚くべきことに、触媒酒液をこの帯域に、バイオマスの注入のポイントより下で反応器に注入することは、浸透方法に特に有益であることが分かった。実際のところ、間接的に、浸透処理後の蒸気爆砕前処理の終結の際の収率の比較測定によって、バイオマスの浸透は、触媒の同等の消費に対して (すなわち、触媒酒液を過剰消費することなく、しかし、一方の代わりに反応器の2つの異なる帯域にそれを注入することによって)、より首尾よく行われることが分かった。

【 0 0 2 2 】

この改善された浸透についての理由は、多数あってもよい：バイオマスの注入のポイントより下に注入される酒液は、その注入帯域においてのみバイオマスをより良好に処理することを可能にすることができるだろう。実際のところ、バイオマスを注入するために、バイオマスを圧縮しこれを反応器に運ぶフィード手段の使用が通常になされてよく、バイオマスプラグがスクリューの下流部分に形成され、このものは、酒液のスクリューの上流端へのあらゆる逆流を防ぐ。加えて、このプラグが反応器に入る場合に、それは、開口し、とりわけ、機械的に、ピストンの使用によって開口し、このピストンは、反応器において、考慮下のプラグを迎えに行く。このバイオマスプラグが裂けているところの帯域の直下で酒液を注入することは、反応器中のバイオマスの運搬の間に触媒をバイオマスに「より早く」浸透させること、それ故に、反応器中の同一の滞留時間でのより良好な、より完全な浸透にとって極めて好都合であるようである。加えて、このようにして注入された酒液は、反応器中のスクリュータイプのバイオマス輸送手段をなめらかにするあらゆる洗

10

20

30

40

50

浄水と完全に置き換わることが見出された。

【 0 0 2 3 】

他の利点の本発明から生じる：より良好な結果が得られ、触媒の余分な消費は全くない。機器は、単純化される。反応器の底部において独立した水供給を提供する代わりに、その調製帯域から酒液が抜き出されるからである。反応器への水の添加を制限すること、反応器中の触媒酒液の希釈を制限するために有利であり、したがって、例えば、酒液の触媒の含有率を再調節する必要性は、たとえあったとしても、制限される。

【 0 0 2 4 】

有利には、ここまで言及されたように、バイオマスは、第 1 の浸透帯域から第 2 のドレイン処理帯域に、輸送手段、例えば、1 個または複数個の輸送スクリュウによって輸送される。バイオマスは、第 1 の帯域において酒液を浸透させられ、第 2 の帯域においてドレイン処理される。ドレイン処理帯域の輸送スクリュウは、火床によって取り囲まれてよく、そのオリフィスを通じて、過剰の液体が流れる。

【 0 0 2 5 】

有利にはまた、反応器の第 1 の浸透帯域へのバイオマスの導入は、フィード手段によって行われ、このフィード手段は、バイオマスプラグを作り出し、このバイオマスプラグは、前記第 1 の帯域から前記フィード手段への液体の逆流を防止し、前記フィード手段は、とりわけ、フィードスクリュウである。

【 0 0 2 6 】

本発明によると、同一の調製帯域を起源とする液体は、それ故に、2 つのポイントに注入されることになり、酒液の所与の消費のために、バイオマスの注入ポイントより下に注入される酒液に対して、浸透帯域に注入される所定の割合の酒液を添加することは可能であるだろう：浸透反応器に導入される酒液の好ましくは 80 % ~ 98 %、とりわけ 85 % ~ 90 % (容積) が、第 1 の酒液入口を介して導入され、反応器に導入される酒液の 100 % までの残りは、第 2 の酒液入口を介して導入される。酒液の大部分は、それ故に、その従来からの帯域に注入され、この量の 20 % までを「抜き出し」、それを、反応器の底部に注入する。

【 0 0 2 7 】

第 1 の酒液入口を介したおよび / または第 2 の酒液入口を介した酒液の導入は、連続的にまたは不連続的に行われてよい。

【 0 0 2 8 】

好ましくは、第 2 の酒液入口が置かれる他の反応器の帯域は、垂直に対して実質的に垂直にまたは斜めに位置取られた反応器の底部に置かれた不活性帯域である。

【 0 0 2 9 】

好ましい実施形態によると、用いられる酒液は、酸性触媒酒液であり、酒液の pH は、0.1 ~ 4、とりわけ 0.3 ~ 2 に調節される。

【 0 0 3 0 】

用いられてよい酸の例は、硫酸、塩酸、硝酸およびシュウ酸から選ばれる少なくとも 1 種の酸を含む。それらの含有率は、水性相において、好ましくは 0.2 重量 % ~ 8 重量 % である。

【 0 0 3 1 】

本発明の主題は、リグノセルロースのバイオマスの連続的な処理のための方法であって、ここまで記載された工程を含んでおり、連続的にまたは不連続的に継続し、以下の工程：

e) 浸透済みかつドレイン処理済みのバイオマスを浸透反応器の出口からクッキング反応器に移送する工程であって、場合によっては、蒸気爆砕に結び付けられる、工程

f) 前記反応器において前記バイオマスを前処理する工程

g) 前処理済みのバイオマスの酵素加水分解の工程

h) 前処理済みのバイオマスから得られた酵素加水分解マストのアルコール発酵の工程を含む方法にもある。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 3 2 】

