

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 113 068

②1 N° d'enregistrement national : **20 08205**

⑤1 Int Cl⁸ : **C 12 P 19/04 (2019.12), C 12 P 7/06, 7/14, C 13 K 1/02, C 10 L 1/02**

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 31.07.20.

⑫③ Priorité :

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la demande : 04.02.22 Bulletin 22/05.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : *SUEZ GROUPE Société par actions simplifiée (SAS) — FR.*

⑦② Inventeur(s) : PERCHERON Benjamin.

⑦③ Titulaire(s) : SUEZ GROUPE Société par actions simplifiée (SAS).

⑦④ Mandataire(s) : POCHART François.

⑫④ **PROCEDE DE PRODUCTION D'UN SIROP DE SUCRES A PARTIR D'UNE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE RESIDUAIRE.**

⑫⑤ L'invention concerne un procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton, ledit procédé comprenant les étapes suivantes: a. optionnellement, une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ; b. i. une étape d'imprégnation de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ou de la biomasse lignocellulosique broyée obtenue à l'issue de l'étape a. en milieu aqueux, et ii. une étape de prétraitement thermique mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, à une température comprise entre 80°C et 150°C, à un pH compris entre 6.5 et 8, afin d'obtenir un produit prétraité, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii. ; c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b. afin de convertir la cellulose et l'hémicellulose en un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles; et d. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles obtenu à l'issue de l'étape c.

FR 3 113 068 - A1



Description

Titre de l'invention : PROCÉDE DE PRODUCTION D'UN SIROP DE SUCRES A PARTIR D'UNE BIOMASSE LIGNOCELLULOSIQUE RESIDUAIRE

Domaine technique de l'invention

- [0001] L'invention se rapporte au domaine de la production de sucres fermentescibles et concerne l'utilisation de ressources lignocellulosiques résiduelles de type papiers/cartons en tant que substrat d'un procédé de préparation desdits sucres. L'invention décrit notamment le procédé utilisé pour la préparation de la matière première et son traitement permettant la production d'un sirop de sucres, en particulier d'un sirop de glucose purifié utilisable comme matière première, notamment dans l'industrie des biocarburants ou des biotechnologies.
- [0002] En particulier, l'invention concerne un procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier d'un sirop comprenant du glucose, à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé, de papier graphique, de papier d'emballage ou de carton. L'invention concerne également un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier un sirop comprenant du glucose, susceptible d'être obtenu par ledit procédé.
- [0003] L'utilisation du procédé pour produire des molécules biosourcées ou des biocarburants, de préférence de l'éthanol ainsi qu'un procédé de production de biocarburants, en particulier d'éthanol sont également des objets de la présente invention.

Etat de la technique antérieure

- [0004] La biomasse lignocellulosique principalement utilisée aujourd'hui à l'échelle pilote et industrielle est la biomasse dite 2G (de seconde génération), c'est-à-dire une biomasse de type végétal, comme les résidus de l'industrie forestière et agricole (paille de blé, rafles de maïs et bagasse de canne à sucre) (Nizami et al., 2017). A ce jour, les limites suivantes ont été mises en avant :
- Faible développement de la filière de collecte et de massification des gisements,
 - Exposition aux variations saisonnières des volumes, de la qualité et de la disponibilité,
 - Concurrence avec la fertilisation des sols et le couvert végétal des champs,
 - Teneur importante en hémicellulose et lignine rendant l'accès à la cellulose plus complexe et le rendement en glucose plus faible,
 - Nécessité d'appliquer des prétraitements lourds et coûteux, pouvant générer des molécules inhibitrices de la fermentation (HMF, Furfural...) (Soltanian et al., 2020).

- [0005] L'utilisation du papier et du carton permet de s'affranchir d'une grande partie de ces limites et d'accéder à des produits plus riches en cellulose, *via* des procédés moins intensifs et moins complexes du fait d'un premier prétraitement subi par la matière vierge en amont de sa chaîne de production (en papeterie lors de sa production).
- [0006] L'état de la technique en termes de valorisation de la biomasse lignocellulosique inclut plusieurs types de procédés de traitement. Ces procédés ont tous pour objectif d'hydrolyser la cellulose et/ou l'hémicellulose constituant la biomasse, en monomères. L'hydrolyse peut se faire (Nizami et al., 2017):
- Par voie biologique ou biochimique, au moyen d'enzymes et/ou de microorganismes ;
 - Par voie thermochimique et/ou mécanique.
- [0007] Parmi les procédés par voie non-biologique, on compte : les procédés à l'acide concentré, la gazéification, l'hydropyrolyse et la pyrolyse.
- [0008] Pour les procédés par voie biologique, la première étape consiste à prétraiter la biomasse, afin d'augmenter la digestibilité de la cellulose et la libération de sucres monomériques (glucose principalement). Il existe différentes techniques de prétraitements dont (Soltanian et al., 2020) :
- les procédés à l'acide dilué,
 - les procédés à l'acide solide,
 - les procédés alcalins,
 - les procédés AVAP,
 - les procédés Organosolv,
 - l'explosion à la vapeur,
 - les procédés à l'eau supercritique,
 - l'extrusion.
- [0009] L'ajout de catalyseurs chimiques comme les acides ou les bases dans l'étape de prétraitement permet d'augmenter fortement l'accessibilité de la cellulose aux enzymes hydrolytiques et donc le rendement de libération des sucres simples comme le glucose. La contrepartie de ce prétraitement, outre son coût, est le risque d'apparition de molécules toxiques comme le furfural ou l'hydroxyméthylfurfural (HMF) pouvant rapidement se former à forte température. Par la suite, le catalyseur chimique et ses produits de dégradation, solubles dans l'eau comme les molécules de sucres, doivent être extraits par des méthodes de séparation (dites de « downstream processing ») comme la chromatographie ionique ou l'osmose inverse, générant des coûts et contraintes techniques importantes.
- [0010] Pour remédier à cette limitation, des procédés sans catalyseurs chimiques (ou à une charge bien inférieure) ont vu le jour pour le prétraitement des fibres végétales: l'explosion à la vapeur. L'imprégnation de la matrice à haute température/pression,

suivie d'une étape de détente à très forte vitesse permet de séparer les polymères de sucres avec une meilleure efficacité. Ce procédé s'applique cependant à un flux de matière dont la granulométrie et la composition doivent être scrupuleusement contrôlés, demandant donc une étape de broyage et tamisage fin. Un gisement de déchets papiers contenant un mélange de matières avec des impuretés plastiques et/ou métalliques risquerait d'endommager rapidement l'outil d'explosion vapeur.

