

Valorisation de la biomasse lignocellulosique à des fins non alimentaires - Agrorafinage en réacteur thermo-mécano-chimique (Extrudeur bi-vis)

Christine RAYNAUD
Directrice

CRT CATAR CRITT Agroressources



Xylo Dating

Jeudi 8 décembre 2016, ENSCBP - Pessac



R
e
c
h
e
r
c
h
e

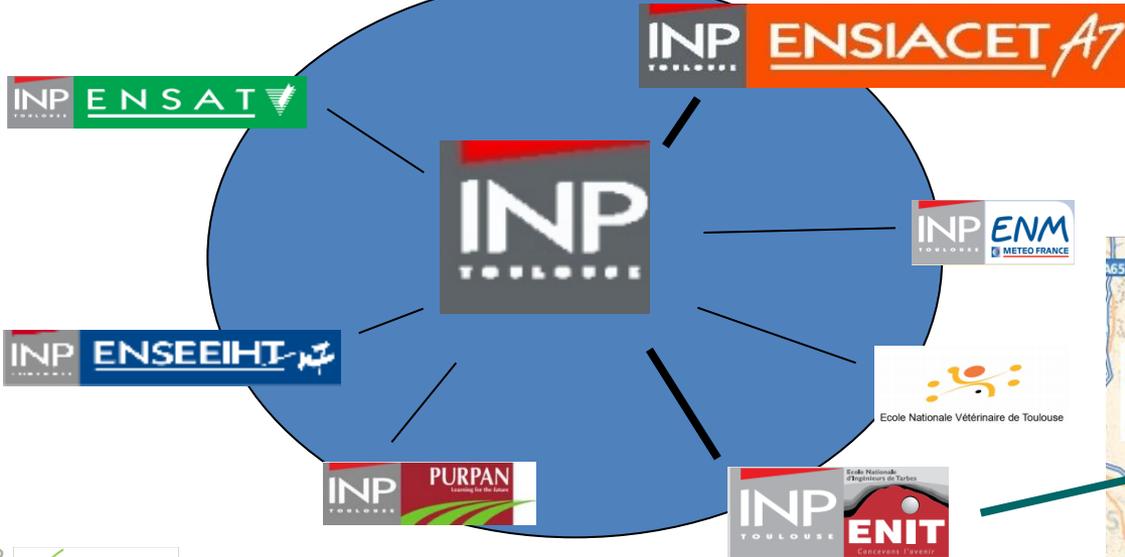


UMR INRA 1010



CRT 96/7

Transfert de Technologie



XYLODATING - ENSCBP - PESSAC - Jeudi 8 Déce





3BCAR 3.0

Des unités
Réunies sur ...



Grand Paris

- UMR Institut Jean Pierre Bourgin
- UMR Environnement et Grandes cultures
- UMR Fractionnement des AgroRessources et Environnement

Institut
Carnot
Plant2Pro

Bordeaux

- UMR Laboratoire de Chimie des Polymères Organiques
- ITERG Institut des Corps Gras

Grenoble

- UMR Laboratoire de Physiologie Cellulaire et Végétale (Equipe 2)

