

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

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
12 novembre 2020 (12.11.2020)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2020/225505 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C10B 53/02 (2006.01) C10L 5/44 (2006.01)
C10L 9/08 (2006.01)

(72) Inventeurs : **DESPRES, Jean-Luc** ; 6 rue Arnoult Quenardel, 51360 VERZENAY (FR). **HABAS, Thomas** ; 55 rue Albert, 75013 PARIS (FR). **QUINTERO-MARQUEZ, Adriana** ; 1bis rue de Verdun, 78110 LE VESINET (FR). **MARTEL, Frédéric** ; 14 rue Chabaud, 51100 REIMS (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2020/050730

(22) Date de dépôt international :
30 avril 2020 (30.04.2020)

(74) Mandataire : **BREESE, Pierre** ; IP TRUST, 2 rue de Clichy, 75009 Paris (FR).

(25) Langue de dépôt : français

(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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,

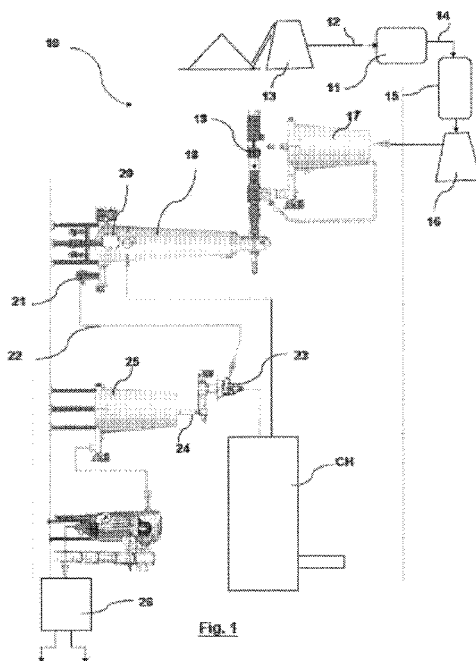
(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
FR1904682 03 mai 2019 (03.05.2019) FR

(71) Déposant : **EUROPEENNE DE BIOMASSE** [FR/FR] ;
12 rue de la Chaussée d'Antin, 75009 PARIS (FR).

(54) Title: STEAM CRACKING CONTROL FOR IMPROVING THE PCI OF BLACK GRANULES

(54) Titre : CONTROLE DU VAPOCRAQUAGE EN VUE D'AMELIORER LE PCI DES GRANULES NOIRS



(57) Abstract: The present invention relates to a method for continuously preparing a pulverulent material having a calorific power greater than the calorific power of the initial biomass, comprising a steam cracking step, characterized in that the initial biomass consists of elements having a grain size distribution of between P25 and P100, having a humidity of less than 27%, directly subjected to a steam cracking treatment.

(57) Abrégé : La présente invention se rapport à un procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent présentant un pouvoir calorifique supérieur au pouvoir calorifique de la biomasse initiale comportant une étape de vapocraquage caractérisé en ce que la biomasse initiale est constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P25 et P100, présentant une humidité inférieure à 27%, directement soumis à un traitement de vapocraquage.



WO 2020/225505 A1

PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (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))
- avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues (règle 48.2(h))

**CONTROLE DU VAPOCRAQUAGE EN VUE D'AMELIORER LE PCI DES
GRANULES NOIRS**

La présente invention concerne le domaine de la valorisation de
5 biomasse lignocellulosique, notamment pour la production de
combustibles de type « granulés noirs » (« black pellets » en
anglais) à haut pouvoir calorifique.

Domaine technique

10

La transformation de biomasse lignocellulosique (bois, résidus
agricoles, coproduits de l'agriculture et de l'agro-industrie)
en un composé dense énergétiquement, transportable et facilement
stockable permettrait de développer et consolider une filière
15 industrielle d'énergie stationnaire (biocombustible utilisé en
un point fixe, le foyer, contrairement aux biocarburants) et de
réduire les impacts environnementaux (émission CO2 fossile, avec
une biomasse sans fertilisants ni phytosanitaires).

Les granulés noirs sont des cylindres résistant à la dégradation
20 par l'humidité de 1 à 3 cm de long présentant une bonne
résistance mécanique permettant un stockage et une manipulation
semblable à celle du charbon. Sa combustion génère peu de
cendres, avec un pouvoir calorifique inférieur (PCI) proche de
de 18 à 20 à joules/gramme de matière sèche.

25 Les granulés noirs sont produits à partir de biomasse
lignocellulosique soumise à un traitement thermique, suivi d'une
dépressurisation brutale qui permet de fournir un matériau à
l'épreuve de l'eau pour la production de granulés ou de
briquettes. La matière première est en fait explosée à la vapeur,
30 ce qui libère des particules plus fines, permettant au matériau

d'avoir une cohésion forte lors de la phase d'agrégation ou de moulage.

Le vapocraquage diffère d'un prétraitement hydrothermique, aussi appelé fractionnement aqueux, solvololyse, hydrothermolyse ou traitement hydrothermique, en ce que ce dernier consiste à
5 utiliser de l'eau à haute température et à haute pression afin de promouvoir la désintégration et la séparation de la matrice lignocellulosique. Cette technique n'est pas adaptée à la production de granulés noirs puisque les produits obtenus sont
10 majoritairement liquides.