本発明の主題は、リグノセルロースのバイオマスの処理設備であって、

- バイオマスの浸透のための化学触媒、とりわけ、酸性触媒、塩基性触媒または酸化触媒、好ましくは酸性触媒を含有している浸透酒液を調製する帯域であって、該帯域は、酒液出口を備えている、帯域
- バイオマス入口を備えた第 1 の浸透帯域と、第 1 の上に重ね合された、ドレイン処理帯域として知られている第 2 の帯域とを含んでいる浸透反応器であって、該反応器は、バイオマス出口を備えている、浸透反応器
- 粉碎済みのバイオマスを浸透反応器に、第 1 の浸透帯域中に置かれた反応器のバイオマス入口を介してフィードする手段
- 浸透酒液を反応器にフィードする第 1 の手段であって、該反応器は、酒液調製帯域の酒液出口を反応器の第 1 の浸透帯域中の第 1 の酒液入口に接続している、第 1 の手段を含んでおり、

該設備は、

- 浸透酒液を反応器にフィードする第 2 の手段であって、該反応器は、酒液調製帯域の酒液出口を、第 1 の浸透帯域のバイオマス入口より下に置かれた反応器の帯域中の第 2 の酒液入口に接続している、第 2 の手段も含んでいる、設備にもある。

## 【 0 0 3 3 】

この設備により、ここまでに記載された方法を実行することが可能となる。それは、触媒酒液を浸透反応器の第 2 のポイントに導入する手段を提供することによるものである。

## 【 0 0 3 4 】

本発明は、2つの注入ポイントに加えて、例えば、反応器への3ないし4個の異なる入口を介して浸透反応器に触媒酒液を注入することも含み、これは、少なくとも1個、例えば2個を浸透帯域に、少なくとも1個、例えば、1個または2個をバイオマス注入ポイントより下に含むことが留意されるべきである。

## 【 0 0 3 5 】

本発明による設備は、好ましくは、垂直に対して垂直または斜めの方向の浸透反応器を用い、バイオマスは、第 1 の浸透帯域から第 2 のドレイン処理帯域への上昇する移動を、反応器中の前記帯域に置かれた1個または複数個の輸送スクリューによって経る。

## 【 0 0 3 6 】

浸透酒液の調製帯域は、タンク、または静的ミキサまたは動的ミキサまたは溶媒（例えば水）と触媒（例えば、酸性の酒液の場合において酸、例えば  $H_2SO_4$ ）とを混合することを可能にする任意の他の手段はであってよい。

## 【 0 0 3 7 】

第 1 の実施形態によると、第 1 および第 2 の酒液フィード手段は、共通のパイプ部を含み、このパイプ部は、酒液調製帯域の同一の酒液出口に接続されている：反応器の浸透帯域に酒液を供給するためにパイプ上にバイパスが作製される。

## 【 0 0 3 8 】

別の実施形態によると、第 1 および第 2 の酒液フィード手段は、それぞれ、酒液調製帯域の異なる出口に接続されている：完全に別箇のパイプが、反応器の別の出口から第 2 の酒液入口に酒液を運ぶために用いられる。

## 【 0 0 3 9 】

すでに言及されたように、バイオマスフィード手段は、好ましくは、前記第 1 の帯域から前記フィード手段への液体の逆流を防ぐバイオマスプラグを作り出すように設計され、前記フィード手段は、とりわけ、フィードスクリューである。

## 【 0 0 4 0 】

本発明による設備は、浸透反応器の出口において得られたバイオマスの前処理のための反応器と、酵素加水分解反応器と、アルコール発酵反応器とをさらに含んでもよく、これらの一式の反応器、またはそれらのうちの少なくとも2基は、直列に取り付けられる。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 4 1 】

本発明の主題は、バイオマス、例えば、木材、わら、農業残渣、および全ての専用エネルギー作物、とりわけ、一年生または多年生の植物、例えば、ススキを処理して、糖、バイオ燃料または生物を原料とした分子を生じさせるためのここまでに記載された方法または設備の使用にもある。より一般的には、本発明による方法において採用されるリグノセルロースのバイオマスまたはリグノセルロースの材料は、例えば、未加工のまたは加工処理がなされた木材（硬材または軟材）、農業副産物、例えば、わら、植物から得られたファイバ、林業収獲物、アルコール生成からの残渣、糖産生および穀物産生の植物、紙産業からの残渣、海洋バイオマス（例えば、セルロース性の大型藻類）またはセルロースまたはリグノセルロースの材料の変換生成物から得られる。リグノセルロースの材料は、バイオポリマーであってもよく、好ましくは、セルロースを豊富に含んでいる。

10

## 【 0 0 4 2 】

好ましくは、用いられるリグノセルロースのバイオマスは、木材、麦わら、木材パルプ、ススキ、米わらまたはコーンストークである。

## 【発明を実施するための形態】

## 【 0 0 4 3 】

（詳細な説明）

本発明は、非限定的な例を用いて以下に詳細に説明されることになり、以下の図面によって図解される。

- 図 1：従来技術による酒液をバイオマスに浸透させるための機器の略図；
- 図 2：本発明において用いられる浸透の機器および方法のブロック図のタイプの梗概図；
- 図 3：バイオマスのエタノールへの連続的転化までの図 2 において示されるようなバイオマスの浸透からの完全な機器および方法のブロック図のタイプの梗概図。