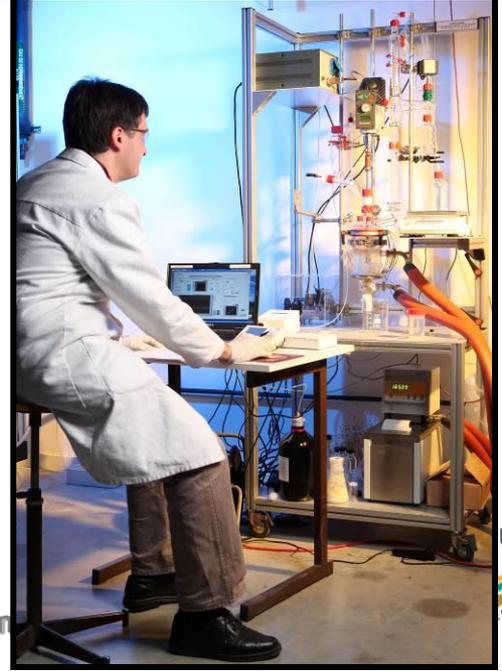
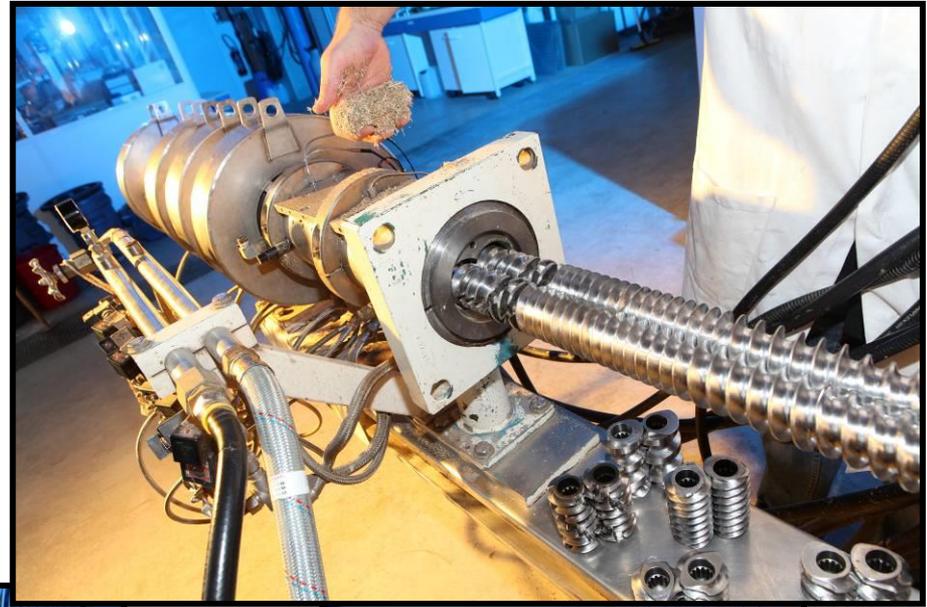
Toulouse

- UMR Lab d'Ingénierie des Systèmes Biologiques et des Procédés
- TWB - Toulouse White Biotechnology
- UMR Laboratoire de Chimie Agro-Industrielle
- CRT Bio-industries
- CRT CATAR
- UMR Laboratoire de Génie Chimique
- CRT Génie des Procédés et Technologies Environnementales

Montpellier / Côte Méditerranée

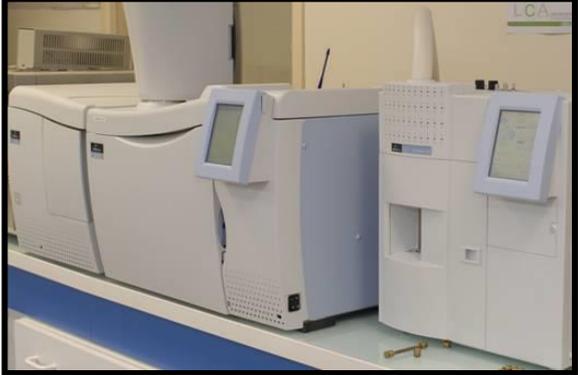
- UMR Ingénierie des Agropolymères et Technologies Emergentes
- UMR Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement
- INRA Transfert Environnement
- UR CIRAD BIOWOOEB
- UMR Biodiversités et Biotechnologies Fongiques

TOULOUSE



XYLODATING - ENSCBP - PESSAC - Jeudi 8 Décembre

TOULOUSE



L'outil



Halle de *démonstration* 953 m²

- Extrudeur bi-vis Clextral Evolum 53 (jusqu'à 200 kg/h)
- Presse à injecter Negri Bossi (160 tonnes)
- Presse hydraulique à plateaux chauffants Pinette EI (400 tonnes)
- Ligne complète d'extrusion mono-vis Scamex
- Cardeuse Laroche Cadette