Le prétraitement hydrothermique aussi appelé fractionnement aqueux, solvololyse, hydrothermolyse ou traitement hydrothermique est un procédé de prétraitement à l'eau chaude liquide utilisant
15 de l'eau à haute température et haute pression afin de promouvoir la désintégration et la séparation de la matrice lignocellulosique.

Le vapocraquage ne peut être assimilé à une des méthodes de prétraitement hydrothermique en ce qu'il emploie une pénétration de vapeur suivit d'une décompression explosive. L'invention
20 décrite dans la demande de brevet citée en référence utilise le système de vapocraquage dans la réalisation de ce procédé sans évoquer de système de prétraitement hydrothermique.

Etat de la technique

25

On connaît dans l'état de la technique le brevet européen EP2373767B1 décrivant un procédé de fabrication discontinu de granulés noirs à partir d'un matériau contenant de la lignine.

Ce procédé comprend les étapes consistant à :

(a) faire passer le matériau contenant de la lignine ayant une teneur en humidité relative de 0 à 20 % en poids dans un réacteur ;

5 (b) chauffer le matériau contenant de la lignine à 180 à 235 °C en injectant de la vapeur dans le réacteur ;

(c) maintenir le matériau dans le réacteur à la température atteinte pendant 1 à 12 minutes afin de ramollir le matériau et de libérer de la lignine ;

10 (d) réduire la pression dans le réacteur en au moins une étape ; et

(e) former le matériau traité pour former des pastilles ou des briquettes.

Le matériau contenant de la lignine est un matériau lignocellulosique, un matériau comprenant du bois, du bambou, 15 de la bagasse, de la paille ou de l'herbe, sous forme de copeaux d'une longueur de 25 mm. La dernière réduction de pression du réacteur a lieu de manière soudaine par explosion de vapeur de sorte que le matériau soit défibré.

Il a autrement été proposé le brevet américain US2016/251611A1 20 décrivant un procédé de croissance d'un organisme microbien comprenant une étape traitement thermique par vapocraquage d'une biomasse initiale ligno-cellulosique. Le traitement thermique par vapocraquage comprend les étapes suivantes :

25 (a) La biomasse initiale subit un prétraitement hydrothermal en soumettant le matériau cellulosique à au moins une opération de trempage,

(b) puis le matériau cellulosique est transporté à travers au moins un réacteur sous pression. La matière cellulosique est alors chauffée à une température comprise entre 170 et 30 230 °.

Il est également connu par l'art antérieur les brevets américains US2016/153010A1 et US2012/006320A1 décrivant des procédés de conversions de la biomasse lignocellulosique en éthanol et autres produits sur la base d'un prétraitement hydrothermal continu suivi d'une hydrolyse enzymatique, d'une fermentation et d'une récupération d'éthanol. Les procédés décrivent une étape de vapocraquage comprenant:

(a) la mise en contact de la charge d'alimentation de biomasse ligno-cellulosique imprégnée d'acide avec H₂O à température entre 140 et 230°C et pression entre 75 psig à environ 250 psig pour une durée de 1 à environ 15 minutes dans une zone de contact pour produire une charge traitée à la vapeur;

(b) puis la soumission de la charge traitée à la vapeur dans une zone de dépressurisation pour produire une fraction volatilisée de la charge traitée à la vapeur pour une durée de 2 à environ 30 minutes;

(c) enfin libérer au moins une partie de la fraction volatilisée de la zone de dépressurisation pour permettre le contrôle de la température et la pression dans la zone de dépressurisation.

Inconvénients de l'art antérieur

Les solutions de l'art antérieur pour produire des granulés noirs (black pellet en anglais) sont prometteuses. Toutefois, elles présentent des limites, notamment la quantité d'énergie apportée par volume de granulé, qui bien que supérieure à la biomasse sous forme de plaquettes ou au granulé blanc ou white pellet, est encore inférieure de 30 à 40% au charbon pour le même volume ou poids.

Par ailleurs, les solutions de l'art antérieur proposent des procédés discontinus, en « batch », par des traitements

séquentiels de volumes de biomasse, limitant les effets immédiats d'un contrôle des conditions de vapocraquage.

Enfin, les solutions de l'art antérieur proposent des applications différentes pour les procédés décrit tel que : un
5 procédé de croissance d'un organisme microbien ou des procédés de conversion de la biomasse en éthanol. Elles ne présentent pas d'application pour la production de combustibles de type « granulés noirs ».

Solution apportée par l'invention

10 Afin de remédier à ces inconvénients, la présente invention concerne selon son acception la plus générale un procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent présentant un pouvoir calorifique supérieur au pouvoir calorifique de la
15 biomasse initiale comportant une étape de vapocraquage caractérisé en ce que la biomasse initiale est constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P16 et P100, présentant une humidité inférieure à 27%, directement soumis à un traitement de vapocraquage. Dans un mode de réalisation
20 particulier, la biomasse initiale est constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P25 et P100.

Ainsi, l'invention concerne un procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent présentant un pouvoir calorifique supérieur au pouvoir calorifique de la biomasse initiale
25 comportant une étape de vapocraquage caractérisé en ce que la biomasse initiale est constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P16 et P100, présentant une humidité inférieure à 27%, directement soumis à un traitement de vapocraquage.

Selon une variante, le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est supérieur à 3,7 et inférieur à 4,2.

Selon une autre variante, le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est piloté en fonction du taux de carbone dans un échantillon de biomasse vapocraquée.