20

## 【 0 0 4 4 】

（以下の参照符号を用いた図 1 ~ 3 の説明）

図面の全てにおいて同一の参照符号は、同一の成分 / 流体 / 生成物に対応する。

- 1：酒液調製タンクへの水の入来
- 2：酒液調製タンクへの酸の入来
- 3：酒液調製機（タンク）
- 4：酸性酒液
- 4 a：浸透機（反応器）への酸性酒液（浸透帯域を介した注入）
- 4 b：浸透機（反応器）への酸性酒液（運搬スクリューをなめらかにするための底部への注入）
- 5：浸透機（反応器）
- 5 a：浸透反応器の浸透帯域
- 5 b：浸透反応器のドレイン処理帯域
- 5 c：バイオマスを浸透反応器に輸送するためのスクリュー
- 5 d：浸透帯域（5 a）より下に（フィードスクリュー（6 a）による反応器（5）へのバイオマスの入来のためのポイント（6 b）より下に）置かれた浸透反応器の帯域
- 6：粉碎済みバイオマス
- 6 a：浸透反応器にバイオマスをフィードするための円錐形スクリュー
- 6 b：フィードスクリュー（6 a）中のバイオマス密閉プラグ
- 7：浸透済みかつドレイン処理済みのバイオマス
- 8：前処理機のスクリューまたはプラグ - スクリューフィーダ
- 9：前処理機（爆砕反応器）
- 10：前処理機のスクリュー（8）のプレス酒液
- 11：前処理のための水蒸気の注入
- 12：前処理済みバイオマスおよび水蒸気
- 13：水蒸気と前処理済みバイオマスとを分離するための機器（サイクロン）

30

40

50

- 14：凝縮への水蒸気
- 15：前処理済みバイオマス
- 16：酵素加水分解
- 17：糖を含有している酵素加水分解マスト
- 18：アルコール（エタノール）発酵
- 19：エタノール（アルコール）を含有している発酵ワイン
- 20：蒸留
- 21：濃アルコール
- 22：粗蒸留かす

【0045】

（図1）

図1は、従来技術による酒液をバイオマスに浸透させるための機器の略図である；それ故に、それは、必ずしも目盛り付けしているわけではなく、かつ、機器の全ての構成を示しているわけではなく、本発明の説明のためにより特定の興味のあるもののみを示している。

【0046】

本発明による方法は、酵素加水分解の前にリグノセルロースのバイオマス进行处理する方法である。それは、第二世代の糖を生じさせる方向に向けられた方法に統合される。第二世代の糖から、多くの生化学経路によって、酸素化分子（例えばアルコール、例えば、エタノール、ブタノール等）を得ることが可能となる。

【0047】

それ故に、以降の例は、統合された酸浸透方法であって、連続的にまたは不連続的に、蒸気爆砕前処理によって続けられ、場合によっては、酸性浸透酒液の再循環を伴う、方法に関する。

【0048】

この方法は、2G糖（すなわち、リグノセルロースのバイオマスから得られるもの）またはより広く生物ベースの分子（すなわち、天然基質からのまたは天然基質に由来する分子）を生じさせる方法と適合する。

【0049】

（バイオマスおよび移送帯域）

バイオマス（わら、木材等）に応じて、技術的手段および工程の操作条件に適合する粒子サイズを有するように粉碎工程が必要である。これのために、簡単なチップ化が十分であってよいが、しかし、精製を伴うまたは伴わない粉碎処理が必要とされてよい。

【0050】

一般に、粉碎済みバイオマス（6）が有する粒子サイズ（最長サイズ）は、300mm以下である。通常、わらの粉碎処理は、5～100mmのスクリーンにより行われ、木材は、20～160mmの長さ、10～100mmの幅および2～20mmの厚さを有する平行六面体チップにチップ化される。

【0051】

粉碎済みのバイオマス（6）は、円錐形フィードスクリー（6a）を介して浸透反応器の第1の浸透帯域（5a）に持っていかれ、当該円錐形フィードスクリー（6a）において、密封バイオマスプラグ（6b）によって、第1の浸透帯域への入来直前で、前記帯域（5a）からスクリー（6a）への液の逆流が防がれる。この円錐形圧縮スクリーは、有孔火床の形態にあるカウリングを含んでよい。それは、円錐形状部を有し、前記円錐形部は、反応器の第1の浸透帯域（5a）の底部に接続される。このスクリー（6a）は、それ故に、二重の役割を行う：第1に、浸透反応器への連続的なバイオマスの導入、第2に、耐漏出性を達成することおよび浸透反応器からスクリーおよびスクリーの上流への酒液の漏出を防止することのためのプラグの形成である。

【0052】

（浸透工程）

10

20

30

40

50

浸透は、大気圧および10～95の温度で行われる。浸透反応器(5)中のバイオマスの滞留時間は、習慣的には20秒～60分、好ましくは最短30秒、好ましくは最短1分、好ましくは45分以下、通常的には1～35分である。好ましくは、それは、単一の反応器において行われる。

【0053】

浸透反応器(または浸透器)(5)は、管形状のものであり、かつ、垂直または垂直に対して60°未満の角度により傾斜した方向のものである。それは、例えば垂直である。この反応器は、2つの重ね合された浸透帯域(5a)、(5b)を含んでおり、これらは、同軸上に置かれている。下部の帯域(5a)は、第1の浸透帯域として知られており、開口部を介して、フィードスクリュウ(6a)から来るプレスされたバイオマスを受け取り、その開口の上方に、酸性酒液入口(4)が依然としてこの第1の帯域(5a)において設けられている。上方に置かれた帯域(5b)(頂部帯域)は、第2の浸透帯域、またはドレイン処理帯域として知られている：それは、第1の浸透帯域(5a)から来るバイオマスを受け取る。

