(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

COURBEVOIE

(11) **N° de publication :** ***3 146 906***

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) **N° d'enregistrement national :** **23 02759**

(51) Int Cl[8] : ***C 13 B 20/00*** *(2023.01), C 13 K 13/00, 1/02, C 07 H 3/02, C 12 P 19/02*

(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION A1

(22) **Date de dépôt :** 23.03.23.

(30) **Priorité :**

(43) **Date de mise à la disposition du public de la demande :** 27.09.24 Bulletin 24/39.

(56) **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire :** *Se reporter à la fin du présent fascicule*

(60) **Références à d'autres documents nationaux apparentés :**

◯ **Demande(s) d'extension :**

(71) **Demandeur(s) :** *IFP Energies nouvelles Etablissement public* — FR.

(72) **Inventeur(s) :** ARAGONES Matthieu, COUDERC Sophie et FERSCHNEIDER Gilles.

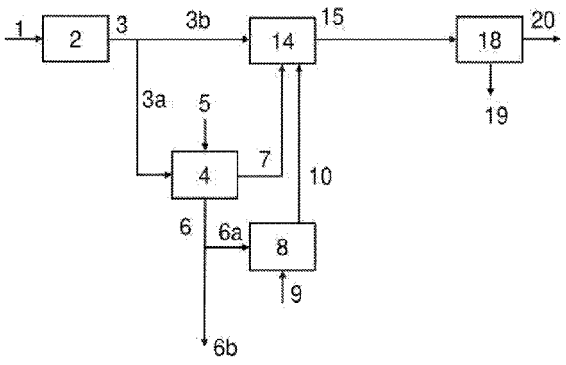
(73) **Titulaire(s) :** IFP Energies nouvelles Etablissement public.

(74) **Mandataire(s) :**

(54) Procédé de traitement d'un mélange en phase aqueuse de composés comprenant des sucres à 5 et 6 atomes de carbone.

(57) L'invention concerne un procédé de traitement d'un mélange M en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et des sucres C6 avec 6 carbones, lesdits sucres C5 et/ou lesdits sucres C6 étant pour partie sous forme monomérique et pour partie sous forme oligomérique, tel qu'on chauffe ledit mélange, en présence d'acide(s), à une température T d'au moins 60°C afin d'obtenir un mélange M' enrichi en sucres C5 sous forme monomérique et/ou en sucres C6 sous forme monomérique et appauvri en sucres C5 forme oligomérique et/ou en sucres C6 sous forme oligomérique.

Figure pour l'abrégé : Fig. 1



FR 3 146 906 - A1

Description

Titre de l'invention : Procédé de traitement d'un mélange en phase aqueuse de composés comprenant des sucres à 5 et 6 atomes de carbone.

Domaine technique

[0001] La présente invention concerne le traitement de jus sucrés, notamment ceux dits de seconde génération (2G), qu'on peut obtenir à partir de biomasse lignocellulosique.

Ces jus sucrés peuvent être utilisés pour produire d'autres produits par voie chimique ou biochimique (par exemple des alcools comme l'éthanol, le butanol, ou d'autres molécules, par exemple des solvants tels que l'acétone, des produits intermédiaires utilisés dans l'industrie chimique, etc…), notamment en tant que substituts de dérivés pétrochimiques. On parle alors de composés biosourcés.

Technique antérieure

[0002] La biomasse lignocellulosique représente une des ressources renouvelables les plus abondantes sur terre. Les substrats considérés sont très variés, ils concernent à la fois des substrats ligneux comme différents bois (feuillus et résineux), des coproduits issus de l'agriculture (pailles de blé, rafles de maïs, etc…) ou d'autres industries, comme l'industrie agroalimentaire, papetière, etc…

[0003] Différents types de procédés existent pour convertir la biomasse lignocellulosique en jus sucrés selon le type de biomasse. S'il s'agit de plantes saccharifères (la betterave sucrière, la canne à sucre), de plantes amylacées (le maïs et le blé), on obtient des jus sucrés dits de première génération (1G), par exemple par des opérations d'extraction.

[0004] S'il s'agit de biomasse de type résidus agricoles, forestiers, papetiers, on obtient des jus sucrés dits de seconde génération (2G) par un procédé de transformation bio-chimique qui comprend généralement une étape de prétraitement et une étape d'hydrolyse enzymatique par un cocktail enzymatique. Le prétraitement comporte le plus souvent une étape d'imprégnation par une liqueur, notamment acide ou basique ou oxydante, puis une cuisson de la biomasse imprégnée qui est éventuellement ac-compagnée d'une explosion à la vapeur.

Les jus sucrés issus de l'hydrolyse peuvent ensuite être ensuite traités, par exemple par fermentation pour les convertir en alcool, et le procédé de conversion comprend également des étapes de séparation et/ou de purification.

[0005] Ces jus sucrés peuvent également provenir d'un mélange de jus sucrés provenant de différents types de biomasse.

[0006] La biomasse lignocellulosique est composée de trois principaux polymères : la cellulose (35 à 50% poids), qui est un polysaccharide essentiellement constitué

d'hexoses ; l'hémicellulose (20 à 30% poids), qui est un polysaccharide le plus souvent essentiellement constitué de pentoses ; et la lignine (15 à 25% poids), qui est un polymère de structure complexe et de haut poids moléculaire, composé d'alcools aromatiques reliés par des liaisons éther. Ces différentes molécules sont responsables des propriétés intrinsèques de la paroi végétale et s'organisent en un enchevêtrement complexe.

Parmi les trois polymères de base qui intègrent la biomasse lignocellulosique, la cellulose et l'hémicellulose sont ceux qui permettent la production de jus sucrés 2G.

[0007] Le plus souvent, l'hémicellulose est majoritairement décomposée en sucres durant le prétraitement, et la cellulose est convertie en glucose par l'hydrolyse enzymatique. Toutefois, l'accès à la cellulose brute reste difficilement accessible aux enzymes, d'où la nécessité du prétraitement mentionné plus haut. Ce prétraitement permet de modifier les propriétés physico-chimiques de la biomasse lignocellulosique afin d'améliorer l'accessibilité de la cellulose aux enzymes et sa réactivité à l'hydrolyse enzymatique.

[0008] De nombreuses technologies intéressant l'invention pour réaliser ce prétraitement existent, qui seront ci-après regroupées sous le terme générique de « cuisson » : cuissons acides, cuissons alcalines, cuisson par auto-hydrolyse, explosion à la vapeur, procédés dits « organosolv pulping » selon le terme anglais connu (ou traitement avec organo-solvant en français). Ce dernier procédé concerne un prétraitement en présence d'un ou plusieurs solvants organiques et généralement d'eau. Le solvant peut être un alcool (éthanol), un acide type acide acétique, acide formique, ou encore l'acétone.

[0009] Différentes configurations sont reportées par exemple dans le document «Production of bioethanol from lignocellulosic materials via the biochemical pathway: A review », M. Balat, Energy Conversion and Management 52 (2011) 858–875, ou encore dans le document « Bioethanol production from agricultural wastes : an overview », N. Sarkar, S. Kumar Ghosh, S. Bannerjee, K. Aikat, Renewable Energy 37 (2012) 19-27.