Selon une autre variante, le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est piloté en fonction du taux de carbone dans les effluents gazeux.

De préférence, le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est piloté en fonction du taux de carbone d'un échantillon de biomasse vapocraquée.

Selon un mode de mise en œuvre particulier, la sévérité de l'étape de vapocraquage est pilotée par le signal généré par un capteur de pH.

Selon une variante, le pH est ajusté par ajout de chaux, de dioxyde de carbone, ou de formes dissociées de dioxyde de carbone.

L'invention concerne également l'application du procédé de préparation d'un matériau pulvérulent selon l'invention pour la préparation de combustibles granulés.

L'invention concerne aussi une installation de vapocraquage pour la mise en œuvre de ce procédé.

Description détaillée d'un exemple non limitatif de
l'invention

La présente invention sera mieux comprise à la lecture de la description détaillée d'un exemple non limitatif de l'invention qui suit, où la figure unique représente une vue schématique d'une installation de production en continu selon l'invention.

Description d'un exemple de réalisation de l'installation

La figure 1 est un exemple de mode de réalisation d'une installation 10 de vapocraquage, notamment pour la fabrication d'une matière combustible selon l'invention à partir de biomasse hachée pour présenter une granulométrie comprise entre P16 et 5 P100. Dans un mode de réalisation préféré, la biomasse présentera une granulométrie comprise entre P20 et P100, voire entre P25 et P100.

La figure 2 est un tableau représentant les caractéristiques des 10 différentes classes de granulométrie en fonction de la nature des éléments qui composant la matière.

L'installation de vapocraquage est alimentée par de la biomasse constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P16 et P100, présentant une humidité inférieure à 27%.

15 La granulométrie est définie par la taille des particules de la fraction principale (P) et la taille de particules définissant la fraction grossière (G). On considère que les particules de moins d'un millimètre appartiennent à la fraction fine. La fraction principale P doit représenter au moins 80 % en masse 20 du combustible.

En fonction de la taille et du pourcentage des éléments constituant la fraction principale (P), de la fraction grossière (G) et de la fraction fine, la granulométrie des éléments de la biomasse est définie en fonction de classe de 25 référence. Ces dernières sont préétablies par le Comité européen de normalisation (CEN/TS 14961) dans le document de la spécification technique (CEN / TS), qui sert de document normatif dans les domaines où l'état actuel de la technique n'est pas encore suffisamment stable pour une norme européenne.

30 Le CEN/TS précise également que 80% (en masse) du combustible doit passer entre les mailles d'un tamis correspondant à la

classe de granulométrie et être retenue dans le tamis correspondant à une granulométrie de 3,15 mm. La fraction grossière G ne doit pas représenter plus de 1 % en masse. La fraction fine ne doit pas dépasser 5 % en masse.

- 5 - P16 correspond à une granulométrie avec $3.15 \text{ mm} \leq P \leq 16 \text{ mm}$, et $G > 45 \text{ mm}$
- P25 correspond à une granulométrie avec $3.15 \text{ mm} \leq P \leq 25 \text{ mm}$, et $G > 63 \text{ mm}$
- P100 correspond à une granulométrie avec $3.15 \text{ mm} \leq P \leq$
10 100 mm , et $G > 200 \text{ mm}$

On peut déterminer la granulométrie d'un échantillon de plaquettes à l'aide d'un système de tamis oscillants, un tamis rotatif ou un système de mesure par imagerie.

La biomasse fait l'objet d'un déchiquetage avec des outils
15 tranchants (couteaux de broyeurs), et est directement soumise à un traitement de vapocraquage sans humidification ou autre traitement.

Le traitement thermique de la biomasse est réalisé avec de la vapeur légèrement saturée à une température comprise entre 195°C
20 et 215 °C. Le temps de traitement s'établit entre 5 et 30 minutes.

Le Facteur de Sévérité du traitement est défini par la formule :
25 $FS = \text{Log}_{10}(\text{temps (min)} * \exp((T^{\circ}\text{C} - 100) / 14.75))$ Plus la température est élevée et plus la durée de traitement est longue, plus la sévérité augmente et plus on constate de transformation dans le produit.

Le Pouvoir Calorifique Inferieur sur sec a augmenté en moyenne de 0,7 joules par gramme avec une variation de 0,25 à 2 joules par gramme en fonction de la sévérité du traitement thermique,
30 en partant de 17 à 19 joules par gramme sec de bois initial, soit entre 2 et 12% de gain de PCI, autour de 4 % en moyenne.

Suivant la sévérité du traitement thermique, les pertes matières se sont élevées de quelques % à 24%.

Plus la sévérité est élevée, plus la perte est importante et plus le gain de Pouvoir Calorifique Inferieur est fort. Lors du vapocraquage, ce sont essentiellement les hémicelluloses qui sont attaquées. Les principales matières volatiles solubles générées sont le furfural, l'acide acétique et l'acide formique. Ces matières volatiles solubles se retrouvent dans la vapeur sortante (« évaporats »). Suivant le type d'essence expérimenté la nature des condensats varie. Ainsi pour le chêne, c'est le furfural qui est plus important (jusqu'à 60% des COV) alors que pour le pin, c'est l'acide acétique qui est majoritaire (jusqu'à 50% des COV).

Description de l'installation

Cette installation (10) comprend un broyeur à marteaux (11) alimenté en biomasse à l'aide d'une vis sans fin (12). Un séparateur élimine les éléments hors dimensions avant que les plaquettes n'entrent dans le broyeur (11). Dans ce broyeur humide (11), la biomasse est broyée sous la forme de fragments de granulométrie comprise entre P25 et P100.