10

【0054】

反応器(浸透器)(5)は、1個または複数個の輸送スクリュウ(5c)を備えており、輸送スクリュウ(5c)は、第1の浸透帯域の底部を介したバイオマスを、第2の浸透帯域(5b)の頂部を介した出口開口部に移送する。

【0055】

第1の浸透帯域(5a)(したがって、浸透が行われる帯域)は、浸透酒液により満たされたスペースに対応する。第2の浸透帯域(5b)は、何等の連続的な液相も含有していない。第1の浸透帯域と第2の浸透帯域との間で一定の分配を維持することは特に有利である。これをするために、反応器は、検出システム(レベルセンサ)を備えており、好ましくは、酒液のレベルをレギュレートするためのシステム(示されない)を有し、これにより、所望のレベルへの充填を保証することが可能となる。

20

【0056】

触媒浸透酒液は、0.1～6、好ましくは0.2～4.0のpH、および10～95の温度を有する水溶液である。酸は、ここでは、硫酸である。このタイプの酒液は、当業者に周知であり、浸透のために習慣的に用いられている任意の他の酸が使用に適している。酸の量および酒液の温度は、一般的に固定される。温度を取得しかつ維持するための手段は、当業者に知られている。酒液の調製は、ここでは、タンク(3)において行われる。このタンク(3)は、水入口(1)と、濃硫酸入口(2)とを有している。

30

【0057】

(移送スクリュウのレベルにおける)プラグの形成の間にバイオマスを圧縮する効果および酒液により満たされた第1の浸透帯域の入口において減圧する効果により、バイオマスをより良好に飽和させることが可能となる(スポンジ効果)。バイオマスは、それが浸透させられる第1の帯域(5a)を横切って、酒液のレベルより上に置かれた第2の浸透帯域(5b)の方に移送される。

【0058】

第2の浸透帯域(5b)において、浸透済みの酒液の一部は、第2の浸透帯域への上昇の間にドレイン処理することによって浸透済みバイオマスから分離され、ドレイン処理済みの酒液は落下して、第1の浸透帯域(5a)に逆戻りする。

40

【0059】

好ましくは、第2の浸透帯域(5b)は、第2の浸透帯域中に湿潤バイオマスを保持するスクリーン(1個または複数個)を備えており、したがって、このスクリーンにより、第2の浸透帯域(5b)から第1の浸透帯域(5a)に液体が流れることが可能となる。

【0060】

第2の浸透帯域および浸透反応器を離れる際に、浸透済みかつドレイン処理済みのバイオマスは、回収され、ほとんどまたは全く水を含有していない。その固体含有率は、一般的に、15重量%と40重量%との間で変動する。

50

## 【 0 0 6 1 】

分離された酒液は、しばしば、使用済み酒液と呼ばれるものであり、このものは、第 1 の浸透帯域の液体中に見出される。

## 【 0 0 6 2 】

( 浸透酒液の調製 )

浸透のために、酒液と酸度の喪失がある。したがって、新たな酸性酒液を定期的に加えることが必要である。

## 【 0 0 6 3 】

これらの添加物により、浸透反応器中の酒液のレベルを正確にレギュレートすることが可能となる。

## 【 0 0 6 4 】

酒液の調製は、その操作パラメータ、例えば、温度、pH または任意の他の特徴をレギュレートすることを可能にする工程でもある。適切な酸の濃度は、酸および / または水の投入によってレギュレートされる。それによって、均質な酒液を生じさせることも可能となる。この工程は、酒液調製帯域において行われる。

## 【 0 0 6 5 】

種々のデバイスが用いられてよく、例えば、ここでは、攪拌システムを備えた混合タンクまたはミキサ ( 示されない ) ( 好ましくは静的ミキサ ) である。

## 【 0 0 6 6 】

好ましくは、デバイスは、水、酸および調製された酒液の pH および流量等を測定するためのセンサを備えている。これらのセンサの全ては一緒に、所望の条件下に安定である連続的な操作を有するように流量と酸度とのバランスを取る制御を適切なものとすることを可能にする。

## 【 0 0 6 7 】

酒液調製タンク ( 3 ) および / または浸透反応器 ( 5 ) は、加熱を行うために、加熱手段、例えば、ジャケット、コイル ( および場合によっては、適宜の酒液再流通ループ上に前記デバイス ( タンク、ミキサ等 ) の次にまたは直接的にこれの上に位置取りされる交換器 ) を備えている。

## 【 0 0 6 8 】

酒液タンク ( 3 ) は、1 個または複数個の酒液輸送パイプを介して浸透反応器に接続されている。

## 【 0 0 6 9 】

酒液は、それ故に、規制の公称値であってよい所定の pH ( または任意の他の特徴 ) を得ることを可能にする適切な濃度および適切な流量で調製されてよい。

## 【 0 0 7 0 】

本発明は、以下の観察から生じる：依然として図 1 において、浸透反応器 ( 5 ) において、バイオマスプラグ ( 6 b ) の導入のレベルより下に、第 1 の浸透帯域 ( 5 a ) より下に置かれた第 3 の帯域 ( 5 d ) の存在が留意される：これは「デッド」ゾーンである。この場所においてバイオマスの望まれる通過が全くないからである。このデッドゾーンまたは「不活性な ( inactive ) 」帯域は、反応器の底部においてプラグの膨張のためのスペースを離れるためおよび固体の蓄積を制限するために必要である。この帯域 ( 5 d ) は、実質的に液体からなる。それは、固体のための所望の通過の外側に置かれるからである。それでも、上昇スクリュウ ( 5 c ) によるピストン輸送およびバイオマスプラグにおける粒子の存在の同一の状況からの不活性化の理由で、デッドゾーンにおける小さい割合の固体の考えられる存在が観察される。今、この帯域 ( 5 d ) における固体成分の蓄積を回避することが望まれる。