[0010] Un des prétraitements le plus efficace est l'explosion à la vapeur, notamment en condition acide, qui permet une hydrolyse presque totale de l'hémicellulose et une amélioration importante de l'accessibilité et de la réactivité de la cellulose aux enzymes. Ce prétraitement peut être précédé d'autre(s) traitement(s).

[0011] Ainsi, le prétraitement peut généralement comporter trois étapes qui sont la préparation de liqueur, l'imprégnation de la biomasse par cette liqueur et le prétraitement de la biomasse imprégnée, par exemple par cuisson éventuellement couplée à une explosion à la vapeur : Le brevet FR 3 075 203 décrit un procédé avec imprégnation de la biomasse avec une liqueur acide, puis cuisson et explosion à la vapeur de la biomasse imprégnée, avec un ajustement de l'acidité de la liqueur acide et un recyclage de celle-ci. Le brevet FR 3 075 201 décrit également un procédé de prétraitement de la biomasse par imprégnation acide puis explosion à la vapeur, avec en outre un lavage

des moyens d'alimentation des réacteurs et recyclage des eaux de lavage dans le procédé.

[0012] On peut ensuite opérer, sur la biomasse prétraitée, une séparation solide/liquide, de façon à récupérer une fraction liquide qui est un jus sucré en phase aqueuse, et une fraction solide, qui est un marc prétraité appelé aussi gâteau. Le brevet FR 3 083 126 décrit ainsi une opération de séparation liquide/solide sur la biomasse prétraitée obtenue à l'issue de l'étape de prétraitement ou à l'issue d'une étape additionnelle de ladite biomasse prétraitée, cette étape de séparation comprenant deux sous-étapes successives :

- une sous-étape amont de contactage b1 du mélange solide/liquide mise en œuvre par un mélangeur en continu utilisant un fluide de mélange,
- et une sous-étape aval b2 d'extraction/lavage mise en œuvre par un filtre en continu, notamment de type filtre à bandes, utilisant un fluide de lavage, pour obtenir une phase solide enrichie en solide et une pluralité de phases liquides enrichies en liquide, avec un fonctionnement du filtre de préférence en contre-courant entre la circulation du mélange solide/liquide à séparer et le fluide d'extraction/lavage, et un recyclage au moins partiel d'une phase liquide extraite du filtre à bandes en entrée du mélangeur en tant que fluide de mélange.

[0013] Les jus sucrés ainsi obtenus à partir de biomasse lignocellulosique, notamment après son prétraitement ou après l'hydrolyse enzymatique dans le cas des sucres dits 2G, se présentent sous forme d'un mélange de sucres en phase aqueuse, où l'on trouve des sucres dits C5 (c'est-à-dire à 5 carbones), comme le xylose et l'arabinose, et des sucres dits C6 (c'est-à-dire à 6 carbones), comme le glucose, le mannose et le galactose.

[0014] Notamment dans le cas de jus sucrés de type 2G issus du prétraitement de la biomasse lignocellulosique, on observe pour la majorité des biomasses lignocellulosiques, dans le jus sucré, une proportion de sucres en C5 supérieure à celle des sucres en C6. Par jus sucré, on entend que des sucres sont libérés par un traitement opéré sur la biomasse, notamment un prétraitement au sens connu du terme dans le domaine de la conversion de biomasse, et qu'ils peuvent être solubilisés en mélangeant la biomasse prétraitée avec de l'eau par exemple.

[0015] Les sucres du jus sucré, comme vu plus haut, sont majoritairement, voire exclusivement, des sucres en C5 et en C6. De fait, ils peuvent se retrouver sous trois formes différentes :

- sous une forme polymérique, avec un degré de polymérisation élevé, supérieur à 6, c'est-à-dire qu'ils n'ont pas été convertis, ils sont insolubles dans l'eau, c'est le cas de la cellulose,
- sous une forme monomérique, ils sont solubles dans l'eau
- sous une forme oligomérique, c'est-à-dire que les sucres sont sous une forme po-

lymérique, mais avec un degré de polymérisation bas, entre 2 et 6, ils sont également solubles dans l'eau.

Cela signifie que, après prétraitement de la biomasse, et après avoir opéré une séparation solide/liquide de la biomasse ainsi traitée, la fraction liquide obtenue est un jus sucré avec des sucres sous forme monomérique et oligomérique, les sucres sous forme polymérique , insolubles, se retrouvant, eux, dans la fraction solide.

[0016] La proportion de sucres en C5 par rapport aux sucres en C6, et la proportion, pour chacun de ces types de sucres de la forme oligomérique par rapport à la forme monomérique sont variables, notamment selon la nature de la biomasse (paille, bois …), selon le type et la sévérité du prétraitement, selon les conditions de lavage quand il y a lavage etc… Mais dans la plupart des cas de figures, il y a bien dans les jus sucrés une teneur non négligeable, de sucres sous forme oligomérique.

[0017] Or la présence de ces sucres sous forme oligomérique peut s'avérer préjudiciable, quelle que soit l'application visée pour ces jus sucrés. En effet, quand on vise la conversion de ces jus sucrés en d'autres composés, que ce soit par conversion chimique ou biochimique (fermentation par exemple), les sucres sous forme monomérique sont plus réactifs que les sucres sous forme oligomérique. Et s'il existe des débouchés pour des jus sucrés tels quels, sans conversion ultérieure, ceux-ci doivent généralement respecter des spécifications de données, incluant une teneur en sucre monomérique élevée.

[0018] Il existe donc un besoin pour améliorer la qualité de ces jus sucrés, et notamment pour en augmenter la teneur en sucre(s)s sous forme monomérique ou en diminuer la teneur en sucre(s) sous forme oligomérique.

Résumé de l'invention

[0019] L'invention a tout d'abord pour objet un procédé de traitement d'un mélange initial M en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et des sucres C6 avec 6 carbones, lesdits sucres C5 et/ou lesdits sucres C6 étant pour partie sous forme monomérique et pour partie sous forme oligomérique. Ce procédé de traitement est tel qu'on chauffe ledit mélange, en présence d'acide(s), à une température T d'au moins 60°C afin d'obtenir un mélange M' traité enrichi en sucres C5 sous forme monomérique et/ou en sucres C6 sous forme monomérique et appauvri en sucres C5 forme oligomérique et/ou en sucres C6 sous forme oligomérique.

[0020] L'acide ou les acides présents peuvent provenir de la propre acidité du jus à traiter, notamment quand le jus est obtenu par un prétraitement acide de biomasse et/ou d'un ajout d'acide(s) dans le jus.

[0021] Au sens de l'invention, le terme de « mélange en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et des sucres C6 avec 6 carbones » pourra

aussi être désigné, par soucis de concision sous le terme de « jus sucré initial » ou « mélange initial M ».

Au sens de l'invention, le terme « mélange M' enrichi en sucres C5 sous forme monomérique et/ou en sucres C6 sous forme monomérique et appauvri en sucres C5 forme oligomérique et/ou en sucres C6 sous forme oligomérique» pourra aussi être désigné, par soucis de concision, sous le terme de « jus sucré traité » ou « mélange M' traité ».