- [0011] La dernière étape est la transformation des sucres (après leur purification). Il s'agit souvent d'une fermentation et distillation pour arriver à un produit final à haute valeur ajoutée comme l'éthanol.
- [0012] Les procédés ayant recours à une hydrolyse par voie biologique peuvent être classés en 4 sous-catégories, selon qu'ils regroupent ou non les étapes élémentaires du procédé (Parisutham et al., 2014):
- « Separate Hydrolysis and Fermentation » (SHF),
 - « Simultaneous Saccharification and Fermentation » (SSF),
 - « Simultaneous Saccharification and Co-Fermentation » (SSCF),
 - « Consolidated Bioprocessing » (CBP).
- [0013] L'avantage de mettre en œuvre un procédé combiné comme le SSF, SSCF ou CBP est de pouvoir réduire le nombre d'étapes et de réacteurs en faisant cohabiter l(es) enzyme(s) capable(s) de dépolymériser la cellulose et le(s) microorganisme(s) capable(s) de convertir les sucres simples en molécule d'intérêt. Ceci permet généralement de réduire l'investissement nécessaire et donc le coût de production de la molécule cible. Dans ce cas, le procédé est développé et optimisé spécifiquement pour une molécule et un marché donné. Ce type de procédé fait la plupart du temps intervenir des microorganismes modifiés génétiquement.
- [0014] La valorisation de papiers en sucres et/ou en autres produits d'intérêt comme l'éthanol a été décrite dans l'art antérieur. Par exemple, la demande de brevet CN106520861 met en œuvre une hydrolyse enzymatique avec prétraitement à l'acide dilué. La demande de brevet CN102382909 utilise l'hydrolyse acide avec une utilisation successive d'acide dilué et d'acide concentré. La demande de brevet JP2006088136 met en œuvre une pulvérisation fine de la biomasse par prétraitement mécanique, sans cuisson acide. La demande de brevet US2010/0009422 décrit un procédé de préparation d'éthanol comprenant notamment une étape de prétraitement thermique à la vapeur à haute température.

Présentation de l'invention

- [0015] L'invention a pour objectif d'hydrolyser la cellulose et le cas échéant l'hémicellulose contenue(s) dans la biomasse lignocellulosique résiduaire sans avoir recours à des procédés lourds de prétraitement et de purification, permettant ainsi de réduire les

impuretés, les coûts opérationnels liés à l'utilisation de catalyseurs chimiques, de simplifier les étapes ultérieures dites de « downstream processing » (*e.g.* étapes de clarification, de purification et de concentration), tout en obtenant un rendement massique optimum.

- [0016] L'invention a notamment pour but de développer un procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier d'un sirop comprenant du glucose, à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment des déchets de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton. Un autre but de l'invention est de valoriser ledit sirop de sucres en produisant des molécules biosourcées ou des biocarburants, de préférence de l'éthanol.
- [0017] Un autre but de l'invention est d'obtenir une molécule plateforme à haute valeur ajoutée (sucres ou autre) à partir de déchets papiers-cartons, et notamment utile pour la production de biocarburants et de molécules chimiques à faible impact environnemental et à faible coût.

Résumé de l'invention

- [0018] Selon un premier aspect, l'invention concerne un procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, ledit procédé comprenant notamment les étapes suivantes:
- a. optionnellement une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique;
 - b. i. une étape d'imprégnation et ii. une étape de prétraitement thermique de la biomasse lignocellulosique, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii. ;
 - c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité ; et
 - d. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles.
- [0019] Selon un second aspect, l'invention concerne un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier un sirop comprenant du glucose, susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention.
- [0020] Selon un troisième aspect, l'invention concerne l'utilisation du procédé ou du sirop selon l'invention pour produire des molécules biosourcées ou des biocarburants, de préférence de l'éthanol.
- [0021] Selon un quatrième aspect, l'invention concerne un procédé de production de biocarburants, en particulier d'éthanol.

Description détaillée de l'invention

- [0022] Toute référence à des intervalles de valeurs dans la description et/ou les revendications implique, sauf mention contraire, que les bornes des intervalles sont incluses.

[0023] L'invention concerne un procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier d'un sirop comprenant du glucose, à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton, ledit procédé comprenant les étapes suivantes:

a. optionnellement, une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ;

b. i. une étape d'imprégnation de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ou de la biomasse lignocellulosique broyée obtenue à l'issue de l'étape a. en milieu aqueux, de préférence dans de l'eau et à température ambiante, et

ii. une étape de prétraitement thermique mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, à une température comprise entre 80°C et 150°C, de préférence entre 90°C et 130°C, de manière plus préférée à 100°C ou 120°C, à un pH compris entre 6.5 et 8, notamment à un pH compris entre 6.8 et 7.5, de préférence à un pH neutre, afin d'obtenir un produit prétraité, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii.;

c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b. afin de convertir la cellulose et l'hémicellulose en un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier en un sirop comprenant du glucose ; et

d. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, obtenu à l'issue de l'étape c.

[0024] Dans un mode de réalisation préféré, l'invention concerne un procédé de production d'un sirop comprenant du glucose à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton comprend les étapes suivantes:

a. optionnellement, une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ;

b. i. une étape d'imprégnation de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ou de la biomasse lignocellulosique broyée obtenue à l'issue de l'étape a. en milieu aqueux, de préférence dans de l'eau et à température ambiante, et

ii. une étape de prétraitement thermique mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, à une température comprise entre 80°C et 150°C, à un pH compris entre 6.5 et 8, afin d'obtenir un produit prétraité, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii. ;

c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b. afin de convertir la cellulose et l'hémicellulose en un sirop comprenant du glucose; et

d. une étape de récupération du sirop comprenant du glucose obtenu à l'issue de l'étape c.

e. une étape de récupération du sirop comprenant du glucose obtenu à l'issue de l'étape d.

l'étape c.

[0025] Dans le contexte de l'invention, le terme « sirop de sucres » fait référence à un liquide visqueux et épais comprenant des sucres en solution. Le terme « sirop de sucres » peut être interchangeable avec le terme « jus sucré ».

[0026] Dans le contexte de l'invention, le terme « sucres fermentescibles » fait référence à des sucres simples ou leurs mélanges, par exemple le glucose, le fructose, l'arabinose, le mannose, le galactose, le xylose. Ces « sucres simples » sont susceptibles de fermenter sous l'action de levures ou de bactéries pour produire de l'alcool. Il s'agit en particulier de monosaccharides (*i.e.* de sucres comprenant 5 ou 6 atomes de carbones), notamment d'un hexose, tel le glucose. De préférence, les « sucres fermentescibles » font référence à des sucres monomériques fermentescibles, *i.e.* comprenant une seule unité. De manière encore plus préférée, les « sucres fermentescibles » comprennent ou consistent essentiellement en du glucose.