Extrudeur bi-vis

TARBES



Extrudeur
mono-vis



Presse
à injecter

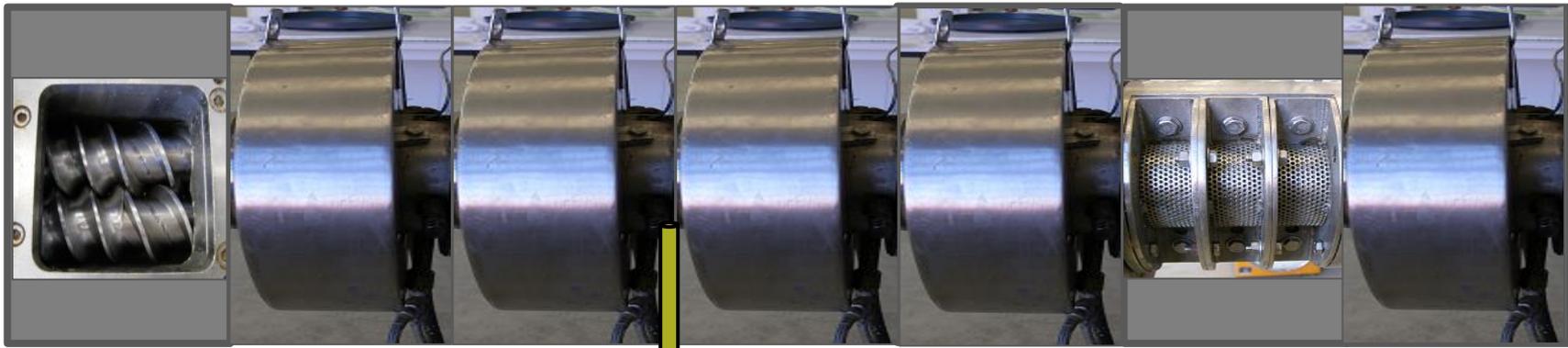
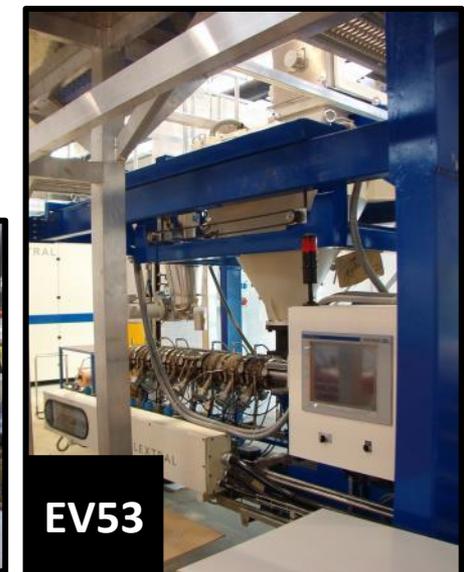
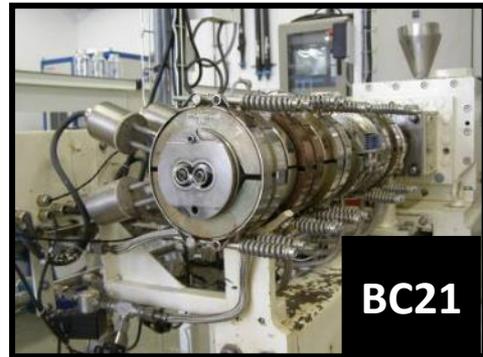