Au sens de l'invention, on comprend par « appauvri » le fait que la concentration (ou la teneur) du sucre considéré dans le mélange diminue du fait du traitement et par « enrichi », a contrario, le fait que la concentration du sucre dans le mélange augmente du fait du traitement.

Au sens de l'invention, on comprend par « sucres » des sucres sous leur forme monomérique et sous forme oligomérique, sauf s'il en est spécifié autrement.

Au sens de l'invention, « jus » est équivalent à un mélange de composés en phase aqueuse : le jus est aqueux, et les sucres qu'il contient sont solubles dans l'eau.

[0022] Pour donner un ordre de grandeur, le jus sucré initial présente de préférence une concentration en sucres d'au moins 20 g/kg. Sa concentration peut ainsi être comprise entre 20 et 80 g/kg, notamment entre 30 et 70 g/kg , par exemple entre 40 et 60 g/kg. Et la teneur en matière sèche MS (définie plus loin) du jus sucré initial peut être typiquement comprise entre 2 et 20%, notamment entre 5 et 15%.

[0023] On voit donc que, de préférence, le traitement selon l'invention est opéré sur un jus sucré à basse teneur en matière sèche / avec une concentration en sucres peu élevée, même si l'invention peut aussi s'appliquer à des taux de matières sèche/ des concentrations plus élevées.

[0024] L'invention a donc mis au point un traitement qui va transformer au moins une partie des sucres sous forme oligomérique en sucres sous forme monomérique, par un traitement acide à chaud, qui va de fait provoquer une hydrolyse de tout ou partie des oligomères en monomères. Ce qui est très avantageux, c'est qu'on parvient ainsi à réduire/supprimer les composés indésirables, à savoir les sucres sous forme oligomérique, pour les convertir en sucres sous forme monomérique, qui sont les produits recherchés : il ne s'agit pas simplement de les retirer du jus sucré initial, mais de les convertir à la forme recherchée.

[0025] Le rendement de conversion des oligomères en monomères obtenu avec le traitement selon l'invention peut en effet aller jusqu'à 50% et plus.

[0026] Les conditions de cette hydrolyse, notamment l'acidité du milieu et la température, sont ajustées en fonction, notamment, de la nature de la biomasse, du type de prétraitement qu'elle a eu quand le jus sucré provient d'un traitement/prétraitement de biomasse lignocellulosique, qui conditionnent la teneur en oligomères du mélange, ou

encore des spécifications de pureté en sucre monomérique s'il est valorisé tel quel. On peut ainsi moduler la sévérité du traitement en fonction du jus sucré à traiter et de la pureté en sucre monomérique à atteindre, en modulant température, acidité et durée de traitement, ou encore moduler un des paramètres en fonction des deux autres.

[0027] Ce traitement est très avantageux, car le jus sucré traité voit sa teneur en sucres sous forme monomérique augmenter et sa teneur en sucres de forme oligomérique baisser voire disparaitre : il s'est avéré qu'on pouvait ainsi atteindre aisément les spécifications de pureté demandées pour la valorisation de ces jus. Et quand ces jus sont destinés à être convertis par des procédés chimiques ou biochimiques, on a également vérifié que leur réactivité était améliorée, et donc que leur rendement de conversion était supérieur à celui de jus sucré non traité selon l'invention.

[0028] Avantageusement, la température T du traitement peut être d'au moins 70°C, notamment d'au moins 75°C, ou d'au moins 80°C, ou d'au moins 90°C, ou d'au moins 100°C.

[0029] Avantageusement encore, la température T du traitement peut être d'au plus 140°C, notamment d'au plus 130°C. En effet, il est utile de ne pas trop monter en température le jus, afin d'éviter toute réaction parasite du type réaction de Maillard qui viendrait dégrader les sucres.

[0030] Avantageusement, la durée du traitement peut être d'au moins 5 minutes, notamment d'au moins 10 minutes, notamment d'au moins 30 minutes, et de préférence d'au plus 3 heures, notamment d'au plus 2 heures. Tout comme pour la température de traitement, il est en effet préférable de ne pas trop prolonger la durée de traitement afin d'éviter des réactions parasites type réaction de Maillard. On choisit donc le couple température/durée pour cet objectif.

[0031] Comme évoqué plus haut, on peut moduler la sévérité du traitement de l'invention en jouant sur les paramètres de sa mise en œuvre, par exemple en choisissant une température pas trop élevée, mais couplée à une acidité élevée et/ou à une durée de traitement élevée, ou, au contraire choisir une température plus élevée couplée à une acidité moins élevée et/ou une durée de traitement plus courte. Comme déjà évoqué également, cette sévérité s'adapte au type de jus sucré initial et à sa teneur en sucres sous forme oligomérique.

[0032] Avantageusement, le traitement du mélange initial M en condition acide peut être opéré de façon à ce qu'il y ait au moins 0,1% poids d'acide dans le mélange M total (sucres+ eau), notamment entre 0,2 et 2,8% poids d'acide dans ledit mélange. Cette teneur en acide dans le mélange M total (sucres + eau) correspond à un ajout d'acide dans le jus sucré initial. L'acide est de préférence ajouté sous forme d'une solution d'acide dilué dans l'eau. La teneur en acide indiquée plus haut tient compte de cet apport en eau en prenant en compte le jus et la solution aqueuse d'acide ajoutée au

mélange initial M.

[0033] A noter que le mélange initial peut lui-même être déjà acide, par exemple quand il est issu prétraitement en milieu acide de biomasse lignocellulosique : dans ce cas de figure, il peut déjà être à un pH de par exemple 0,5 à 2,5, l'ajout d'acide supplémentaire permettant, le cas échéant, d'ajuster le pH à la valeur voulue. Si le prétraitement est plutôt basique, il est nécessaire alors d'ajouter de l'acide en quantités appropriées pour atteindre la même acidité.

[0034] Avantageusement, l'acide est choisi parmi au moins un des acides forts suivants : acide sulfurique, acide chlorhydrique et/ou au moins parmi au moins un des acides organiques suivants : acide acétique, acide oxalique, acide formique ...

[0035] Avantageusement, le traitement du mélange initial M en présence d'acide(s) selon l'invention est opéré à un pH d'au plus 4,5, notamment d'au plus 4 ou d'au plus 3,5 ou d'au plus 3. Il est de préférence choisi entre 0,5 et 2,5.

[0036] Le traitement selon l'invention peut être opéré de façon continue, ou par batch, notamment dans un réacteur agité ou de type piston.

[0037] De préférence, le jus sucré initial est issu en majorité de la dépolymérisation des hémicelluloses présents dans la biomasse lignocellulosique. De préférence, le jus sucré initial contient plus de sucres C5 que de sucres C6 en poids. De préférence, le jus sucré initial est obtenu sans ajout d'enzymes ou de microorganismes du type bactéries. Enfin, de préférence, le jus sucré initial est issu en majorité du prétraitement d'une biomasse lignocellulosique.

On comprend ici par « issu en majorité » le fait qu'au moins la moitié du jus sucré initial en question provient de la dépolymérisation en question (notamment la totalité).