Le remplissage du silo (13) est assuré par une chargeuse à godet qui prélève la biomasse dans des tas formés sur des zones de stockage au sol. La biomasse se déverse en sortie du broyeur (11) sur un tapis convoyeur (14), équipé d'une bande peseuse, qui les transporte vers la trémie d'alimentation d'un sécheur à air chaud (15).

Un capteur d'humidité contrôle en continu la teneur en humidité la biomasse. Les fragments biomasse sont extraits du silo (16) par une vis planétaire et déposé sur un tapis convoyeur qui les transporte jusqu'à un silo d'alimentation (17) d'un réacteur

(18) permettant de traiter 15 tonnes par heure de biomasse en continu.

Le réacteur (18) est un réacteur sous pression dans lequel on injecte de la vapeur d'eau surchauffée dont la pression est de 18 bars et la température est de 250°C par sa partie inférieure. Ce réacteur orienté verticalement est de forme conique afin d'éviter la formation de bouchons. Le flux de vapeur est extrait hors du réacteur au niveau de la partie supérieure du réacteur. En sortie du réacteur, la vapeur est renvoyée vers la chaudière CH dans laquelle elle a été produite.

On notera que dans le réacteur (18) la température de la vapeur est de 203°C et la pression de 16,7 bars. Le silo (17) est en forme d'une ellipsoïde tronquée, afin de faciliter l'écoulement des fragments de biomasse.

Par ailleurs, dans le silo (17), un racleur rotatif permet de pousser les fragments de biomasse vers une vis sans fin d'extraction (19). Cette vis sans fin (19) conique, dont la section s'amenuise à mesure que la vis pénètre dans le réacteur (18), prélève en continu une quantité prédéterminée de fragments de biomasse dans le silo (17), la pré-comprime et la pousse dans le réacteur (18) sous pression au travers d'un orifice de passage de la vis. Les dimensions de l'orifice conique et de la vis ont été sélectionnées l'une par rapport à l'autre de façon à minimiser la perte de pression dans le réacteur et expulser l'air contenu dans les fragments de biomasse.

On notera que l'effort de compression exercée par la vis sur les fragments de biomasse permet avantageusement d'expulser une partie de l'eau résiduelle présente dans les fragments de biomasse.

A l'extrémité de la vis (19), les fragments de biomasse compactés forment un bloc compact qui se disperse dans le réacteur sous l'effet du flux de vapeur. Les fragments de biomasse dispersés

tombent alors par gravité dans le réacteur en étant réchauffés par le flux de vapeur et se déposent sur les fragments qui se sont accumulés avant eux sur le fond du réacteur, où ils continuent à être réchauffés par le flux de vapeur. Il convient de noter que dans le réacteur (18) le temps de rétention des fragments de biomasse est contrôlé en fonction du niveau des fragments de biomasse qui se sont accumulés sur le fond du réacteur. Dans ce mode de réalisation particulier de l'invention, il est fixé à 7 minutes, ce qui correspond à un facteur de sévérité de 3,8. Sur le fond du réacteur (18), un racleur monté pivotant sur un axe vertical (non représenté sur la figure 1) repousse les fragments de biomasse vers une vis sans fin (20) permettant d'extraire des fragments de biomasse du réacteur (18).

Cette vis de décharge (20) pousse les fragments de biomasse hors du réacteur vers une vanne (21) à ouverture contrôlée. L'ouverture de cette vanne est ajustée en permanence afin de contrôler le débit de fragments de biomasse extraits du réacteur en continu. Sous la poussée de la vapeur présente dans le réacteur et/ou de la vis (20), des fragments de biomasse sont expulsés en continu au travers des ouvertures des vannes (21), à très grande vitesse, dans une ligne de détente (22) et sont entraînés par le flux de vapeur sortant avec ces fragments de biomasse du réacteur dans la ligne de détente (22) jusqu'à une unité de séparation (23).

On notera que dans la ligne de détente la pression diminue progressivement jusqu'à atteindre une pression d'environ 1,1 bar au niveau du séparateur. Il se produit ainsi une décompression explosive des fragments de biomasse, du fait d'une re-vaporisation d'une partie de l'eau de condensation présente dans les fragments de biomasse. Cette expansion brutale de la vapeur d'eau entraîne l'apparition de forces de cisaillement dans

l'ensemble des fragments de biomasse, qui provoque l'éclatement mécanique de la structure de ce dernier.

Dans l'unité de séparation (23), le mélange de fragments de biomasse et de vapeur pénètre tangentiellement à une pale à rotation rapide. Sous l'effet de la force centrifuge générée par cette pale, les fragments de biomasse sont projetés dans un conduit de décharge (24), tandis que la vapeur est rejetée hors du séparateur au travers d'une soupape.

Dans une variante de ce mode de réalisation de l'invention, il peut être prévu de mettre en œuvre un cyclone mis sous pression pour séparer les fragments de biomasse de la vapeur résiduelle. On notera que la vapeur rejetée contient des matières volatiles qui pourront avantageusement être brûlés dans une chaudière.

Les fragments de biomasse projetés dans un conduit de décharge (24) se déversent dans un silo de stockage (25), en vue d'être transformés sous forme de pellets de diamètre sensiblement égal à 7 millimètres et de longueur moyenne égale à 22 millimètres dans une presse à granuler (26).