[0027] Dans le contexte de l'invention, le terme « biomasse lignocellulosique » fait référence à un substrat essentiellement constitué de cellulose (de 30 à 70%), d'hémicellulose (de 5 à 35%) et de lignine (de 5 à 25%). La cellulose est un polymère de glucose, *i.e.* hexose, l'hémicellulose est un polysaccharide constitué essentiellement de pentoses (*e.g.* xylose et arabinose) et de glucose, et la lignine est une macromolécule riche en motifs phénoliques. La cellulose est la principale source de sucres fermentescibles. La « biomasse lignocellulosique » utilisée dans l'invention comprend des déchets papetiers, mais elle peut également comprendre des résidus de type végétal. Des exemples non limitatifs de biomasse lignocellulosique de type végétal sont des résidus issus de l'industrie forestière et agricole tels que la paille de blé, les rafles de maïs et la bagasse de canne à sucre, des résidus de l'industrie agro-alimentaire. Les déchets papetiers peuvent avoir été recyclés plusieurs fois, par exemple jusqu'à 7 fois, et la taille moyenne des fibres contenues dans ces déchets papetiers est généralement comprise entre 0 mm et 2 mm, préférentiellement entre 0,1 mm et 1,5 mm.

[0028] Dans le contexte de l'invention, les déchets papetiers comprennent ou sont essentiellement constitués de déchets papiers et cartons. En général, les déchets papiers et cartons correspondent à un mélange de déchets papiers et cartons, ledit mélange pouvant comprendre entre 5 et 60% de cartonnets grisés, entre 5% et 60% de papiers imprimés du type des papiers de bureau et entre 5% et 100% de cartons ondulés.

[0029] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, les déchets papetiers sont choisis parmi le groupe constitué par des papiers (en particulier papier imprimé ou imprimable), cartons, notamment papiers journaux, magazines et boues de papeterie. Ces déchets peuvent contenir des impuretés indésirables telles que des plastiques, et des métaux, ainsi que des constituants d'encre, lesdites impuretés étant présentes en très

faible quantité.

[0030] Dans un mode de réalisation préféré de l'invention, les déchets papetiers sont un mélange de déchets lignocellulosiques (de type papier cartons) de basse qualité dans les proportions moyennes suivantes (+/- 5%, le pourcentage total ne dépassant pas 100%):

- Cartonnettes grises : 20%
- Journaux : 30%
- Magazines : 20%
- Papiers de bureau : 10%
- Cartons ondulés : 20%.

[0031] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, ladite biomasse lignocellulosique avant broyage et/ou imprégnation, *i.e.* biomasse lignocellulosique « brute », a une teneur en matière sèche totale comprise entre 70% et 100%, notamment entre 85% et 96%.

[0032] L'étape d'imprégnation (aussi appelée pulpage) b.i. permet d'obtenir une suspension relativement homogène ne présentant pas d'agglomérats flottants. En effet, les agglomérats sont en général moins bien voire non hydrolysés dans l'étape c. d'hydrolyse enzymatique subséquente. Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape d'imprégnation b.i. est effectuée pendant une durée comprise entre 5 et 30 minutes, de préférence pendant 15 minutes. L'étape d'imprégnation b.i. peut comprendre une mise sous agitation.

[0033] L'homme du métier sait mettre en œuvre les actions nécessaires pour obtenir l'homogénéisation désirée. Par exemple, un brassage pourra être mis en œuvre jusqu'à la disparition des blocs flottants, notamment de taille supérieure à 10 cm, disparition qui pourra être déterminée par un contrôle visuel effectué à intervalle prédéterminé et/ou régulier dans le réacteur.

[0034] La biomasse imprégnée obtenue à l'issue de l'étape b.i. présente typiquement une teneur en matière sèche totale comprise entre 5% et 30%, notamment entre 10% et 20%.

[0035] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, notamment dans le cas d'une biomasse brute compacte telle que des balles de papier/carton, ledit procédé pourra comprendre une étape a. de broyage de ladite biomasse lignocellulosique brute comprenant des déchets papetiers.

[0036] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, ledit procédé ne comprend pas d'étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers. Cela permet une meilleure tolérance vis-à-vis de la qualité de la biomasse entrante, les impuretés plastiques ou métalliques n'affectant pas l'efficacité ou le bon déroulement du procédé.

- [0037] Dans le contexte de l'invention, la biomasse lignocellulosique subit un prétraitement thermique afin d'augmenter sa réactivité à l'hydrolyse enzymatique et l'accessibilité de la cellulose aux enzymes.
- [0038] Dans l'art antérieur, un agent chimique de type acide ou base est habituellement ajouté à la biomasse lignocellulosique pour améliorer (catalyser) la libération de la cellulose. Cependant, la présence d'un catalyseur chimique génère des nuisances importantes en termes de purification, impactant fortement la viabilité économique de la filière.
- [0039] Ainsi, l'étape de prétraitement thermique b.ii. est mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, de préférence en l'absence de catalyseur chimique. Cela permet d'éviter la génération de molécules inhibitrices (notamment pour l'étape fermentation), de réduire les coûts opérationnels liés à l'utilisation de ces catalyseurs chimiques ainsi que la complexité des solutions de « downstream processing », tout en obtenant un rendement massique optimum.
- [0040] Avantagement, l'étape de prétraitement thermique b.ii. est mise en œuvre à une pression comprise entre 1 et 5 bars, de préférence entre 1.5 et 3 bars, de manière plus préférée à une pression égale à environ 2 bars.
- [0041] Typiquement, l'étape de prétraitement thermique b.ii. est mise en œuvre pendant une durée comprise entre 10 minutes et 120 minutes, de préférence entre 10 minutes et 60 minutes, de manière plus préférée pendant 30 minutes.
- [0042] Lesdites étapes d'imprégnation b.i. et de prétraitement thermique b.ii peuvent être réalisées simultanément ou de façon successive, notamment en fonction de la compacité de la biomasse lignocellulosique.
- [0043] Lorsque les étapes d'imprégnation b.i. et de prétraitement thermique b.ii. sont réalisées simultanément, ces deux étapes peuvent être mises en œuvre pendant une durée totale comprise entre 10 minutes et 120 minutes, de préférence entre 10 minutes et 60 minutes, de manière plus préférée pendant 30 minutes.
- [0044] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape d'imprégnation b.i. et l'étape de prétraitement thermique b.ii. sont réalisées simultanément, *e.g.* au sein d'un même réacteur, notamment en présence de biomasses lignocellulosiques très déliées telles que du papier non compacté.
- [0045] Dans un autre mode de réalisation préféré de l'invention, l'étape d'imprégnation b.i. et l'étape de prétraitement thermique b.ii. sont réalisées de façon successive, *e.g.* au sein de deux réacteurs différents. L'étape d'imprégnation b.i. est donc suivie d'une étape de prétraitement thermique b.ii. On contrôle alors mieux l'homogénéisation de la biomasse dans l'étape d'imprégnation. Cela présente l'avantage de rendre plus homogène et plus accessible la biomasse pour l'effet des enzymes, tout en assurant l'inactivation des microorganismes (notamment bactéries) présents initialement.