[0038] Selon un mode de réalisation de l'invention, le mélange initial M est issu du traitement de biomasse, notamment lignocellulosique, provenant notamment de résidus forestiers et/ou agricoles et/ou papetiers, et/ou de plantes sacharifères et/ou de plantes amylacées et/ou de Fractions Fermentescibles d'Ordures Ménagères (FFOM).

[0039] Dans ce cas, le mélange M initial est de préférence issu

- d'une opération de lavage de la biomasse,
- ou d'un prétraitement de la biomasse comprenant notamment une imprégnation de la biomasse par une liqueur, de pH neutre, acide ou basique ou de nature oxydante, de préférence par une liqueur acide, suivie d'une cuisson de la biomasse imprégnée, notamment une cuisson avec explosion à la vapeur, éventuellement suivie d'une opération de lavage de la biomasse prétraitée,
- puis d'une séparation solide/liquide de ladite biomasse lavée ou prétraitée.

[0040] Le procédé selon l'invention peut, par ailleurs, comprendre au moins une opération postérieure au traitement Cette opération postérieure peut comprendre une mise en contact dudit mélange en phase aqueuse avec un micro-organisme ne consommant,

parmi les sucres du mélange, essentiellement que les sucres C6, afin d'obtenir un mélange également appauvri en sucres C6 (sous forme monomérique et oligomérique). Le microorganisme peut être choisi parmi les levures dans le genre *Saccharomyces*, notamment l'espèce *Saccharomyces cerevisae* ou, parmi les bactéries, dans le genre *Corynebacterium,* et est capable de convertir les sucres C6 en alcool, mais également de convertir certaines impuretés indésirables comme le furfural ou le 5-HMF. On pourra, pour plus de détails, se reporter à la demande de brevet FR2212406 déposée le 28 novembre 2022.

[0041] Un autre type d'opération postérieure au traitement selon l'invention peut être toute opération de purification au sens large, par exemple pour éliminer l'acide.

[0042] L'invention a également pour objet un mélange M' de composés en solution aqueuse, comprenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6, notamment traité selon le procédé décrit précédemment, et qui présente les caractéristiques suivantes :

- une teneur S1 en sucres C5 et/ou sucres C6 comprise entre 10 et 100 g/kg de solution
- dont un ratio P1 des sucres C5 et/ou des sucres C6 sous forme oligomérique sur les sucres en C5 et/ou en C6 monomérique d'au plus 40% poids, notamment d'au plus 30% poids ou d'au plus 20% poids.

[0043] A noter que, dans le mélange initial avant traitement, ce ratio peut aller jusqu'à 50% poids (et de préférence d'au moins 10% poids).

[0044] Avec le traitement de l'invention on peut ainsi abaisser ce ratio d'au moins 5 ou 10 ou 15% poids.

[0045] L'invention a également pour objet un mélange M' de composés en solution aqueuse, comprenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6, obtenu à partir d'un mélange initial M en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et/ou des sucres C6 avec 6 carbones et traité selon le procédé décrit plus haut.

[0046] L'invention a également pour objet l'utilisation du mélange M' décrit plus haut en tant que jus sucré à forte teneur en sucres sous forme monomérique, valorisable tel quel, ou en tant que produit intermédiaire pour une conversion chimique ou biochimique ultérieure, qui peut être précédée de traitements préalables du type concentration, purification ou même dilution par exemple. On peut ainsi viser la production de biocarburant (éthanol et autres alcools obtenus par fermentation de sucres), d'intermédiaires pour la chimie dits composés biosourcés, ou celle de jus sucrés (dont on peut modifier la concentration, la teneur en eau ou autres composés minoritaires selon les spécifications imposées).

[0047] A noter, par ailleurs, que les jus sucrés initiaux (et les jus traités selon l'invention) peuvent aussi contenir d'autres composés minoritaires, outre les sucres, dont, par exemple des sels minéraux, des produits de dégradation des sucres, des alcools car-

boxyliques, ou des composés furaniques. Ils peuvent ainsi comprendre du furfural, et/ou du 5-hydroxyméthyl furfural (5-HMF), notamment quand le jus sucré initial est issu du prétraitement de biomasse lignocellulosique en conditions acides. Il est alors possible que ceux-ci soient également convertis par le traitement selon l'invention, par exemple en acide formique ou lévullinique.

[0048] L'invention sera décrite ci-après de façon plus détaillée, à l'aide d'exemples non limitatifs et des figures suivantes :

[0049] **Liste des figures**

[Fig.1]

La [Fig.1] est une représentation très schématique d'un procédé de traitement d'une biomasse lignocellulosique permettant d'obtenir le jus sucré initial qui va être traité selon l'invention.

[0050] **Description des modes de réalisation**

L'invention cherche donc, en partant d'un jus sucré contenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6 (et de préférence que ces deux types de sucres), à obtenir un jus sucré dit traité où la teneur en sucres sous forme oligomérique a été diminuée, voire supprimée, au profit de la forme monomérique desdits sucres.

[0051] L'invention peut s'appliquer à toutes sortes de jus sucrés, dès que le jus contient au moins un type de sucre en phase liquide, notamment aqueuse, qui est présent à la fois sous forme monomérique et sous forme oligomérique.

[0052] Dans l'exemple de mise en œuvre non limitatif de l'invention décrit plus bas, le jus sucré initial est entièrement issu d'un prétraitement acide d'une biomasse lignocellulosique. Ce prétraitement est ci-après décrit à l'aide de la [Fig.1].

Les références de la figure représentent les flux/dispositifs/étapes suivants :

1 : Biomasse

2 : Conditionnement et prétraitement

3 : Biomasse prétraitée

3a : Biomasse prétraitée vers l'outil de filtration

3b : Biomasse prétraitée vers hydrolyse enzymatique (flux optionnel)

4 : Séparation solide/liquide (un filtre à bande ou un filtre-presse par exemple) pour extraire un jus sucré, avec une étape optionnelle de lavage

5 : Eau en tant que fluide de contactage et/ou de lavage

6 : Jus sucré contenant majoritairement des sucres C5 (sucres C5 et/ou C6 sous forme monomérique et oligomérique)

6a : Jus sucré comprenant majoritairement des sucres C5 vers la production d'enzymes

6b : Jus sucré comprenant majoritairement des sucres C5 qui va être traité selon l'invention

7 : Biomasse prétraitée et lavée

8 : Réacteur de production d'enzymes

9 : Inoculum de Champignon (Trichoderma Reesei par exemple) pour la production d'enzymes

10 : Cocktail enzymatique (mélange d'une ou plusieurs enzymes, contenant notamment des cellulases, beta glucosidases, xylanases…)

14 : Réacteur d'hydrolyse enzymatique.

15 : Hydrolysat

18 : Séparation solide/liquide avec une étape optionnelle (non représentée) de lavage du résidu solide par un solvant (par exemple de l'eau)

19 : Résidu solide (composé majoritairement de lignine)

20 : Produit liquide de la filtration, ici l'hydrolysat filtré (sucres majoritairement en C6)

[0053] Dans tout le présent texte, et notamment dans la description de la figure, le terme de réacteur n'impose pas qu'il y en ait qu'un seul, et peut être compris comme une unité comprenant au moins un réacteur. Il en est de même pour tous les autres dispositifs, notamment les outils de type filtration, séparation solide/liquide etc… (par soucis de concision).