Presse
hydraulique

Cardeuse

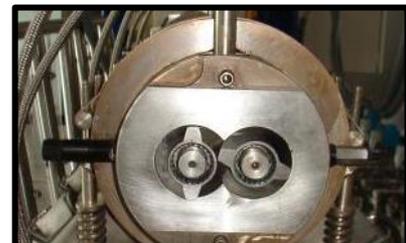


Présentation de l'outil extrudeur bi-vis



Liquide

Jeudi 8 Décembre 2016



Historique et Evolution des Moyens



Laboratoire
de Chimie Agro-Industrielle



Laboratoire de
Chimie des Agroressources

UMR 1010
CAI

Moyens
Humains



CRT CATAR CRITT AGRORESSOURCES



A7

Moyens
logistiques



Halle de
Transfert
CATAR

Halle de Démonstration
AGROMAT

- Surfaces (Toulouse + Tarbes)
- 1 900 m² laboratoires
- 2 800 m² de halles technologiques

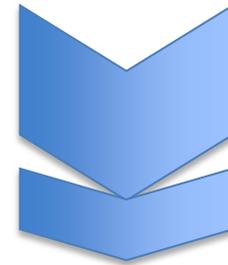


Thématiques de Recherche

Domaine : CHIMIE DU CARBONE RENOUVELABLE



Approche :
VALORISATION SEQUENCÉE
DE LA MATIÈRE VÉGÉTALE
(ANIMALE)



Concept :
AGRORAFFINERIE

Notre activité : les VANA

VALORISATIONS NON ALIMENTAIRES

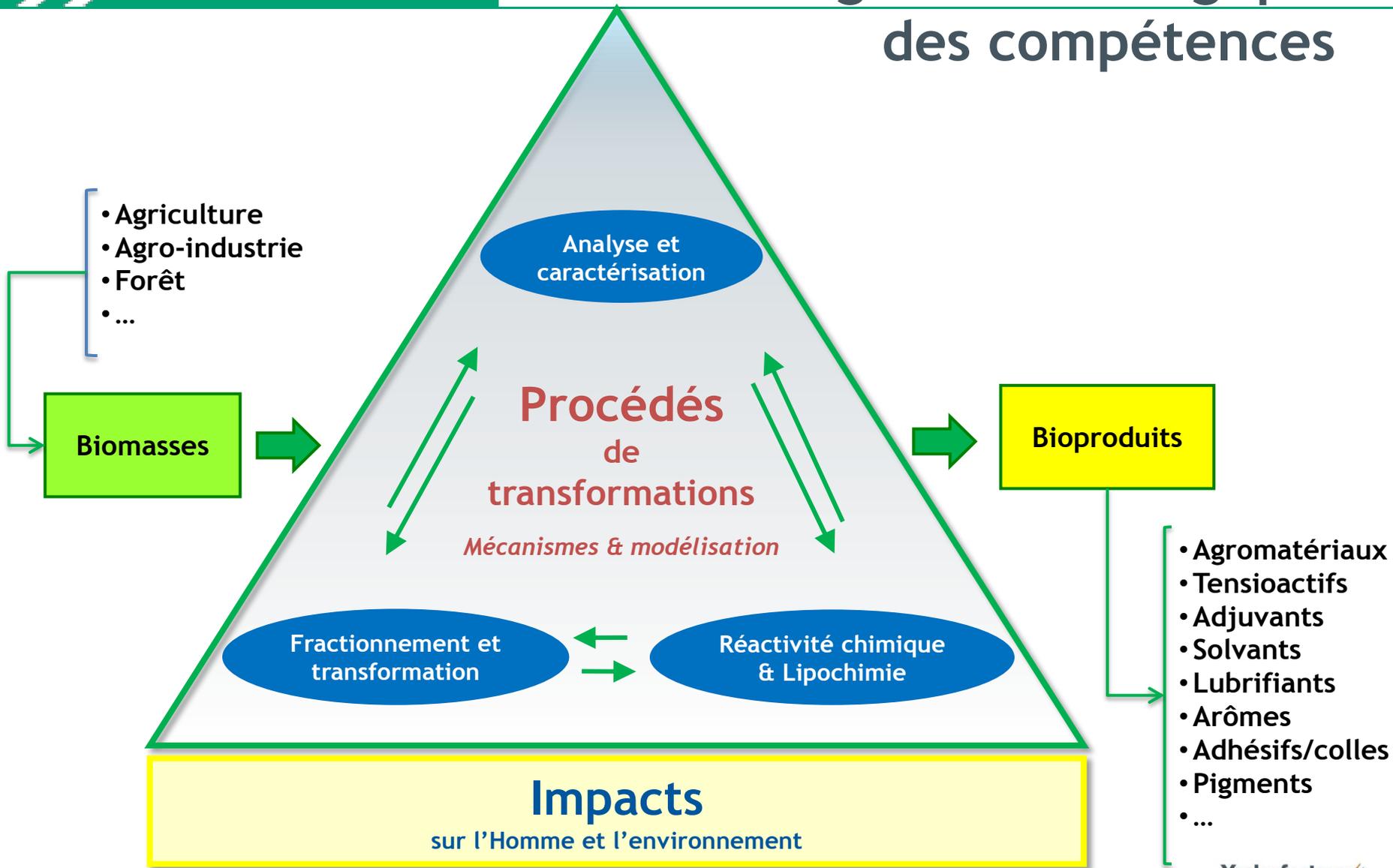
- des productions agricoles
- des productions forestières
- de leurs sous-produits