- [0046] Dans le contexte de l'invention, le produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b. peut être également désigné par le terme de « pâte » ou « slurry ». Cela signifie par exemple que les morceaux de papier ou de carton ne sont plus visibles à l'œil nu.
- [0047] Optionnellement, l'étape b. peut-être suivie d'une étape de congélation et/ou de décongélation et/ou de pasteurisation afin de limiter les risques de contamination dans l'étape subséquente d'hydrolyse enzymatique, ce qui pourrait entraîner des baisses de rendement.
- [0048] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape d'hydrolyse enzymatique c. est effectuée au moyen d'un cocktail enzymatique tel qu'un mélange d'enzymes cellulolytiques et/ou hémicellulolytiques, notamment un mélange de cellulases et d'hémicellulases.
- [0049] Les cellulases peuvent être choisies dans le groupe constitué par les endocellulases, les exocellulases, les β -glucosidases et leurs mélanges.
- [0050] Les hémicellulases peuvent être choisies dans le groupe constitué par les xylanases, les xylosidases, les endoglucanases, les endoxylanases, les endoxylanases et les β -xylosidases, ainsi que certaines arabinofuranosidases et estérases, et leurs mélanges.
- [0051] De préférence, le mélange d'enzymes cellulolytiques et/ou hémicellulolytiques est choisi parmi Ctech3® (Novozymes), Deltazym® (WeissBioTech) et Isobake CX®, de manière plus préférée Ctech3®.
- [0052] Typiquement, l'étape d'hydrolyse c. est mise en œuvre en utilisant entre 10 et 60 mg d'enzymes par g de biomasse, de préférence entre 10 et 60 mg d'enzymes par g de cellulose, de manière encore préférée entre 15 et 25 mg d'enzymes par g de cellulose.
- [0053] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, le rendement de l'hydrolyse enzymatique est compris entre 40% et 80%, typiquement entre 60% et 70%. En théorie, le rendement est calculé comme le rapport de la quantité de sucre monomérique libéré sur la quantité molaire totale disponible initialement. En pratique, les inventeurs ont mesuré la quantité de glucose libéré par rapport au taux de cellulose (taux de cellulose = quantité en poids dans quantité totale de matière brute).
- [0054] Cette étape d'hydrolyse enzymatique c. permet d'hydrolyser les sucres issus à la fois des fractions cellulosiques et hémicellulosiques.
- [0055] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape c. comprend une étape préalable d'ajustement du pH afin d'obtenir un pH acide, par exemple un pH d'environ 5. Le produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b., optionnellement congelé et/ou décongelé et/ou pasteurisé, présente en général un pH basique ou neutre, si bien que l'ajustement de pH est généralement effectué au moyen d'ajout d'un acide tel que l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique, de préférence l'acide sulfurique.
- [0056] Par rapport à une biomasse 2G traitée par les procédés de traitement classiques, par exemple à base d'acide, le sirop de sucres généré après hydrolyse enzymatique

contient une charge minérale plus faible, facilitant les étapes de purification et ne créant aucun complexe inhibiteur de fermentation comme le Furfural ou HMF, tout en permettant l'augmentation des rendements de libération des sucres.

[0057] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier le sirop comprenant du glucose, récupéré à l'issue de l'étape d. présente au moins l'une des caractéristiques suivantes :

- une teneur en matière sèche totale comprise entre 5% et 25%, de préférence entre 5% et 15% ;

- une teneur en glucose libre comprise entre 60% et 75%, typiquement entre 65% et 70% ;

- un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 60% et 90%, de préférence entre 80% et 90%.

[0058] Dans le contexte de l'invention, la teneur en matière sèche représente l'ensemble des matières sèches présentes dans le produit, mesurée par exemple suivant le protocole décrit dans la norme ISO 6731. La teneur en glucose libre représente la quantité de glucose (en masse sèche) par rapport à la quantité totale de matière (en masse sèche également) présente dans le produit, ce paramètre étant classiquement mesuré en phase liquide par HPLC ou par une méthode analytique équivalente puis estimé par calcul.

[0059] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, ledit procédé comprend en outre les étapes suivantes :

- e. une étape de clarification du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, récupéré à l'issue de l'étape d. afin de séparer les résidus solides des résidus liquides, ladite étape de clarification comprenant de préférence une étape de tamisage et/ou de décantation et/ou de centrifugation ;

- f. une étape de purification, de préférence sur charbon actif, du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, obtenu à l'issue de l'étape e. ; et

- g. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, purifié obtenu à l'issue de l'étape f.

[0060] Avantageusement, l'étape de clarification e. comprend une étape de tamisage et/ou de décantation et/ou de centrifugation. Dans un mode de réalisation particulier, l'étape de clarification e. comprend une étape de tamisage, de décantation et de centrifugation.

[0061] L'étape de purification f. selon l'invention permet d'éliminer les matières en suspension résiduelles, telles qu'une partie des ions et/ou sels, et de capter certains contaminants solubles tels que les sels métalliques et les résidus d'encre, etc.

[0062] Avantageusement, l'étape de purification f. est effectuée par filtration sur charbon

actif. Des exemples non limitatifs de charbon actif utilisables dans l'étape f. sont Colorsorb 620 en poudre (Jacobi), BGX en grain (Chemviron), CPW en poudre (Chemviron), CXV (charbon ancien).