## 【 0 0 7 1 】

それ故に、この帯域 ( 5 d ) に流体を注入することが選ばれたが、反応器中の酒液の希釈を引き起こすであろう単純な水の供給ではなく、調製タンク ( 3 ) から来る追加の酒液の供給であった。このことは、下記の図 2 および 3 に示される。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 7 2 】

( 図 2 )

図 2 によると、酸および水は、それぞれ、パイプ ( 1 ) および ( 2 ) を介して酸性酒液調製タンク ( 3 ) 中に導入される。パイプ中の酸性酒液 ( 4 ) は、次いで、浸透器 ( 5 ) に注入され、粉碎済みのバイオマスと混合されることになる。粉碎済みのバイオマスは、パイプ ( 6 ) を介して本方法に導入される。酸性酒液 ( 4 ) の注入は、浸透タンク ( 5 ) に、より正確には、浸透帯域 ( 5 a ) に、パイプ ( 4 a ) および ( 4 b ) によって行われる。バイオマスは、浸透帯域 ( 5 a ) 中で酸性酒液と接触しているように配置され、このものは、ついで、ドレイン処理帯域 ( 5 b ) 中を通り、これにより、液体フラクションから分離される。浸透済みおよびドレイン処理済みのバイオマスは、パイプ ( 7 ) を介して本方法の次の工程に移送される。

10

## 【 0 0 7 3 】

本発明のこの実施の例において、反応器 ( 5 ) のバイオマスフィードポイントより下の帯域 ( 5 d ) に、酒液を供給するための追加のパイプ ( 4 b ) を、ここでは、タンク ( 3 ) の入口に接続された主要なパイプ ( 4 ) - ( 4 a ) のバイパスパイプの形態で加えることが選ばれた。言うまでもなく、反応器の底部に酒液を同じく運ぶためのパイプの任意の他の配置も可能であり、とりわけ、タンクの第 2 の出口を、反応器 ( 5 ) の帯域 ( 5 d ) における入口に接続している専用のパイプを代わりに提供することによるもの、または、タンク ( 3 ) から反応器 ( 5 ) の 2 つの別箇の入口に酒液を分配するための任意の他のシステムを用いることによるものである。帯域 ( 5 d ) に注入されるべき量に対して、浸透帯域 ( 5 a ) に注入されるべき酒液の量を調節する手段が提供されかつ従来技術から知られている ( 調圧弁等 ) 。

20

## 【 0 0 7 4 】

( 図 3 )

図 3 は、図 2 の方法であって、連続的な蒸気爆砕前処理、次いで、アルコール発酵までの複数回の他の連続的な処理工程によって浸透以降も継続している方法を示している。

## 【 0 0 7 5 】

本方法は、それ故に、以下の方法で進行する：浸透は、図 2 におけるのと同様に反応器 ( 5 ) において行われ、それ故に、再度記載されることがない。

## 【 0 0 7 6 】

一旦、それが浸透させられかつドレイン処理されたところで、バイオマスは、パイプ ( 7 ) を介して移送され、かつ、輸送スクリュウ ( 8 ) によって蒸気爆砕前処理ユニット ( 9 ) に導入される。輸送スクリュウ ( 8 ) によって、バイオマスを圧縮してバイオマスプラグを形成することが可能となる。この圧縮の間に、固 / 液の分離が行われ、使用済みの酸性酒液 ( 10 ) は、スクリュウの穴が開けられた帯域を通じて引き上げられる。場合によっては、プレス酒液としても知られているこの使用済みの酸性酒液 ( 10 ) は、少なくとも一部において、酒液調製タンク ( 3 ) にそれを再導入することによって再循環させられてもよい。バイオマスは、次いで、処理機 ( 9 ) において処理される。パイプ ( 11 ) を介して前処理反応器 ( 9 ) に水蒸気が導入される。蒸気爆砕と結び付けられた酸性クッキングが、この反応器において行われる。爆発的膨張のアウトプットが起こり、前処理済み基質と水蒸気の混合物 ( 12 ) は、サイクロンタイプの分離機 ( 13 ) に送られる。

30

40

## 【 0 0 7 7 】

この例では、クッキングに続いて蒸気爆砕が行われるが、蒸気爆砕は、依然として任意であること、クッキング以外の処理がこの前処理の目的、すなわち、( 浸透済みの ) バイオマスの少なくとも 1 項目の物理化学的特性、例えば、そのポリマー化度またはその結晶化度の改変を達成するために可能であることが留意されるべきである。これらの他のクッキング処理は、上記に言及されてきた。クッキング ( ここでは酸性である ) の操作条件は、例えば、以下の通りである：機器 ( 9 ) は、クッキング帯域を含み、このクッキング帯域中に、1 ~ 30 分にわたって水蒸気と接触しているようにバイオマスが置かれ、蒸気消費率は、バイオマス固体の重量 ( トン ) 当たり 0 . 05 ~ 10 トンであり、前記帯域