Ajustement des conditions de vapocraquage

Le fonctionnement en continu du vapocraqueur permet de réaliser un contrôle en temps réel des conditions opératoires et notamment :

- Du facteur de sévérité
- Du pH de la biomasse.

A cet effet, on peut procéder à une mesure des caractéristiques chimiques des effluents, ou des caractéristiques chimiques de prélèvements solubilisés de la biomasse vapocraquée.

Analyse en temps réel des effluents

La mesure en temps réel des caractéristiques chimiques des effluents permet d'évaluer les pertes en matière de la biomasse vapocraquée, se traduisant par une élévation du taux de carbone dans les effluents. Cette information peut être acquise en temps réel par une sonde infrarouge placée dans le conduit d'évacuation des effluents.

Le signal fournit en temps réel par la sonde est représentatif des variations de taux de carbone dans les effluents. Ce signal est exploité par un ordinateur pour modifier les paramètres du vapocraqueur, notamment le taux de sévérité, en fonction d'une fonction prédéterminée par les objectifs visés : par exemple maximisation du PCI.

La sonde permet aussi d'analyser les autres composés organiques, notamment oxygénés, et fournir une information cartographique des composés organiques des effluents en vue de piloter les paramètres de vapocraquage.

Analyse en temps réel de prélèvement de la biomasse vapocraquée

L'installation de vapocraquage peut aussi comporter un système de prélèvement en temps réel d'un échantillonnage de la biomasse vapocraquée, avec une solubilisation de ce prélèvement afin de recueillir des informations sur la composition chimique à l'aide d'une ou plusieurs sondes physico-chimique, par exemple une mesure du pH ou une mesure de la composition en composé organiques.

Ces informations sont ensuite exploitées par un ordinateur pour optimiser en temps réel et automatiquement les paramètres de l'installation de vapocraquage.

Application de granulation

Pour la production de combustibles granulés présentant si possible un degré d'humidité inférieur à 10%, l'humidité du produit final, avant granulation, doit être maîtrisée.

- 5 A cet effet, la biomasse initiale, avant vapocraquage, présente un taux d'humidité faible, notamment inférieur 14% et de préférence inférieur à 10%.

Alternativement, la biomasse initiale peut être vapocraquée avec un degré d'humidité supérieur à 14%, mais inférieur à 27%. Dans
10 ce cas, une étape de séchage de la biomasse vapocraquée est prévue en aval de l'installation de vapocraquage, avant ou après granulation.

Revendications

1 - Procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent présentant un pouvoir calorifique supérieur au pouvoir calorifique de la biomasse initiale comportant une étape de vapocraquage caractérisé en ce que la biomasse initiale est constituée d'éléments de classe de granulométrie compris entre P16 et P100, présentant une humidité inférieure à 27%, directement soumis à un traitement de vapocraquage.

10

2 - Procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent selon la revendication 1 caractérisé en ce que le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est supérieur à 3,7 et inférieur à 4,2.

15

3 - Procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage piloté en fonction du taux de carbone dans les effluents gazeux.

20

4 - Procédé de préparation d'un matériau pulvérulent selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est piloté en fonction du taux de carbone dans un échantillon de biomasse vapocraquée.

25

5 - Procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le facteur de sévérité de l'étape de vapocraquage est piloté en fonction du pH d'un échantillon de biomasse vapocraquée.

30

- 6 - Procédé de préparation en continu d'un matériau pulvérulent selon la revendication 1 ou 2 caractérisé en ce que le pH est ajusté par ajout de chaux, de dioxyde de carbone, ou de formes dissociées de dioxyde de carbone.
- 5 7 - Application du procédé, selon la revendication 1, comprenant une étape de granulation de la biomasse pour la préparation de combustibles granulés.