- [0063] Ainsi, concernant la purification, la combinaison d'une simple étape de clarification (séparation solide/liquide) et un passage sur charbon actif apparaît suffisante. Cela constitue un avantage par rapport aux procédés de l'art antérieur, et notamment de sucres 2G, qui requièrent habituellement une étape de purification par chromatographie ionique.
- [0064] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, après l'étape de purification f. ou de récupération g., ledit procédé comprend en outre :
- h. une étape de concentration, de préférence au moyen d'un évaporateur sous vide, de manière plus préférée au moyen d'un évaporateur couche mince à recirculation forcée, du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, purifié obtenu à l'issue de l'étape f. ou g. ; et
 - i. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier du sirop comprenant du glucose, purifié et concentré obtenu à l'issue de l'étape h.
- [0065] L'étape de concentration permet notamment d'assurer la stabilité du produit en réduisant le risque de développement de contaminations (bactériennes notamment).
- [0066] Dans un mode de réalisation particulier, le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier le sirop comprenant du glucose, récupéré à l'issue de l'étape g. ou i., présente au moins l'une des caractéristiques suivantes :
- une teneur en matière sèche totale comprise entre 50% et 75%, de préférence de 60% ;
 - une teneur en glucose libre comprise entre 60% et 75%, typiquement entre 65% et 70% ;
 - un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 70% et 90%, typiquement entre 75% et 85%, notamment de 80%.
- [0067] Dans un mode de réalisation préféré, le procédé de production d'un sirop comprenant du glucose à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton, comprend les étapes suivantes:
- a. optionnellement, une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ;
 - b. i. une étape d'imprégnation de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ou de la biomasse lignocellulosique broyée obtenue à l'issue de l'étape a. en milieu aqueux, de préférence dans de l'eau et à température ambiante, et
 - ii. une étape de prétraitement thermique mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, à

une température comprise entre 80°C et 150°C, de préférence entre 90°C et 130°C, de manière plus préférée à 100°C ou 120°C, à un pH compris entre 6.5 et 8, notamment à un pH compris entre 6.8 et 7.5, de préférence à un pH neutre, afin d'obtenir un produit prétraité, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii.;

c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape

b. afin de convertir la cellulose et l'hémicellulose en un sirop comprenant du glucose ;

d. une étape de récupération du sirop comprenant du glucose obtenu à l'issue de l'étape c ;

e. une étape de clarification du sirop comprenant du glucose récupéré à l'issue de l'étape d. afin de séparer les résidus solides des résidus liquides, ladite étape de clarification comprenant de préférence une étape de tamisage et/ou de décantation et/ou de centrifugation ;

f. une étape de purification sur charbon actif du sirop comprenant du glucose obtenu à l'issue de l'étape e. ;

g. une étape de récupération du sirop comprenant du glucose purifié obtenu à l'issue de l'étape f ;

h. une étape de concentration, de préférence au moyen d'un évaporateur sous vide, de manière plus préférée au moyen d'un évaporateur couche mince à recirculation forcée, du sirop comprenant du glucose purifié obtenu à l'issue de l'étape g. ; et

i. une étape de récupération du sirop comprenant du glucose, purifié et concentré obtenu à l'issue de l'étape h.

[0068] L'invention concerne également un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier sirop comprenant du glucose, susceptible d'être obtenu par le procédé selon l'invention, caractérisé en ce que ledit sirop présente:

- un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 70% et 90%, de préférence entre 80% et 85% ; et/ou

- une teneur en furfural ou hydroxyméthylfurfural (HMF) de préférence inférieure à 5000 ppm, avantageusement inférieure à 200 ppm.

[0069] Ledit sirop peut comprendre des constituants autres que le glucose, lesdits constituants étant présents dans des proportions comprises entre 10% et 30%. Des exemples non limitatifs desdits constituants sont des sucres tels que le xylose, le galactose, l'arabinose, le mannose, des traces de solvant, des traces de cendres.

[0070] L'invention concerne également l'utilisation du procédé selon l'invention, ou du sirop selon l'invention pour produire des molécules biosourcées.

[0071] Des exemples non limitatifs de molécules biosourcées selon l'invention sont : les sucres (monosaccharides), l'éthanol, l'isobutène, le 1,3-propanediol, le 2,3-butanediol, l'acide 3-hydroxypropionique, l'acide acétique, l'acide butyrique, l'acide caprique,

l'acide citrique, l'acide fumarique, l'acide malique, l'acide propionique, l'acide pyruvique, l'acide succinique, l'acide lévulinique, l'acide 2,5-furandicarboxylique, le sorbitol, et le xylitol.

- [0072] A titre d'exemple, les molécules suivantes peuvent être produites par conversion biologique du glucose et ont été décrites dans l'art antérieur : l'acide lactique (Xu et al., 2014, Yadav et al., 2020), l'acide acétique (Kondo et al., 1996), l'acide butyrique (Fu et al., 2017), l'acide propionique (Wang et al., 2013), l'acide succinique (Ong et al., 2019), l'isopropanol (Ferreira dos Santos Vieira et al., 2020), l'isobutène (US20180057843, US9249430, WO2014086781), le butanol (Cheng et al., 2019 ; Birgen et al., 2019) et le farnesane (WO2007139924, WO2008045555).
- [0073] Les molécules biosourcées selon l'invention sont de préférence choisies dans le groupe constitué par l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide butyrique, l'acide propionique, l'acide succinique, l'isopropanol et l'isobutène, de manière encore plus préférée dans le groupe constitué par l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide butyrique, l'acide propionique et l'isopropanol.
- [0074] L'invention concerne également l'utilisation du procédé selon l'invention, ou du sirop selon l'invention pour produire des biocarburants, de préférence de l'éthanol.
- [0075] L'invention concerne également un procédé de production de biocarburants, en particulier d'éthanol, comprenant les étapes du procédé selon l'invention et une étape subséquente de fermentation afin de convertir le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier le sirop comprenant du glucose, récupéré à l'issue de l'étape g. ou i. en biocarburants, en particulier en éthanol.
- [0076] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape de fermentation est effectuée au moyen de levures et/ou de bactéries. Les levures peuvent être choisies dans le groupe constitué par des levures du genre *Saccharomyces*, *Yarrowia* et *Leuconostoc*. Les bactéries peuvent être choisies dans le groupe constitué par les bactéries du genre *Bacillus*, *Lactobacillus*, *Acetobacter*, *Escherichia*, *Clostridium* et *Zymomonas*. De préférence, l'étape de fermentation est effectuée au moyen de levures du genre *Saccharomyces*, de préférence *Saccharomyces cerevisiae*. Les bactéries peuvent être choisies parmi *Clostridium acetobutylicum* ou *Escherichia coli*.
- [0077] L'étape de fermentation selon l'invention peut être effectuée au moyen de levures et/ou de bactéries capables de fermenter à la fois les hexoses et les pentoses.
- [0078] Cette étape de fermentation permet de convertir les sucres issus à la fois des fractions cellulosiques et hémicellulosiques en biocarburants, en particulier en éthanol.
- [0079] Cette étape de fermentation peut avoir lieu avant les étapes ultérieures dites de « downstream processing », c'est-à-dire notamment avant les étapes de clarification e., de purification f. ou de concentration h.
- [0080] Dans un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape de fermentation est

effectuée dans un réacteur distinct de celui de l'étape d'hydrolyse enzymatique (procédé SHF) ou simultanément dans le même réacteur (procédés SSF, SSCF, CBP), de préférence dans un réacteur distinct de celui de l'étape d'hydrolyse enzymatique (procédé SHF).