[0054] Si on prend le déroulé du procédé selon la [Fig.1] : La biomasse 1 subit un conditionnement/prétraitement dans l'unité 2 (éventuel broyage mécanique, dépoussiérage, retrait de pièces métalliques éventuelles, puis, ici à titre d'exemple, imprégnation par une liqueur acide et cuisson/explosion à la vapeur de la biomasse prétraitée 3).

Une partie de cette biomasse prétraitée, le flux 3a, part vers un outil de filtration et séparation solide/liquide 4, ledit outil étant également alimenté en eau 5 comme eau de contactage et/ou de lavage de la biomasse prétraitée. Dans un premier temps, la biomasse prétraitée est contactée avec de l'eau pour améliorer sa filtrabilité. Le mélange est ensuite filtré sur un filtre à bande, et lavé à l'eau.

Une autre partie de la biomasse prétraitée, le flux 3b, peut partir vers le réacteur d'hydrolyse enzymatique 14.

[0055] En sortie de l'outil de séparation 4, la fraction liquide 6 est un jus sucré aqueux comprenant majoritairement des sucres en C5, mais également, de façon minoritaire, des sucres en C6, les sucres C5 et/ou C6 étant pour partie sous forme monomérique et pour partie sous forme oligomérique. Tout ou partie de cette fraction, le flux 6a, peut aller vers le réacteur 8 de production d'enzymes, qui produit un cocktail enzymatique 10 pour alimenter le réacteur 14 d'hydrolyse enzymatique : ce flux peut ainsi constituer un substrat de croissance et/ou de production vis-à-vis des microorganismes de type *Trichoderma reesei* qui produisent ce mélange d'enzymes 10. Le reste du flux 6, le flux 6b (ou qui constitue tout le flux 6 si on n'utilise pas ce flux pour servir à la

production d'enzymes) est le jus sucré qui va être traité selon l'invention.

[0056] En sortie de l'outil de séparation 4, la fraction solide 7 qui contient de la cellulose non convertie, et également des hémicelluloses résiduelles non converties, alimente le réacteur 14 d'hydrolyse enzymatique.

[0057] A noter que dans tout le présent texte, « solide » est à comprendre en opposition à « liquide », mais que toute fraction solide peut encore contenir une certaine proportion de liquide (et réciproquement). On peut évaluer cette proportion de solide et composés solubles dans un échantillon du produit par mesure de son taux de Matière Sèche (acronyme "MS"), qui est mesuré selon la norme ASTM E1756 - 08(2015) « Standard Test Method for Determination of Total Solids in Biomass".

[0058] Le réacteur 14 d'hydrolyse enzymatique est alimenté par le flux 3b, et également par le flux 7 qui est la fraction solide issue de la filtration dans l'unité 4, qui est donc la biomasse prétraitée lavée solide.

[0059] Il est à noter, par ailleurs, que l'opération d'hydrolyse enzymatique 14 se fait de façon préférée en 2 étapes : liquéfaction avec un fed-batch de substrat puis hydrolyse enzymatique en batch, (éventuellement avec deux réacteurs en série, ou dans le même réacteur), pour travailler à la teneur en MS la plus haute possible et pour convertir des substrats lignocellulosiques dont la rhéologie peut être complexe. Une neutralisation du milieu peut être réalisée avant l'hydrolyse enzymatique, par exemple par ajout d'une solution basique dans le cas où le prétraitement est effectué en condition acide.

[0060] En sortie de réacteur 14, on a un flux 15 d'hydrolysat (des sucres), qui alimente ensuite un dispositif de séparation solide/liquide 18 du type filtre-presse par exemple, avec une étape optionnelle de lavage du résidu solide par un solvant (par exemple de l'eau). Sortent de ce dispositif 18 une fraction liquide 19, sous forme d'un jus sucré avec majoritairement des sucres en C6, et une fraction solide 20 qui est un résidu solide ligneux.

[0061] Il est également à noter que la production d'enzymes peut se faire sur le site de traitement de la biomasse, comme représenté à la [Fig.1]. Mais elle peut aussi se faire ex situ : on peut ainsi amener sur site des enzymes prêtes à l'emploi. Ceci explique que, suivant les choix faits à ce sujet, le flux peut être partagé en deux flux 6a, 6b (avec une répartition entre les deux flux qui peut être égale ou pas selon les besoins), ou n'être utilisé que pour la production des enzymes (flux 6a) ou que pour être valorisé en tant que tel (flux 6b).

[0062] Le traitement selon l'invention peut avantageusement s'appliquer au flux de jus sucré 6 ou 6b.

[0063] On rappelle le chemin réactionnel qui conduit, lors du prétraitement opéré aux étapes 2-3-4, à obtenir un jus sucré (flux 6) : on part d'une biomasse lignocellulosique qui comprend de la cellulose et des hémicelluloses. Après prétraitement, en sortie de

l'étape 2, on obtient un marc prétraité acide où :

- la cellulose est au moins en partie convertie en monomères et oligomères de sucres en C6, comme le glucose,
- les hémicelluloses, à savoir, le galactane, le mannane, l'arabinane, le xylane sont au moins en partie convertis en monomères et oligomères de sucres en C5 et en C6, comme le galactose, le mannose, l'arabinose et le xylose.

Le jus sucré récupéré 6 en sortie du dispositif de séparation contient ces sucres en C5 et en C6 qui se présentent sous forme monomérique, mais aussi, dans une plus faible proportion, sous forme oligomérique. Il peut en outre contenir des composés très minoritaires, comme déjà évoqué, comme le 5-HMF et le furfural. Il ne contient pas de sucres sous forme polymérique, qui sont insolubles et qui restent donc dans la fraction solide 7 en sortie du dispositif 4 de séparation.

[0064] La composition du jus sucré 6 peut varier selon la biomasse, le type de prétraitement, les conditions de prétraitement, les conditions de lavage de la biomasse prétraitée.

[0065] Par exemple, le jus sucré à traiter selon l'invention peut avoir la composition suivante :

- entre 0,5 et 30 g de glucose par kg de jus, notamment entre 5 et 15 g/kg de glucose
- entre 10 et 100 g de xylose par kg de jus, notamment entre 20 et 60 g/kg de xylose
- entre 0,5 et 36 g/kg de glucose potentiel, notamment entre 5,5 et 20 g/kg de glucose potentiel, soit entre 0,1 et 35 g/kg de glucose oligomère, notamment entre 0,5 et 30 g/kg de glucose oligomère, notamment entre 0,5 et 10 g/kg de glucose oligomère
- entre 10 et 130 g/kg de xylose potentiel, notamment entre 22 et 75 g/kg de xylose potentiel, soit entre 0,1 et 30 g/kg de xylose oligomère, notamment entre 2 et 20 g/kg de xylose oligomère

avec les conventions suivantes :

- La concentration en glucose s'entend au sens glucose monomère.
- La concentration en xylose s'entend au sens xylose monomère.