Transformations
chimiques

12 PRINCIPES DE LA CHIMIE VERTE

1. Prévention
2. Economie d'atomes
3. Synthèses moins nocives
4. Produits plus sécuritaires
5. Solvants plus sécuritaires
6. Rendement énergétique amélioré
- 7. MATIÈRES PREMIÈRES
RENOUVELABLES**
8. Réduction des sous-produits
9. Catalyse
10. Substances non-persistantes
11. Lutte contre la pollution
en temps réel
12. Chimie sécuritaire:
prévention d'accidents

Intégration stratégique des compétences



Quelles bioressources?

Ressources végétales et animales



Plantes
aromatiques



Plantes oléagineuses



Produits forestiers



Macro & Micro
Algues



Plantes
à fibres



Plantes à sucres



Produits animaux



Quelles bioressources?

Coproduits issus de la transformation des cultures



Photos LCA - droits réservés



1. Fractionnement

- Mécanique
- Thermomécanique
- Thermo-mécano-chimique

2. Extraction

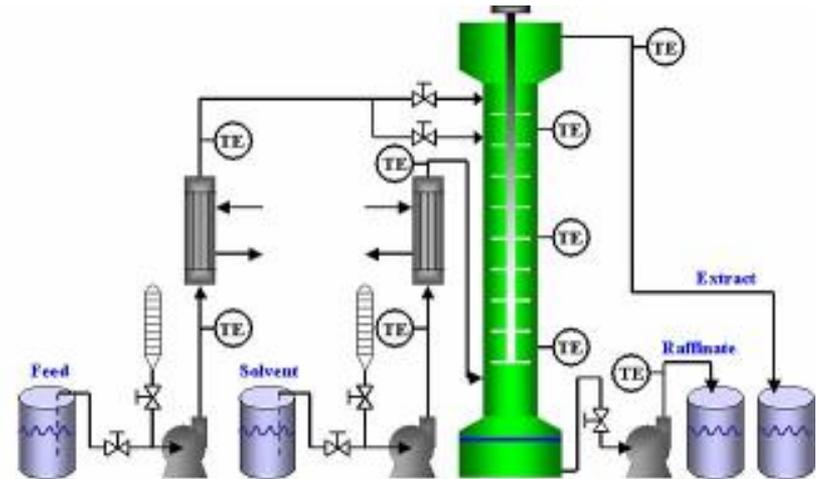
- Liquide/Liquide
- Liquide/Solide
- Liquide/Solide/Vapeur