[0081] Si l'étape de fermentation est effectuée simultanément dans le même réacteur que celui de l'étape d'hydrolyse enzymatique, le procédé selon l'invention ne comprend pas d'étape d.

[0082] Selon un mode de réalisation, le procédé peut comprendre, après l'étape de fermentation, une étape de purification de la molécule biosourcée ou du biocarburant, par exemple par distillation, notamment dans le cas de l'éthanol, l'étape de distillation étant précédée ou non par une étape de clarification.

[0083] Tous les modes de réalisation décrits ci-dessus peuvent être combinés entre eux.

Exemples

[0084] Les exemples suivants sont donnés à titre purement illustratif, et ne doivent en rien être interprétés comme limitant l'invention.

[0085] Exemple 1. Sirop de sucres obtenu à l'issue des étapes de prétraitement thermique et d'hydrolyse enzymatique.

[0086] Le sirop de sucres obtenu à l'issue de l'étape d'hydrolyse enzymatique c. du procédé selon l'invention a les caractéristiques suivantes :

- une teneur en matière sèche totale de 6,1%,
- 70,7% de glucose libre,
- un ratio de glucose sur sucres totaux de : 84,7%.

[0087] Le Tableau 1 ci-dessous indique la composition de ce jus sucré.

[0088] [Tableaux1]

Surnageant : jus sucré		
Masse		32,78
MST (%-kg)	6,1	2,01
Glucose libre (%/sec-kg)	70,7	1,42
Xylose libre (%/sec-kg)	12,8	0,26
Protéines (*6,25) (%/sec)	2,5	0,05
Cendres (%/sec)	3,8	0,08
Glucose total (%/sec-kg)	73,2	1,47
Glucose non libre	2,5	0,05

[0089] Exemple 2. Sirop de sucres obtenu à l'issue des étapes de séparation solide/liquide (clarification), purification et concentration.

[0090] Le sirop de sucres obtenu à l'issue de l'étape i. du procédé selon l'invention a les caractéristiques suivantes :

- une teneur en matière sèche totale de 59,79%,
- 70,8% de glucose libre,
- un ratio de glucose sur sucres totaux est de : 80,5%.

[0091] Le Tableau 2 ci-dessous indique la composition de ce jus sucré.

[0092] [Tableaux2]

Surnageant : jus sucré	
MST %	59,79
Glucose libre/sec	70,8
Xylose libre/sec	15,6
Galactose libre/sec	0,1
Arabinose libre/sec	0,2
Mannose libre/sec	1,3
HMF/sec	0,045
Furfural	0,000
Extrait hexane/sec	7,9
Cendres/sec	4,2
MAT/sec	0,3

[0093] Exemple 3. Différents essais concernant l'étape de prétraitement

[0094] Des essais sur la teneur en acide lors de la phase de prétraitement ont été réalisés, ils montrent que la cuisson sans acide permet d'atteindre un rendement massique optimum (Tableau 3).

[0095]

[Tableaux3]

N° RUN	MS final souhaitée	Quantité papier kg	Acide	MST mesurée	Conclusion
6	12%	5,021	H ₂ SO ₄ (96%) : 908g	14,16%	pH final : 2,24 produit homogène %Y*=82%
7	12%	5,021	H ₂ SO ₄ (96%) : 605g	11,90%	pH final : 6,56 produit homogène %Y*=80%
8	12%	5,021	H ₃ PO ₄ (75%) : 1162g	13,5%	pH final : 3,86 produit homogène %Y*=78%
9	12%	5,021	Sans acide	12,15%	pH final : 7,4 produit homogène %Y*=79%

[0096] De ces essais, il apparaît que :

- La meilleure digestibilité est obtenue à partir du papier cuit à 120°C/60min mais sans acide,

- Viennent ensuite les prétraitements à l'acide phosphorique puis à l'acide sulfurique.

[0097] Les résultats sont mentionnés dans le Tableau 4.

[0098] [Tableaux4]

N° RUN	Type de traitement	Digestibilité cellulosique
		à 72h
6	H ₂ SO ₄ (180kgt/MS)	48,2%
7	H ₂ SO ₄ (120kgt/MS)	50,7%
8	H ₃ PO ₄ (180kgt/MS)	53,4%
9	Sans acide	58,9%

[0099] Exemple 4. Etude de sensibilité du pH

[0100] Une étude de sensibilité du pH a été menée sur un flux de papiers cartons après cuisson présentant les résultats mentionnés dans le Tableau 5.

[0101]

[Tableaux5]

Pureté (à 63h)	Ctech3		
pH	5,84	4,5	7,1
	intermédiaire	Optimal enz.	natif
Glucose (%)	61,86	66,75	32,88
Xylose (%)	13,51	13,07	8,25
Sucres totaux (%)	75,3	79,8	41,1
Ratio Glucose/ Xylose	4,6	5,1	4,0

[0102] Exemple 5. Etude de l'effet dose (concentration en enzymes)

[0103] Une étude de l'effet dose a été menée sur un flux de papiers cartons après cuisson présentant les résultats mentionnés dans le Tableau 6.

[0104] [Tableaux6]

mg Pr/g cellulose	Ctech3				
	7	14	18	21	27
Glucose (%)	65,56	62,80	66,33	66,06	67,02
Xylose (%)	15,02	13,65	12,89	13,55	14,44
Sucres totaux (%)	80,6	76,4	79,2	79,6	81,5
Ratio Glucose/ Xylose	4,4	4,6	5,1	4,9	4,6

[0105] Exemple 6. Tests avec différents cocktails enzymatiques

[0106] 3 cocktails différents ont été utilisés sur du papier prétraité repulpé en présence de 20mg de protéines enzymatique/ g de cellulose. Les résultats sont mentionnés dans le Tableau 7.