50

は、150～250 の温度にあり、圧力は、0.5～4 MPaである。機器(9)は、その後に、クッキング帯域から得られたバイオマスの膨張のための帯域を含み、それに続いて、バイオマスから水蒸気を分離するための帯域を含む。好ましくは、条件は、クッキング時間が1～30分に制限されるようにレギュレートされる。一般的には、蒸気消費率は、固体の重量(トン)当たり0.05～10トンである。回収された水蒸気は、有利には、圧縮の後に蒸気爆砕工程に再循環させられるか、または、場合によっては、サイトのユーティリティーに再循環させられる。ここでは、この工程は、反応器(9)において行われ、反応器(9)は、管式かつ水平式であり(液体の流れに対してわずかに傾斜していてもよい)、バイオマス移送スクリーを備えている。反応器(9)の下流端において、バイオマスは、非常に迅速に、水蒸気によって膨張帯域に、ブローラインと呼ばれるラインで同伴され、この膨張帯域は、クッキング帯域に対して低減させられた径を有している。

10

#### 【0078】

機器(13)において、水蒸気(14)は、前処理済みバイオマス(15)から分離される。前処理済みバイオマスは、次いで、変換ツール(16)において、糖を含有しているマスト(17)に酵素カクテルを用いて変換される。糖は、発酵工程(18)における発酵によってアルコール(例えば、エタノール、アセトン、ブタノール)に転化される。発酵ワイン(19)は、分離・精製工程(20)に送られる。工程(20)は、例えば、蒸留によって行われるものであり、この工程によって、濃アルコールを含有している流れ(21)を粗蒸留かす(使用済みの水、残留リグニン)(22)から分離することが可能となる。酵素加水分解および連続するまたは同時の発酵の条件は、所望の生成物に適しており、当業者に知られている。

20

#### 【0079】

図2の場合と同様に、本発明は、蒸気爆砕に続く工程の一部または全部が連続的ではなく、「パッチ」または「フェドパッチ」の様式で行われる方法と同様にかつ同一の利点をもって適用されることが留意されるべきである。

#### 【0080】

##### (実施例)

下記の実施例において、略語「SC」は、固体含有率(solids content)を意味し、これは、規格ASTM E1756 - 08(2015) “Standard Test Method for Determination of Total Solids in Biomass” に従って測定される。

30

#### 【0081】

##### (実施例1：比較)

この実施例は、木材を浸透させかつ前処理する方法に関し、以下の特徴：

- ・ 供給原料：ポプラ材、流量6.79トン/時、固体含有率SC：55.6%

を有し、平均組成(SC基準)は下記：

#### 【0082】

##### 【表1】

	% (SC基準)
セルロース	42.6%
ヘミセルロース	20.5%
リグニンおよびその他(灰、抽出可能な物体等)	36.9%

40

#### 【0083】

の通りである

特徴サイズ50mmを有するチップの形態にある木材を用いる。ユニットに入るチップの温度は、室温である。

#### 【0084】

50

円錐形スクリュー（６ａ）を介して浸透反応器（５）にチップを運ぶ。浸透反応器（５）は、垂直管であり、その中に、直列の２個の異方向スクリュー（５ｃ）によってバイオマス（６ｂ）を垂直に運ぶ。反応器の全作動容積は、 $1.95\text{ m}^3$ である。浸漬帯域において３０秒の滞留時間および６０秒のドレイン処理時間を保証するようにスクリュースピードおよび液体のレベルをレギュレートする。

【００８５】

浸透反応器（５）に以下のものを導入する：

- 円錐形移送スクリュー（６ａ）を介した、圧縮済みの木材チップ
- 水および硫酸により質量濃度１．７６重量％で９０の温度において調製された酸性酒液２．５トン／時
- 垂直輸送スクリュー（５ｃ）をなめらかにするために浸透反応器（５）の底部における帯域（５ｄ）に、２０の温度で導入される水０．３トン／時。

【００８６】

浸透済みのチップを、浸透反応器（５）から取り出し、蒸気爆砕反応器（９）に移送する。蒸気爆砕前処理を、２００で、上記の連続的な構成においてかつ短い残留時間を用いて行う。媒体を１．３ atmに急激に膨張させる。

【００８７】

このようにして得られた前処理済みの基質は、キシロース（ＳＣ基準）の６．９％の含有率のフリーのキシロースと、キシロース（ＳＣ基準）の形態で表されて１４．５％の含有率の潜在的キシロース（モノマー、オリゴマーおよびポリマー）とを有している。浸透は、時間当たり４４ kgの高純度 $\text{H}_2\text{SO}_4$ を消費した。すなわち、基質ＳＣの重量（トン）当たり高純度の酸１１．６５ kgを消費した。キシロースリリースの度合いは、全潜在的キシロースに対するフリーの形態にあるキシロースの百分率として表されて、４７．６％である。

【００８８】

（実施例２：本発明に合致する）

この実施例は、本発明に合致する木材の浸透と、前処理の方法とを用い、実施例２におけるのと同じ供給原料を処理する。

【００８９】

円錐形スクリュー（６ａ）を介して浸透反応器（５）にチップを運ぶ。浸透反応器（５）は、実施例１におけるのと同じである。浸漬された帯域における３０秒の滞留時間と、６０秒のドレイン処理時間とを保証するようにスクリュー（５ｃ）のスピードおよび液体のレベルをレギュレートする。浸透反応器（５）に以下のものを導入する：

- 円錐形移送スクリュー（６ａ）を介した、圧縮済み木材チップ
- 浸透帯域（５ａ）中に置かれた入口を介した、水および硫酸により質量濃度１．５７重量％に、８５の温度で調製された酸性酒液２．５トン／時
- 同一の酸性酒液０．３トン／時；これは、浸透反応器（５）の底部；反応器（５）へのバイオマスの注入のポイントより下の帯域（５ｄ）中に、８５の温度で導入する。