[0066] - Ces concentrations peuvent être analysées par exemple par des méthodes de chromatographie liquide haute performance (HPLC)

- La concentration en sucre potentiel est la mesure de la concentration en sucres monomères après hydrolyse acide sur le jus sucré initial à 120°C pendant 1 heure en présence d'un large excès d'acide dilué : à 0,3 gramme de MS du jus initial sont ajoutés 4,92 grammes d'acide sulfurique à 72% et de l'eau dont la quantité est calculée pour obtenir un mélange de 90 g.
- La concentration en sucres oligomères correspond à la différence entre la concentration en sucres potentiels et la concentration en sucres monomères.

[0067] L'invention consiste à traiter à chaud et en conditions acides ce type de jus sucré, afin d'hydrolyser les sucres sous forme oligomérique en sucres sous forme mo-

nomérique, tout en conservant les sucres monomériques déjà présents dans le jus sucré initial.

[0068] Les exemples non limitatifs suivants illustrent sa mise en œuvre et utilisent une biomasse prétraitée en conditions acides, ce qui conduit à ce que les jus sucrés à traiter selon l'invention et qui en sont issus peuvent être/sont déjà en conditions acides. L'invention s'applique tout aussi bien à des jus issus de traitement/prétraitement de biomasse en conditions non acides (condition neutre ou basique notamment).

Exemples

[0069] **Exemple 1 (comparatif)**

On part d'un jus sucré initial M issu de biomasse prétraitée par imprégnation acide de la biomasse puis explosion à la vapeur, biomasse prétraitée qui est ensuite lavée et séparée en fraction liquide (le jus sucré) et en fraction solide conformément à l'enseignement du brevet FR 3 083 126 précité, auquel on se rapportera pour plus de détails. C'est le jus provenant du flux 6 décrit plus haut.

[0070] Succinctement, ce prétraitement est une opération d'imprégnation de biomasse lignocellulosique (paille de blé) par une liqueur acide, suivie par une opération d'explosion vapeur de la biomasse imprégnée. La biomasse prétraitée subit une opération de séparation liquide/solide à l'issue de l'étape de prétraitement, cette étape de séparation liquide/solide comprenant une étape de contactage entre la biomasse lignocellulosique prétraitée et de l'eau, et une étape de filtration et optionnellement de lavage. Pour obtenir le jus sucré initial M à traiter selon l'invention, 550 kg de biomasse prétraitée sont mélangés avec 1010 kg d'eau, puis filtrés puis pressés. Après filtration et pressage, 885 kg d'un jus M, appelé aussi hydrolysat C5, est obtenu. Le prétraitement se déroulant dans des conditions acides, ce jus a un pH de 1,5.

[0071] La concentration en composés d'intérêt de ce jus sucré initial M est donnée dans le tableau 1 ci-dessous, avec des concentrations exprimées en g par kg de jus. A noter qu'il est possible que la composition contienne des impuretés autres, qu'on n'a pas cherché à analyser, par exemple du type sel (minéral) ou acide , dans de (très) faibles teneurs. La teneur en matière sèche du jus sucré initial M est de 8% poids. Le jus M contient 49,5 g/kg de sucres glucose et xylose. Les concentrations des sucres minoritaires, comme l'arabinose, le galactose et le mannose pour cette biomasse, ne sont pas indiquées.

[Tableaux1]

	Concentration	Jus M	Type de sucre/composé
Xylose	g/kg	39,7	Sucre C5
Xylose potentiel	g/kg	45,6	
Xylose - oligomère	g/kg	5,8	Forme oligomérique du xylose
Xylose - oligomère	% poids xylose potentiel	13	
Glucose	g/kg	9,7	Sucre C6
Glucose potentiel	g/kg	11,6	
Glucose -oligomère	g/kg	1,8	Forme oligomérique du glucose
Glucose -oligomère	% poids glucose potentiel	16	
Sucres - oligomère	% poids sucres po-tentiels	13	Formes oligomériques du xylose et du glucose
Furfural	mg/kg	184	
5-HMF	mg/kg	490	
Acide acétique	g/kg	1,5	

[0072] Ce jus est le jus témoin, qui sera traité selon l'invention dans les exemples suivants.

[0073] **Exemple 2 (selon l'invention)**

On part du jus sucré M défini à l'exemple 1. On le traite selon l'invention avec les conditions opératoires suivantes : Le jus est traité dans un réacteur agité en batch, pendant 1 heure à 120°C. Le pH du jus est déjà acide (pH d'environ 1,5), on n'ajoute pas d'acide au jus.

[0074] **Exemple 3 (selon l'invention)**

On part du jus sucré M défini à l'exemple 1. On le traite selon l'invention avec les conditions opératoires suivantes : Le jus est traité dans un réacteur agité en batch, pendant 1 heure à 120°C. On ajoute de l'acide sulfurique à 72% dans de l'eau au jus sucré initial M pour qu'au final la concentration en acide sulfurique pur ajouté dans le mélange total soit de 1% poids.

[0075] **Exemple 4 (selon l'invention)**

On part du jus sucré M défini à l'exemple 1. On le traite selon l'invention avec les conditions opératoires suivantes : Le jus est traité dans un réacteur agité en batch, pendant 1 heure à 120°C. On ajoute de l'acide sulfurique à 72% dans de l'eau au jus sucré initial M pour qu'au final la concentration en acide sulfurique pur ajouté dans le mélange total soit de 2%. poids

[0076] **Exemple 5 (comparatif)**

On part du jus sucré M défini à l'exemple 1. On le traite selon l'invention avec les conditions opératoires suivantes : Le jus est traité dans un réacteur agité en batch, pendant 1 heure à 120°C. On ajoute de l'acide sulfurique à 72% dans de l'eau au jus sucré initial M pour qu'au final la concentration en acide sulfurique pur ajouté dans le mélange total soit de 3%. poids.

[0077] **Exemple 6 (comparatif)**

On part du jus sucré M défini à l'exemple 1. On le traite selon l'invention avec les conditions opératoires suivantes : Le jus est traité dans un réacteur agité en batch, pendant 1 heure à 120°C. On ajoute de l'acide sulfurique à 72% dans de l'eau au jus sucré initial M pour qu'au final la concentration en acide sulfurique pur ajouté dans le mélange total soit de 4%. poids.

[0078] Le tableau 2 ci-dessous regroupe les concentrations en sucres dans les jus sucrés des exemples une fois hydrolysés selon l'invention.

C est la concentration des sucres glucose et xylose analysée par HPLC en g/kg, et R est l'évolution du rendement en sucres monomériques.

[Tableaux2]

	C	Sucre Potentiel théorique	Ex.2 0% H_2SO_4	Ex.3 1% H_2SO_4	Ex.4 2% H_2SO_4	Ex.5 3% H_2SO_4	Ex.6 4% H_2SO_4
Glucose + xylose t0	g/kg	49,5	49,5	48,8	48,1	47,4	46,7
Glucose + Xylose t0 + 1 h	g/kg	57,1	51,3	52,1	50,2	49,4	47,2
R	%	15,5	3,7	5,2	1,5	- 0,2	- 4,6

[0079] La première ligne t0 correspond aux concentrations du jus M avant démarrage du traitement selon l'invention, à noter que la concentration en sucres diminue quand on ajoute de l'acide, du fait de la dilution provoquée par cet ajout d'acide en solution aqueuse : plus on ajoute d'acide, plus la concentration diminue.