[0107]

[Tableaux7]

Pureté %/sec (à 63h)	Ctech3	Deltazym	Isobake CX
Glucose (%)	62,15	55,86	41,76
Xylose (%)	11,58	1,65	5,95
Sucres totaux (%)	73,7	57,5	47,7
Ratio Glucose/Xylose	5,4	33,9	7,0

[0108] Exemple 7. Tests avec différents charbons actifs

[0109] 4 charbons actifs ont été testés pour la purification du sirop de sucres après hydrolyse et clarification :

- Colorsorb 620 en poudre de chez Jacobi
- BGX en grain de Chemviron
- CPW en poudre de chez Chemviron
- CXV (charbon ancien couramment utilisé sur ARD).

[0110] Les résultats sont mentionnés dans le Tableau 8.

[0111] [Tableaux8]

	Sans traitement CA	Colorsorb 620	CXV	BGX	CPW
Glucose (%)	64,62	64,50	62,30	62,42	63,92
Xylose (%)	12,04	12,28	11,85	11,87	12,36
Sucres totaux (%)	76,7	76,8	74,1	74,3	76,3

[0112] Exemple 8. Fermentation seule

[0113] 2 sirops de sucres non purifiés et non concentrés ont été utilisés pour tester la croissance d'une souche sauvage de *Saccharomyces cerevisiae* permettant la conversion du glucose libre en éthanol. Dans un premier temps, les essais ont été réalisés après clarification du sirop sucré (SHF), dans un second temps la levure a été directement ajoutée en milieu ou en fin d'étape d'hydrolyse afin que la fermentation soit effectuée dans le même réacteur (SSF#2 et SSF#1 respectivement). Les résultats obtenus sont mentionnés dans le Tableau 9.

[0114] [Tableaux9]

pureté (%/sec)	SHF		SSF #1		SSF #2	
	Glucose libre après hydrolyse	Ethanol après fer- mentation	Glucose libre max théoriqu e	Ethanol après fer- mentation	Glucose libre max théorique	Ethanol après fer- mentation
OCC (% matière brute)	48,32	18,30	62,92	23,61	62,92	24,33
Mix (% matière brute)	40,71	15,50	53,20	19,63	53,20	20,46

Références

- [0115] Nizami et al., *Bioresource Technol.* 2017, 241, 1101-1117 ;
 Soltanian et al. *Energy Conversion and Management* 2020, 212, 112792 ;
 Parisutham et al. *Bioresource Technol.* 2014, 161, 431-440 ;
 Xu et al. *Bioresource Technol.* 2014, 153, 23-29 ;
 Yadav et al. *Bioresource Technol.* 2020, 11, 100423 ;
 Kondo et al. *J. Ferment. Technol.* 1996, 81(1), 42-46 ;
 Fu et al. *Bioresource Technol.* 2017, 234, 389-396 ;
 Wang et al. *Bioresource Technol.* 2013, 137, 116-123 ;
 Ong et al., *Biochem Eng. J.* 2019, 148, 108-115 ;
 Ferreira dos Santos Vieira et al. *Fuel* 2020, 263, 116708 ;
 Cheng et al. *Bioresource Technol.* 2019, 284, 415-423 ;
 Birgen et al. *Biochem Eng. J.* 2019, 147, 110-117.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé de production d'un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles à partir de biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers, notamment de papier imprimable, de papier imprimé ou de carton, ledit procédé comprenant les étapes suivantes:
- a. optionnellement, une étape de broyage de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ;
 - b. i. une étape d'imprégnation de ladite biomasse lignocellulosique comprenant des déchets papetiers ou de la biomasse lignocellulosique broyée obtenue à l'issue de l'étape a. en milieu aqueux, et ii. une étape de prétraitement thermique mise en œuvre en l'absence d'ajout d'acide, à une température comprise entre 80°C et 150°C, à un pH compris entre 6.5 et 8, afin d'obtenir un produit prétraité, lesdites étapes d'imprégnation et de prétraitement thermique étant réalisées simultanément ou de façon successive selon i. puis ii. ;
 - c. une étape d'hydrolyse enzymatique du produit prétraité obtenu à l'issue de l'étape b. afin de convertir la cellulose et l'hémicellulose en un sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles; et
 - d. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles obtenu à l'issue de l'étape c.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite biomasse lignocellulosique avant broyage et/ou imprégnation a une teneur en matière sèche totale comprise entre 70% et 100%, notamment entre 85% et 96%.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'étape de prétraitement thermique b.ii. est mise en œuvre à une pression comprise entre 1 et 5 bars, de préférence entre 1.5 et 3 bars, de manière plus préférée à une pression égale à environ 2 bars.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'étape de prétraitement thermique b.ii. est mise en œuvre pendant une durée comprise entre 10 minutes et 120 minutes, de préférence entre 10 minutes et 60 minutes, de manière plus préférée pendant 30 minutes.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'étape d'hydrolyse enzymatique c. est effectuée au moyen d'un mélange d'enzymes cellulolytiques et/ou hémicellulolytiques, notamment un mélange de cellulases et d'hémicellulases.

- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier le sirop comprenant du glucose, récupéré à l'issue de l'étape d. présente au moins l'une des caractéristiques suivantes :
- une teneur en matière sèche totale comprise entre 5% et 25%, de préférence entre 5% et 15% ;
 - une teneur en glucose libre comprise entre 60% et 75%, typiquement entre 65% et 70% ;
 - un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 60% et 90%, de préférence entre 80% et 90%.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que ledit procédé comprend en outre les étapes suivantes :
- e. une étape de clarification du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles récupéré à l'issue de l'étape d. afin de séparer les résidus solides des résidus liquides ;
 - f. une étape de purification du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles obtenu à l'issue de l'étape e. ; et
 - g. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles purifié obtenu à l'issue de l'étape f.
- [Revendication 8] Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'après l'étape de purification f., ledit procédé comprend en outre :
- h. une étape de concentration du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles purifié obtenu à l'issue de l'étape f. ; et
 - i. une étape de récupération du sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles purifié et concentré obtenu à l'issue de l'étape h.
- [Revendication 9] Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que l'étape de purification f. est effectuée par filtration sur charbon actif.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, caractérisé en ce que le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles récupéré à l'issue de l'étape g. ou i. présente au moins l'une des caractéristiques suivantes :
- une teneur en matière sèche totale comprise entre 50% et 75%, de préférence de 60% ;
 - une teneur en glucose libre comprise entre 60% et 75%, typiquement entre 65% et 70% ;
 - un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 70% et 90%, typiquement entre 75% et 85%, notamment de 80%.
- [Revendication 11] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en

ce que le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles est un sirop comprenant du glucose.