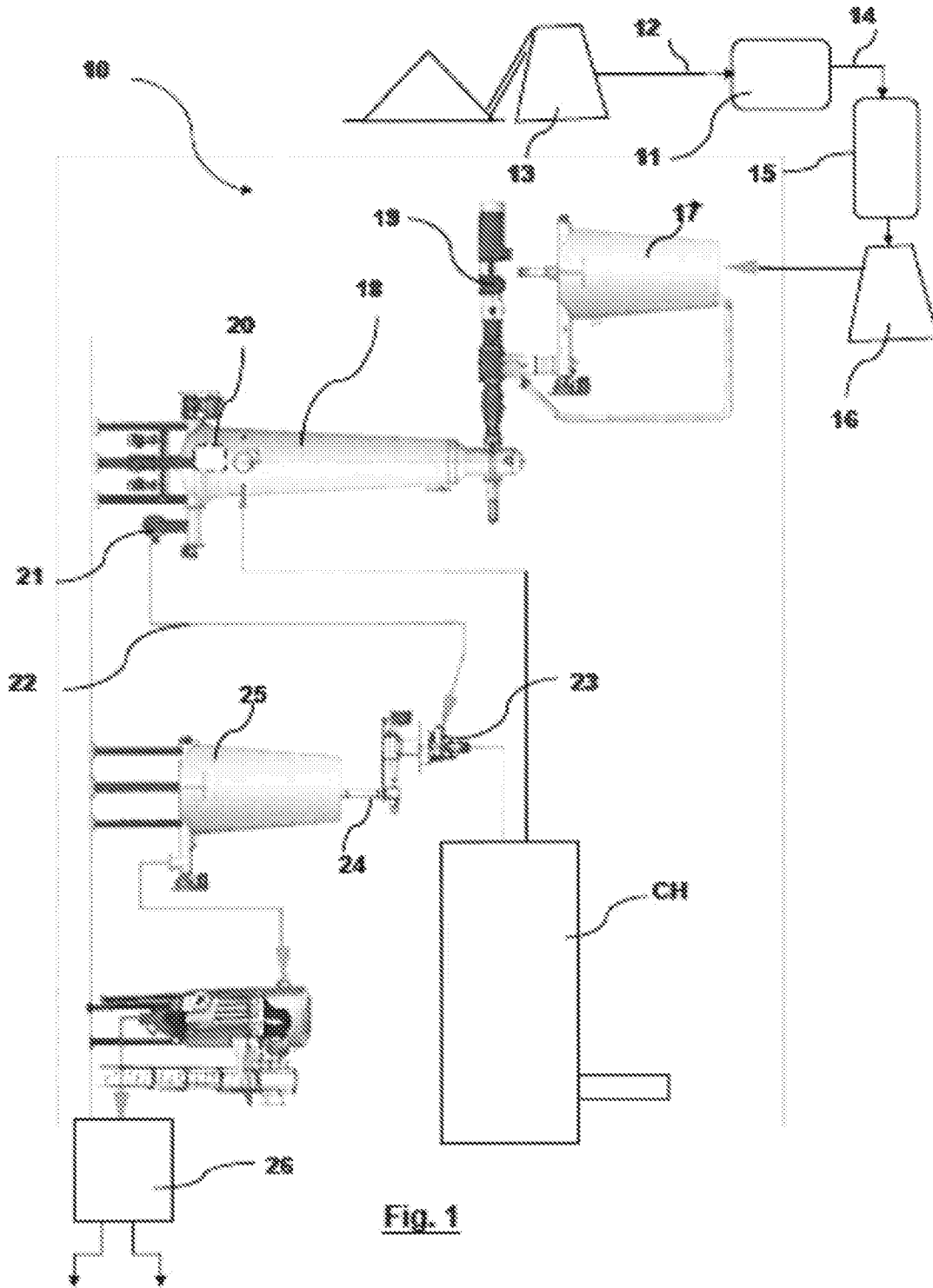


Fig. 1

	Fraction principale > 80 % du poids	Fines < 5 %	Fraction dont la granulométrie est supérieure à ... (la valeur ci-dessous) doit être < 1 %
P8 ⁷	$P < 8 \text{ mm}$	< 1 mm	< 45 mm
P16	$3,15 \text{ mm} \leq P \leq 16 \text{ mm}$	< 1 mm	> 45 mm, l'ensemble < 85 mm
P45	$3,15 \text{ mm} \leq P \leq 45 \text{ mm}$	< 1 mm	> 63 mm
P63	$3,15 \text{ mm} \leq P \leq 63 \text{ mm}$	< 1 mm	> 100 mm
P100	$3,15 \text{ mm} \leq P \leq 100 \text{ mm}$	< 1 mm	> 200 mm
P300	$3,15 \text{ mm} \leq P \leq 300 \text{ mm}$	< 1 mm	> 400 mm

Fig. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/FR2020/050730

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>C10B 53/02</i> (2006.01)i; <i>C10L 9/08</i> (2006.01)i; <i>C10L 5/44</i> (2006.01)i 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) C10B; C10L; D21H; D21C 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	US 2016251611 A1 (OTTONELLO PIERO [IT] ET AL) 01 September 2016 (2016-09-01) paragraphs [0066] - [0071], [0103] - [0112], [0165] - [0169] paragraphs [0079] - [0087], [0183], [0310]	1-7
X	US 2016153010 A1 (CHRISTENSEN BORGE HOLM [DK] ET AL) 02 June 2016 (2016-06-02) paragraphs [0058], [0059], [0108], [0162] - [0175], [0183]	1-7
X	US 2012006320 A1 (NGUYEN QUANG A [US]) 12 January 2012 (2012-01-12) paragraphs [0071] - [0073], [0075], [0139] - [0148]; claims 1-22; figures 1,1A	1,4-7
X	EP 2373767 A1 (ZILKHA BIOMASS FUELS LLC [US]) 12 October 2011 (2011-10-12) cited in the application paragraphs [0035], [0036], [0067] - [0073]; claims; figure 1	1,4-7
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
<p>* Special categories of cited documents:</p> <p>“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>“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)</p> <p>“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“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</p> <p>“&” document member of the same patent family</p>		
Date of the actual completion of the international search 01 September 2020		Date of mailing of the international search report 09 September 2020
Name and mailing address of the ISA/EP European Patent Office p.b. 5818, Patentlaan 2, 2280 HV Rijswijk Netherlands Telephone No. (+31-70)340-2040 Facsimile No. (+31-70)340-3016		Authorized officer Bertin, Séverine Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GEIR SKJEVRAK ET AL. "Pelletizing and Combustion Behaviors of Wood Waste with Additives Mixing" <i>POWER AND ENERGY ENGINEERING CONFERENCE (APPEEC), 2012 ASIA-PACIFIC, IEEE</i> , 27 March 2012 (2012-03-27), pages 1-5 DOI: 10.1109/APPEEC.2012.6306992 ISBN: 978-1-4577-0545-8. XP032239507 page 2, left-hand column, paragraph 3 - page 4, left-hand column, paragraph 2	1,6,7
A	WO 2016163877 A1 (DEMMEER JOHANNES JOZEF [DK]) 13 October 2016 (2016-10-13) abstract; claims; figure 1	1-7
A	HENDRIKS A T W M ET AL. "Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass" <i>BIORESOURCETECHNOLOGY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL</i> , Vol. 100, No. 1, 01 January 2009 (2009-01-01), pages 10-18, [retrieved on 2008-07-02] DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2008.05.027 ISSN: 0960-8524, XP025407559 the whole document	1-7