[0080] La concentration en sucre potentiel théorique à t0 + 1 heure correspond au glucose et au xylose potentiel total du jus M : c'est la concentration en sucres après hydrolyse acide en présence d'un excès d'acide en conditions diluées. Ainsi l'évolution maximale du rendement en sucres monomériques est de 15,5%.

[0081] On voit des données du tableau 2 que, sans ajouter d'acide (exemple 2), puisqu'ici le jus est déjà à pH acide, on convertit par le traitement à chaud une certaine quantité d'oligomères en monomères. En ajoutant 1% (exemple 3) et 2% d'acide (exemple 4), c'est également le cas, avec un rendement qui augmente.

En revanche, en ajoutant 3% (exemple 5) ou 4% d'acide (exemple 6), on n'a plus d'évolution favorable du rendement : la conversion des oligomères en monomères est contrecarrée par la dégradation des monomères.

[0082] En conclusion, on voit que l'hydrolyse acide selon l'invention des jus est favorable pour obtenir des jus avec de plus fortes teneurs en sucres monomériques et une teneur abaissée en sucres oligomériques. Cependant, le traitement est à ajuster, notamment en termes d'acidité, car une acidité trop forte (et/ou une température de traitement trop élevée) peut conduire à dégrader les sucres monomériques, ce qui peut tendre à faire perdre tout ou partie du bénéfice de l'invention.

Revendications

[Revendication 1] Procédé de traitement d'un mélange initial M en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et des sucres C6 avec 6 carbones, lesdits sucres C5 et/ou lesdits sucres C6 étant pour partie sous forme monomérique et pour partie sous forme oligomérique, caractérisé en ce qu'on chauffe ledit mélange, en présence d'acide(s), à une température T d'au moins 60°C afin d'obtenir un mélange M' traité enrichi en sucres C5 sous forme monomérique et/ou en sucres C6 sous forme monomérique et appauvri en sucres C5 forme oligomérique et/ou en sucres C6 sous forme oligomérique.

[Revendication 2] Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la température T du traitement est d'au moins 70°C, notamment d'au moins 75°C, ou d'au moins 80°C, ou d'au moins 90°C, ou d'au moins 100°C.

[Revendication 3] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la température T du traitement est d'au plus 140°C, notamment d'au plus 130°C.

[Revendication 4] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la durée du traitement est d'au moins 5 minutes, notamment d'au moins10 minutes, notamment d'au moins 30 minutes, et de préférence d'au plus 3 heures, notamment d'au plus 2 heures.

[Revendication 5] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le traitement du mélange initial M en condition acide est opéré avec au moins 0,1% poids d'acide ajouté dans le mélange, notamment entre 0,2 et 2,8% poids d'acide dans ledit mélange.

[Revendication 6] Procédé selon l'une des revendication précédentes, caractérisé en ce que l'acide est choisi parmi au moins un des acides forts suivants : acide sulfurique, acide chlorhydrique et/ou au moins parmi au moins un des acides organiques suivants : acide acétique, acide oxalique, acide formique .

[Revendication 7] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le traitement du mélange initial M en présence d'acide(s) est opéré à un pH d'au plus 4,5, et de préférence compris entre 0,5 et 2,5.

[Revendication 8] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le traitement est opéré de façon continue ou par batch, notamment dans un réacteur agité ou de type piston.

[Revendication 9] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange initial M est issu du traitement de biomasse, notamment

lignocellulosique, provenant notamment de résidus forestiers et/ou agricoles et/ou papetiers, et/ou de plantes saccharifères et/ou de plantes amylacées et/ou de Fractions Fermentescibles d'Ordures Ménagères (FFOM).

[Revendication 10] Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le mélange initial M est issu - d'une opération de lavage de la biomasse,
- ou d'un prétraitement de la biomasse comprenant notamment une imprégnation de la biomasse par une liqueur, de pH neutre, acide ou basique ou de nature oxydante, de préférence par une liqueur acide, suivie d'une cuisson de la biomasse imprégnée, notamment une cuisson avec explosion à la vapeur, éventuellement suivie d'une opération de lavage de la biomasse prétraitée,
- puis d'une séparation solide/liquide de ladite biomasse lavée ou prétraitée.

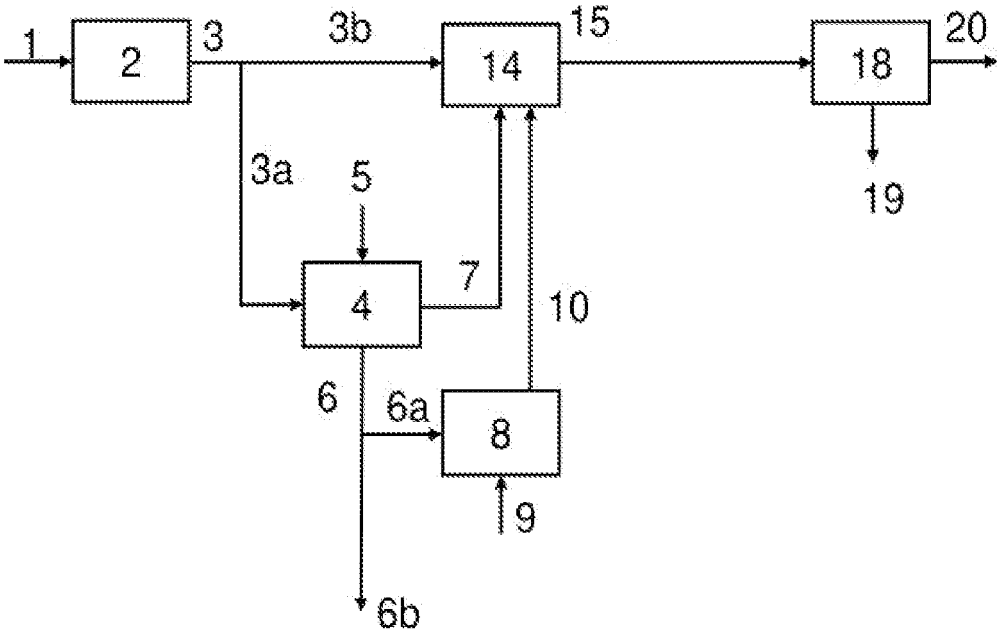
[Revendication 11] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend une opération postérieure au traitement par chauffage en présence d'acide du mélange initial M, ladite opération postérieure comprenant une mise en contact dudit mélange en phase aqueuse avec un micro-organisme ne consommant, parmi les sucres du mélange, essentiellement que les sucres C6, afin d'obtenir un mélange appauvri en sucres C6.

[Revendication 12] Mélange M' de composés en solution aqueuse, comprenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6 ;
- avec une teneur S1 en sucres C5 et/ou sucres C6 comprise entre 10 et 100 g/kg de solution
- dont un ratio P1 des sucres C5 et/ou des sucres C6 sous forme oligomérique sur les sucres en C5 et/ou en C6 monomérique d'au plus 40% poids, notamment d'au plus 30% poids ou d'au plus 20% poids.

[Revendication 13] Mélange M' de composés en solution aqueuse, comprenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6, caractérisé en ce qu'il est obtenu à partir d'un mélange initial M en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 avec 5 carbones et/ou des sucres C6 avec 6 carbones traité selon le procédé conforme à l'une des revendications 1 à 11.