- [Revendication 12] Sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles, en particulier un sirop comprenant du glucose, obtenu par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que ledit sirop présente:
- un ratio de glucose sur sucres totaux compris entre 70% et 90%, de préférence entre 80% et 85% ; et/ou
 - une teneur en furfural ou hydroxyméthylfurfural (HMF) de préférence inférieure à 5000 ppm, avantageusement inférieure à 200 ppm.
- [Revendication 13] Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 pour produire des molécules biosourcées, en particulier des molécules biosourcées choisies dans le groupe constitué par l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide butyrique, l'acide propionique, l'acide succinique, l'isopropanol et l'isobutène.
- [Revendication 14] Utilisation du procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11 pour produire des biocarburants, de préférence de l'éthanol.
- [Revendication 15] Utilisation du sirop selon la revendication 12 pour produire des molécules biosourcées, en particulier des molécules biosourcées choisies dans le groupe constitué par l'acide lactique, l'acide acétique, l'acide butyrique, l'acide propionique, l'acide succinique, l'isopropanol et l'isobutène.
- [Revendication 16] Utilisation du sirop selon la revendication 12 pour produire des biocarburants, de préférence de l'éthanol.
- [Revendication 17] Procédé de production de biocarburants, en particulier d'éthanol, comprenant les étapes du procédé selon les revendications 1 à 11 et une étape subséquente de fermentation afin de convertir le sirop de sucres comprenant des sucres fermentescibles récupéré à l'issue de l'étape g. ou i. en biocarburants, en particulier en éthanol.
- [Revendication 18] Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que l'étape de fermentation est effectuée au moyen de levures, notamment du genre *Saccharomyces*, de préférence *Saccharomyces cerevisiae*, et/ou de bactéries, notamment *Clostridium acetobutylicum* ou *Escherichia coli*.

**RAPPORT DE RECHERCHE
 PRÉLIMINAIRE**

 établi sur la base des dernières revendications
 déposées avant le commencement de la recherche
N° d'enregistrement
nationalFA 886615
FR 2008205

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X	WO 2010/113129 A2 (CHEMTEX ITALIA S R L [IT]; GARBERO MIRKO [IT] ET AL.) 7 octobre 2010 (2010-10-07)	12	C12P19/04 C12P7/06 C12P7/14
Y	* page 1, alinéa 1 * * page 2, alinéa 1 - page 4, alinéa 2 * * page 7, alinéa 2 * * page 11, alinéa 1-3 * * page 14, alinéa 1 - page 16, alinéa 2 * * page 17, alinéa 2-3 * * page 19, alinéa 2 - page 20, alinéa 2 * * exemple 6; tableaux 11-16 *	1-11, 13-18	C13K1/02 C10L1/02
Y	WO 2015/063256 A2 (BIOCHEMTEX SPA [IT]; BETA RENEWABLES SPA [IT]) 7 mai 2015 (2015-05-07) * page 5, lignes 9-22 * * page 10, ligne 15 - page 11, dernière ligne * * page 13, ligne 7 - page 14, ligne 12 * * page 21, ligne 22 - page 23, ligne 13 * * page 48, lignes 20-26 * * page 49, lignes 1-23 * * page 50, ligne 15 - page 55, ligne 1; figures 1-3; tableaux 1,2 *	1-11, 13-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) C12P
Y	WO 2017/088892 A1 (INBICON AS [DK]) 1 juin 2017 (2017-06-01) * page 1, alinéa 1 * * page 8, alinéa 3 * * page 25, lignes 13-19 * * page 50, ligne 21 - page 54, ligne 3; exemple 1 *	1-11, 13-18	
	----- -/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
1 avril 2021		Mateo Rosell, A	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

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

N° d'enregistrement
national

FA 886615
FR 2008205

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
Y	<p>PETERSEN M O ET AL: "Optimization of hydrothermal pretreatment of wheat straw for production of bioethanol at low water consumption without addition of chemicals", BIOMASS AND BIOENERGY, PERGAMON, AMSTERDAM, NL, vol. 33, no. 5, 1 mai 2009 (2009-05-01), pages 834-840, XP026033714, ISSN: 0961-9534, DOI: 10.1016/J.BIOMBIOE.2009.01.004 [extrait le 2009-01-30] * abrégé * * page 835, colonne de gauche, alinéa 4 - page 836, colonne de gauche, alinéa 2; tableau 2 * * page 837, colonne de gauche, dernier alinéa - page 839, colonne de gauche, alinéa 1; figures 1-5 * -----</p>	1-11, 13-18	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		1 avril 2021	Mateo Rosell, A
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		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	
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			

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2008205 FA 886615**

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 **01-04-2021**
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
WO 2010113129 A2	07-10-2010	AR 075994 A1	11-05-2011
		AU 2010231587 A1	17-11-2011
		BR PI1007595 A2	25-08-2015
		CA 2764581 A1	07-10-2010
		CN 102388144 A	21-03-2012
		CN 103992519 A	20-08-2014
		CO 6440568 A2	15-05-2012
		CU 20110179 A7	21-06-2012
		EC SP11011416 A	30-03-2012
		EG 26966 A	10-02-2015
		EP 2414531 A2	08-02-2012
		JP 5666554 B2	12-02-2015
		JP 2012522099 A	20-09-2012
		KR 20120007021 A	19-01-2012
		MA 33225 B1	02-04-2012
		MY 156613 A	15-03-2016
		NZ 595853 A	30-11-2012
		NZ 603144 A	28-03-2014
		PE 20120928 A1	18-08-2012
		RU 2011143865 A	10-05-2013
		SG 174592 A1	28-10-2011
		SG 183710 A1	27-09-2012
		TN 2011000481 A1	27-03-2013
		TW 201040279 A	16-11-2010
		US 2012104313 A1	03-05-2012
		US 2016115320 A1	28-04-2016
		WO 2010113129 A2	07-10-2010
		----- WO 2015063256 A2	07-05-2015
US 2016244894 A1	25-08-2016		
US 2019194832 A1	27-06-2019		
WO 2015063256 A2	07-05-2015		
----- WO 2017088892 A1	01-06-2017	BR 112018010585 A2	27-11-2018
		CA 3006226 A1	01-06-2017
		CN 108350226 A	31-07-2018
		EP 3380555 A1	03-10-2018
		EP 3447086 A1	27-02-2019
		US 2018346658 A1	06-12-2018
		WO 2017088892 A1	01-06-2017