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2020/050730

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)				
US	2016251611	A1	01 September 2016	EP	3063265	A1	07 September 2016				
				US	2016251611	A1	01 September 2016				
				WO	2015062734	A1	07 May 2015				
<hr/>											
US	2016153010	A1	02 June 2016	AU	2006272198	A1	25 January 2007				
				BR	PI0613681	A2	13 July 2010				
				BR	PI0622271	A2	09 August 2011				
				BR	122014013416	B1	06 March 2018				
				CA	2615844	A1	25 January 2007				
				CA	2831082	A1	25 January 2007				
				CA	2959268	A1	25 January 2007				
				CN	101268121	A	17 September 2008				
				CN	101798584	A	11 August 2010				
				DK	1910448	T3	02 January 2017				
				EP	1910448	A2	16 April 2008				
				EP	2172568	A1	07 April 2010				
				EP	2520608	A1	07 November 2012				
				EP	2520609	A1	07 November 2012				
				EP	2657275	A1	30 October 2013				
				ES	2606281	T3	23 March 2017				
				HR	P20161565	T1	10 March 2017				
				MX	343301	B	01 November 2016				
				NZ	565629	A	30 June 2011				
				NZ	592233	A	31 August 2012				
				NZ	601075	A	31 January 2014				
				UA	100662	C2	25 January 2013				
				UA	114465	C2	26 June 2017				
				US	2010041119	A1	18 February 2010				
				US	2012138246	A1	07 June 2012				
				US	2013143263	A1	06 June 2013				
				US	2015232579	A1	20 August 2015				
				US	2016153010	A1	02 June 2016				
				WO	2007009463	A2	25 January 2007				
				ZA	200801439	B	26 November 2008				
				<hr/>							
				US	2012006320	A1	12 January 2012	BR	PI1009093	A2	01 March 2016
								CA	2755981	A1	10 March 2011
CN	102362029	A	22 February 2012								
CN	104673842	A	03 June 2015								
EP	2467532	A1	27 June 2012								
EP	2767633	A1	20 August 2014								
ES	2458554	T3	06 May 2014								
PL	2467532	T3	28 November 2014								
US	2011262984	A1	27 October 2011								
US	2012006320	A1	12 January 2012								
WO	2011028554	A1	10 March 2011								
<hr/>											
EP	2373767	A1	12 October 2011	AU	2009327630	A1	07 July 2011				
				BR	PI0923508	A2	26 January 2016				
				CA	2746998	A1	24 June 2010				
				CN	102245748	A	16 November 2011				
				CN	106929117	A	07 July 2017				
				EP	2373767	A1	12 October 2011				

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/FR2020/050730

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
		ES 2693144 T3	07 December 2018
		JP 6255325 B2	27 December 2017
		JP 2012512270 A	31 May 2012
		JP 2014237859 A	18 December 2014
		JP 2017075318 A	20 April 2017
		JP 2018059051 A	12 April 2018
		KR 20110094347 A	23 August 2011
		KR 20150023934 A	05 March 2015
		LT 2373767 T	10 December 2018
		NZ 593489 A	27 September 2013
		PL 2373767 T3	29 March 2019
		PT 2373767 T	09 November 2018
		RU 2011129312 A	20 January 2013
		TR 201815603 T4	21 November 2018
		US 2011302832 A1	15 December 2011
		US 2020157448 A1	21 May 2020
		WO 2010071440 A1	24 June 2010
		ZA 201104425 B	28 March 2012
<hr/>			
WO 2016163877 A1	13 October 2016	DK 3280785 T3	28 October 2019
		EP 3280785 A1	14 February 2018
		ES 2746294 T3	05 March 2020
		HR P20191714 T1	21 February 2020
		HU E048058 T2	28 May 2020
		LT 3280785 T	27 January 2020
		NL 1041265 A	12 October 2016
		PL 3280785 T3	10 August 2020
		PT 3280785 T	15 October 2019
		SI 3280785 T1	28 February 2020
		WO 2016163877 A1	13 October 2016
<hr/>			

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2020/050730

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. C10B53/02 C10L9/08 C10L5/44 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C10B C10L D21H D21C		
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		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 2016/251611 A1 (OTTONELLO PIERO [IT] ET AL) 1 septembre 2016 (2016-09-01) alinéas [0066] - [0071], [0103] - [0112], [0165] - [0169] alinéas [0079] - [0087], [0183], [0310]	1-7
X	US 2016/153010 A1 (CHRISTENSEN BORGE HOLM [DK] ET AL) 2 juin 2016 (2016-06-02) alinéas [0058], [0059], [0108], [0162] - [0175], [0183]	1-7
X	US 2012/006320 A1 (NGUYEN QUANG A [US]) 12 janvier 2012 (2012-01-12) alinéas [0071] - [0073], [0075], [0139] - [0148]; revendications 1-22; figures 1,1A	1,4-7
	----- -/--	
<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 1 septembre 2020		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 09/09/2020
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 Bertin, Séverine