【００９０】

浸透済みのチップを浸透反応器（５）から取り出し、フィードスクリュー（８）を介して蒸気爆砕反応器（９）に連続的に移送する。比較例１の場合におけるのと同じ方法で蒸気爆砕前処理を行う。

【００９１】

このようにして得られた前処理済みの基質は、キシロース（ＳＣ基準）の１１．１％の含有率のフリーのキシロースと、キシロース（ＳＣ基準）の形態で表されて１５．１％の含有率の潜在的キシロース（モノマー、オリゴマーおよびポリマー）とを有している。浸透は、時間当たり４４ kgの高純度 $\text{H}_2\text{SO}_4$ を消費した。すなわち、基質ＳＣの重量（トン）当たり高純度の酸１１．６５ kgを消費した。キシロースリリースの度合いは、全潜在的キシロースに対するフリーの形態にあるキシロースの百分率として表されて、７３．５％である。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 9 2 】

浸透工程を出る酒液によるバイオマスの浸透の質の正確でかつ強い測定は存在しないが、この質は、間接的に、図 2 に合致する反応器（ 9 ）における蒸気爆砕前処理の終わりに得られたキシロース含有率によって評価され得る。浸透工程および蒸気爆砕前処理工程を不連続的に、「バッチ」様式で行うならば本発明の利点も維持されることが留意されるべきである。

## 【 0 0 9 3 】

加えて、実施例 1 および 2 の結果を比較することによって、本発明は、反応器の底部にも酒液を注入することによって、よりはるかに良好な前処理済み基質へのキシロースのリリースを得ることが可能となり、全てのファクターは、それにもかかわらず等しく、それ故に、バイオマスのより良好な浸透が、同一の酸消費について立証されることが理解される：値は、とりわけ、フリーのキシロースの含有率 6 . 9 % からフリーのキシロースの含有率 1 1 . 1 % にわたり、このことは、本発明により、より多くの酸を消費することなく、ほぼ 2 倍の量のキシロースが同一のバイオマスからリリースされ得、本方法における改変および機器が、製造ライン上に存在する手段により実施するのに全体的に控えめかつ容易であることを意味する。

## 【 0 0 9 4 】

（実施例 3：本発明に合致する）

この実施例では、本発明に従ってリグノセルロースのバイオマスをエタノールに転化させる方法により処理されるのはわらである。用いられるわらは、以下の特徴を有している：

供給原料：天然わら、流量 3 . 3 6 トン / 時、固体含有率 S C : 8 5 . 6 %、平均組成（ S C 基準）：

## 【 0 0 9 5 】

## 【表 2】

	% ( S C 基準)
セルロース	3 6 . 0 %
ヘミセルロース	2 6 . 8 %
リグニンおよびその他（灰、抽出可能な物体等）	3 7 . 2 %

## 【 0 0 9 6 】

わらを 5 0 mm スクリーン上で粉砕し、次いで、円錐形スクリュー（ 6 a ）によって浸透反応器（ 5 ）に運ぶ。以下のものを浸透反応器（ 5 ）に導入する：

- 円錐形移送スクリュー（ 6 a ）を介した、圧縮済みのわら
- 酸性酒液調製タンク（ 3 ）において 7 5 の温度で調製された酸性酒液 1 4 . 5 3 トン / 時
- これと同一の酸性酒液 0 . 5 7 トン / 時；これは、浸透反応器の底部に 7 5 の温度で、反応器へのバイオマスの導入のポイントより下の帯域（ 5 d ）に導入される。

## 【 0 0 9 7 】

浸透済みのわらを、浸透反応器（ 5 ）から取り出し、円錐形移送スクリュー（ 8 ）に移送する。円錐形移送スクリュー（ 8 ）は、蒸気爆砕反応器（ 9 ）へのその導入を保証する。円錐形移送スクリューへの浸透済みわらの通過の間に、プレス酒液として知られている汁を抽出し、 9 . 7 4 トン / 時の平均流量で、このプレス酒液を、円錐形スクリューの外部洗浄のための水と混合し、集められた全流量は、 1 0 . 5 9 トン / 時であり、そのうちの 8 5 % を再循環させる。蒸気爆砕前処理を 1 8 5 で、連続的な構成で、短い残留時間を用いて行う。媒体を、 1 . 3 a t m の圧力に急激に膨張させる。

## 【 0 0 9 8 】

浸透反応器に送られる酸性酒液を、酸性酒液タンクにおいて、以下のものを混合するこ

とによって調製する：

- 9トン/時の流量の、部分的に再循環させられたプレス酒液
- 0.126トン/時の流量の、96重量%の $H_2SO_4$ 酸の供給
- 5.973トン/時の流量の、水の供給。

【0099】

プレス酒液(10)を、前処理爆砕反応器(9)のフィードスクリュウから抽出し、この実施例では、それを集めかつそこに再循環させることになる酒液調製タンク(3)にポンプでくみ上げる。それ故に、混合タンク(3)に、ここでは、水供給パイプ(1)、濃 $H_2SO_4$ 溶液を供給するためのパイプ(2)、および再循環させられるプレス酒液(10)を運ぶ追加のパイプ(図示なし)によってフィードする。

10

【0100】

このようにして得られた前処理済み基質は、キシロース(SC基準)の15.9%の含有率のフリーのキシロースと、キシロース(SC基準)の形態で表されて21.8%の含有率の潜在的キシロース(モノマー、オリゴマーおよびポリマー)とを有している。