[Revendication 14] Utilisation du mélange M' selon l'une des revendications 12 ou 13 en tant que jus sucré à forte teneur en sucres sous forme monomérique, valorisable tel quel, ou en tant que produit intermédiaire pour une conversion chimique ou biochimique ultérieure.

[Fig. 1]



RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement national

FA 917478
FR 2302759

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
X	CHEN XUE ET AL: "Evaluating the production of monosaccharides and xylooligosaccharides from the pre-hydrolysis liquor of kraft pulping process by acid and enzymatic hydrolysis", INDUSTRIAL CROPS AND PRODUCTS, ELSEVIER, NL, vol. 124, 19 septembre 2018 (2018-09-19), pages 906-911, XP085484724, ISSN: 0926-6690, DOI: 10.1016/J.INDCROP.2018.08.071	1-10	C07H 3/02 C12P 19/02 C13B 20/00 C13K 1/02 C13K 13/00
Y	* abrégé; figures 1, 3, 4 * * alinéas [2.2.], [3.2.] *	11	
X	WANG YUAN-SHAN ET AL: "Post-hydrolysis of the prehydrolysate from eucalyptus pulping with xylanase", JOURNAL OF CLEANER PRODUCTION, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 142, 2 novembre 2016 (2016-11-02), pages 2865-2871, XP029852069, ISSN: 0959-6526, DOI: 10.1016/J.JCLEPRO.2016.10.183	1-10	
Y	* abrégé; tableaux 1, 2 * * alinéas [3.1.], [2.2.1.] *	11	

-/--

DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)

C12P
C13K

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
4 octobre 2023	Schröder, Gunnar

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement national

FA 917478
FR 2302759

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	HU JINGUANG ET AL: "Enzymatic Hydrolysis of Industrial Derived Xylo-oligomers to Monomeric Sugars for Potential Chemical/Biofuel Production", ACS SUSTAINABLE CHEMISTRY & ENGINEERING, vol. 4, no. 12, 5 décembre 2016 (2016-12-05), pages 7130-7136, XP093087454, US ISSN: 2168-0485, DOI: 10.1021/acssuschemeng.6b02008	1-10	
Y	* abrégé; tableau 1 * * pages 7131, 71 *	11	

X	ZHANG TAIYING ET AL: "Xylose yields and relationship to combined severity for dilute acid post-hydrolysis of xylooligomers from hydrothermal pretreatment of corn stover", GREEN CHEMISTRY, vol. 17, no. 1, 1 janvier 2015 (2015-01-01), pages 394-403, XP093087490, GB ISSN: 1463-9262, DOI: 10.1039/C4GC01283F	1-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	* abrégé; figures 2-4; tableau 1 * * alinéa [3.2.] *	11	

	-/--		

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
4 octobre 2023	Schröder, Gunnar

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement national

FA 917478
FR 2302759

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	BAPTISTA SARA L ET AL: "Development of a sustainable bioprocess based on green technologies for xylitol production from corn cob", INDUSTRIAL CROPS AND PRODUCTS, ELSEVIER, NL, vol. 156, 21 août 2020 (2020-08-21), XP086340039, ISSN: 0926-6690, DOI: 10.1016/J.INDCROP.2020.112867 [extrait le 2020-08-21]	1-10	
Y	* abrégé; figures 1, 3; tableau 1 * * alinéas [2.2.], [3.2.] * * alinéas [2.4.], [3.5.]; figure 7 *	11	
X	GUIHUA YANG ET AL: "Acid Hydrolysis of Prehydrolysis Liquor Produced from the Kraft-Based Dissolving Pulp Production Process", INDUSTRIAL & ENGINEERING CHEMISTRY RESEARCH, AMERICAN CHEMICAL SOCIETY, vol. 51, no. 43, 31 octobre 2012 (2012-10-31), pages 13902-13907, XP002736588, ISSN: 0888-5885, DOI: 10.1021/IE3023059 [extrait le 2012-10-11]	1-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	* abrégé; figures 1-4; tableaux 1-5 *	11	

-/--

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
4 octobre 2023	Schröder, Gunnar

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE PARTIEL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

voir FEUILLE(S) SUPPLÉMENTAIRE(S)

N° d'enregistrement national

FA 917478
FR 2302759

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendications concernées	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	NAKASU P Y S ET AL: "Acid post-hydrolysis of xylooligosaccharides from hydrothermal pretreatment for pentose ethanol production", FUEL, IPC SIENCE AND TECHNOLOGY PRESS , GUILDFORD, GB, vol. 185, 30 juillet 2016 (2016-07-30), pages 73-84, XP029706814, ISSN: 0016-2361, DOI: 10.1016/J.FUEL.2016.07.069	1-10	
Y	* abrégé; tableaux 1, 2 * * highlights, graphical abstract; page 73 *	11	
X	LIU YUN ET AL: "Irradiation pretreatment facilitates the achievement of high total sugars concentration from lignocellulose biomass", BIORESOURCE TECHNOLOGY, ELSEVIER, AMSTERDAM, NL, vol. 232, 7 février 2017 (2017-02-07), pages 270-277, XP029949212, ISSN: 0960-8524, DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2017.01.061	1-10	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Y	* abrégé; tableaux 1, 2 * * alinéas [2.3.], [3.3.] *	11	
Y	US 2012/231514 A1 (GEERTMAN JAN-MAARTEN A [NL] ET AL) 13 septembre 2012 (2012-09-13) * abrégé; revendications *	11	

Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
4 octobre 2023	Schröder, Gunnar

CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITES

X : particulièrement pertinent à lui seul
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie
A : arrière-plan technologique
O : divulgation non-écrite
P : document intercalaire

T : théorie ou principe à la base de l'invention
E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.
D : cité dans la demande
L : cité pour d'autres raisons
.....
& : membre de la même famille, document correspondant

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C35)

ABSENCE D'UNITÉ D'INVENTION
FEUILLE SUPPLÉMENTAIRE B

Numéro de la demande

FA 917478
FR 2302759

La division de la recherche estime que la présente demande de brevet ne satisfait pas à l'exigence relative à l'unité d'invention et concerne plusieurs inventions ou pluralités d'inventions, à savoir :

1. revendications: 1-11

Procédé de traitement d'un mélange M initial en phase aqueuse de composés comprenant des sucres C5 et des sucres C6, lesdits sucres C5 et/ou C6 étant pour partie sous forme monomérique et pour partie sous forme oligomérique, afin d'obtenir un mélange M' traité enrichi en sucres C5 et/ou C6 sous forme monomérique, et appauvri en sucres C5 et/ou C6 sous forme oligomérique.

---

2. revendications: 12-14

Mélange M' de composés en solution aqueuse, comprenant des sucres en C5 et/ou des sucres en C6; son utilisation

---

La première invention a été recherchée.

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2302759 FA 917478

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **04-10-2023**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 2012231514 A1	13-09-2012	CA 2772131 A1	03-03-2011
		US 2012231514 A1	13-09-2012
		WO 2011022840 A1	03-03-2011

EPO FORM P0465