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	EP 2 373 767 A1 (ZILKHA BIOMASS FUELS LLC [US]) 12 octobre 2011 (2011-10-12) cité dans la demande alinéas [0035], [0036], [0067] - [0073]; revendications; figure 1 -----	1,4-7
X	GEIR SKJEVRAK ET AL: "Pelletizing and Combustion Behaviors of Wood Waste with Additives Mixing", POWER AND ENERGY ENGINEERING CONFERENCE (APPEEC), 2012 ASIA-PACIFIC, IEEE, 27 mars 2012 (2012-03-27), pages 1-5, XP032239507, DOI: 10.1109/APPEEC.2012.6306992 ISBN: 978-1-4577-0545-8 page 2, colonne de gauche, alinéa 3 - page 4, colonne de gauche, alinéa 2 -----	1,6,7
A	WO 2016/163877 A1 (DEMMEER JOHANNES JOZEF [DK]) 13 octobre 2016 (2016-10-13) abrégé; revendications; figure 1 -----	1-7
A	HENDRIKS A T W M ET AL: "Pretreatments to enhance the digestibility of lignocellulosic biomass", BIORESOURCETECHNOLOGY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 100, no. 1, 1 janvier 2009 (2009-01-01), pages 10-18, XP025407559, ISSN: 0960-8524, DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2008.05.027 [extrait le 2008-07-02] le document en entier -----	1-7

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2020/050730

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 2016251611	A1	01-09-2016	EP	3063265 A1	07-09-2016
			US	2016251611 A1	01-09-2016
			WO	2015062734 A1	07-05-2015

US 2016153010	A1	02-06-2016	AU	2006272198 A1	25-01-2007
			BR	PI0613681 A2	13-07-2010
			BR	PI0622271 A2	09-08-2011
			BR	122014013416 B1	06-03-2018
			CA	2615844 A1	25-01-2007
			CA	2831082 A1	25-01-2007
			CA	2959268 A1	25-01-2007
			CN	101268121 A	17-09-2008
			CN	101798584 A	11-08-2010
			DK	1910448 T3	02-01-2017
			EP	1910448 A2	16-04-2008
			EP	2172568 A1	07-04-2010
			EP	2520608 A1	07-11-2012
			EP	2520609 A1	07-11-2012
			EP	2657275 A1	30-10-2013
			ES	2606281 T3	23-03-2017
			HR	P20161565 T1	10-03-2017
			MX	343301 B	01-11-2016
			NZ	565629 A	30-06-2011
			NZ	592233 A	31-08-2012
			NZ	601075 A	31-01-2014
			UA	100662 C2	25-01-2013
			UA	114465 C2	26-06-2017
			US	2010041119 A1	18-02-2010
			US	2012138246 A1	07-06-2012
			US	2013143263 A1	06-06-2013
			US	2015232579 A1	20-08-2015
			US	2016153010 A1	02-06-2016
			WO	2007009463 A2	25-01-2007
ZA	200801439 B	26-11-2008			

US 2012006320	A1	12-01-2012	BR	PI1009093 A2	01-03-2016
			CA	2755981 A1	10-03-2011
			CN	102362029 A	22-02-2012
			CN	104673842 A	03-06-2015
			EP	2467532 A1	27-06-2012
			EP	2767633 A1	20-08-2014
			ES	2458554 T3	06-05-2014
			PL	2467532 T3	28-11-2014
			US	2011262984 A1	27-10-2011
			US	2012006320 A1	12-01-2012
			WO	2011028554 A1	10-03-2011

EP 2373767	A1	12-10-2011	AU	2009327630 A1	07-07-2011
			BR	PI0923508 A2	26-01-2016
			CA	2746998 A1	24-06-2010
			CN	102245748 A	16-11-2011
			CN	106929117 A	07-07-2017
			EP	2373767 A1	12-10-2011
			ES	2693144 T3	07-12-2018
			JP	6255325 B2	27-12-2017
			JP	2012512270 A	31-05-2012
			JP	2014237859 A	18-12-2014
			JP	2017075318 A	20-04-2017

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2020/050730

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
		JP 2018059051 A	12-04-2018
		KR 20110094347 A	23-08-2011
		KR 20150023934 A	05-03-2015
		LT 2373767 T	10-12-2018
		NZ 593489 A	27-09-2013
		PL 2373767 T3	29-03-2019
		PT 2373767 T	09-11-2018
		RU 2011129312 A	20-01-2013
		TR 201815603 T4	21-11-2018
		US 2011302832 A1	15-12-2011
		US 2020157448 A1	21-05-2020
		WO 2010071440 A1	24-06-2010
		ZA 201104425 B	28-03-2012

WO 2016163877	A1	13-10-2016	
		DK 3280785 T3	28-10-2019
		EP 3280785 A1	14-02-2018
		ES 2746294 T3	05-03-2020
		HR P20191714 T1	21-02-2020
		HU E048058 T2	28-05-2020
		LT 3280785 T	27-01-2020
		NL 1041265 A	12-10-2016
		PL 3280785 T3	10-08-2020
		PT 3280785 T	15-10-2019
		SI 3280785 T1	28-02-2020
		WO 2016163877 A1	13-10-2016