【0101】

前処理済みの基質を、次いで、同時の酵素加水分解および発酵のために反応器(16)に送る。所望の操作条件を達成するために、酵素カクテルの流れ、酵母の流れおよび水の流れを、基質に、4.85トン/時の全体について加える。酵素カクテルを、真菌類トリコデルマ・リーゼイによって作製した。用いられた酵母は、サッカロマイセス・セレビシエのタイプの酵母であって、キシロースを消費するように遺伝的に改変されたものである。反応の終わりに、媒体は、エタノールを47g/kgの濃度で含有している。ワイン(19)を、分離ユニット(20)送る。分離ユニット(20)は、蒸留および脱水によって99.7重量%の濃度のエタノールの流れを得ることを可能にする。このエタノール流れが有する流量は、0.552トン/時である。

20

【0102】

浸透反応器の底部への追加の酒液の注入は、わらタイプのバイオマスにも有効である。

【図面の簡単な説明】

【0103】

【図1】従来技術による酒液をバイオマスに浸透させるための機器の略図である。

【図2】本発明において用いられる浸透の機器および方法のブロック図のタイプの梗概図である。

30

【図3】バイオマスのエタノールへの連続的転化までの図2において示されるようなバイオマスの浸透からの完全な機器および方法のブロック図のタイプの梗概図である。

40

50

【図面】

【図 1】

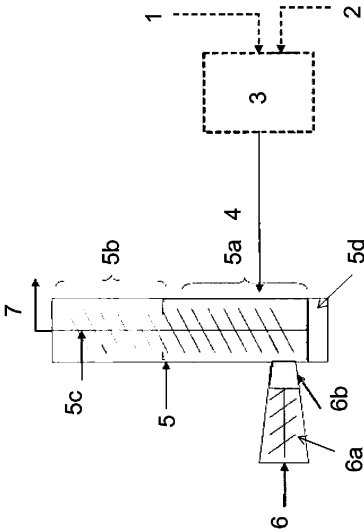


Figure 1

【図 2】

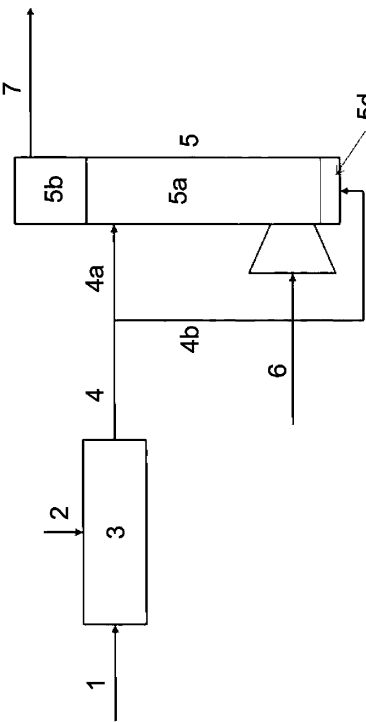


Figure 2

【図 3】

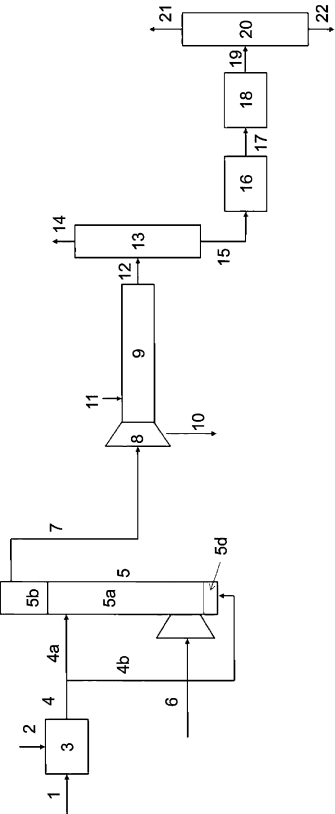


Figure 3

10

20

30

40

50

## フロントページの続き

(51)国際特許分類

F I  
C 1 2 P 19/04 Z

フランス国 ポマクル ルート ドゥ バザンクール

(74)代理人 100106091

弁理士 松村 直都

(74)代理人

渡邊 彰

(74)代理人 100199369

弁理士 玉井 尚之

(72)発明者 アヤマール カロリーヌ

フランス国 リヨン リュ ドゥ マルセイユ 0 0 7 3

(72)発明者 ペロッタ ラリッサ

フランス国 リヨン リュ デュ ジェネラル ドゥ メリベル 0 0 1 0

審査官 坂崎 恵美子

(56)参考文献 特開昭 5 3 - 1 2 4 6 3 2 ( J P , A )

国際公開第 2 0 1 7 / 1 3 6 9 1 5 ( W O , A 1 )

国際公開第 2 0 1 7 / 0 8 8 0 6 1 ( W O , A 1 )

国際公開第 2 0 1 3 / 1 4 1 7 7 6 ( W O , A 1 )

米国特許第 0 4 5 9 9 1 3 8 ( U S , A )

米国特許出願公開第 2 0 1 1 / 0 2 8 1 2 9 8 ( U S , A 1 )

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

C 1 2 M 1 / 0 0

C 1 2 P 7 / 0 6

C 0 8 H 8 / 0 0

C 1 2 P 1 9 / 0 4

D 2 1 C 1 / 0 0

J S T P l u s / J M E D P l u s / J S T 7 5 8 0 ( J D r e a m I I I )

C A p l u s / M E D L I N E / E M B A S E / B I O S I S ( S T N )