3. Séparation

- Liquide/Solide
- Liquide/Liquide

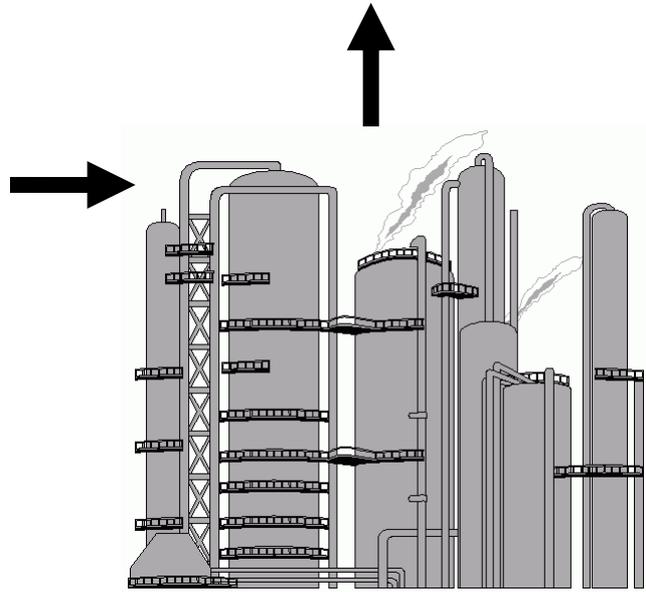
4. Purification

- Concentration
- Purification sur membrane et chromatographique
- Séchage, lyophilisation



Raffineries végétales

Agromolécules



Additifs

Ingrédients Biosourcés

→ Biocarburants



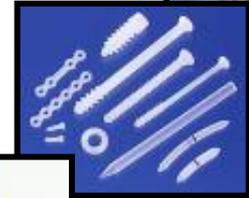
→ Biosolvants



→ Produits chimiques



→ Bioplastiques



→ Fibres végétales



→ Biolubrifiants



Bois et cellulose : Réactivité chimique

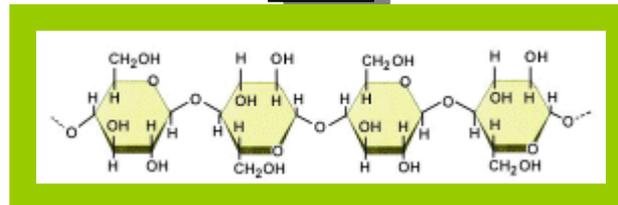
Modifications chimiques

Acylation
Carbonatation
Sulfuration

Milieus réactionnels

Thermo-mécano-chimiques
Emulsions
Liquides ioniques
Sans solvant
CO₂ supercritique
Micro-ondes

Modifications chimiques



Changements de propriétés

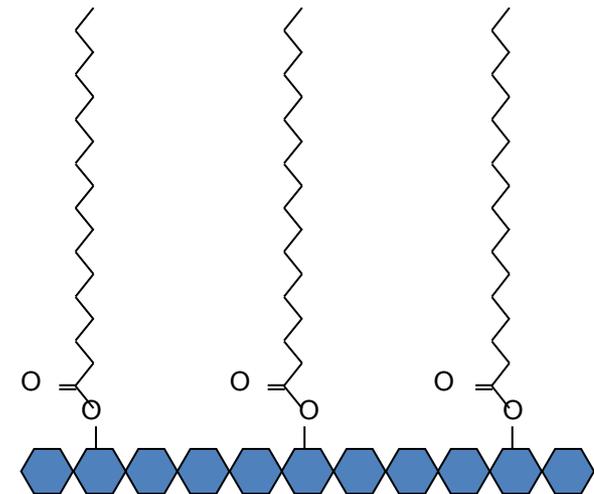
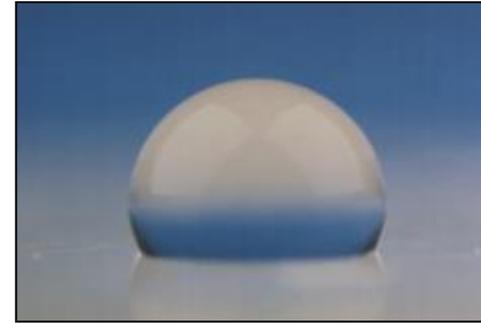
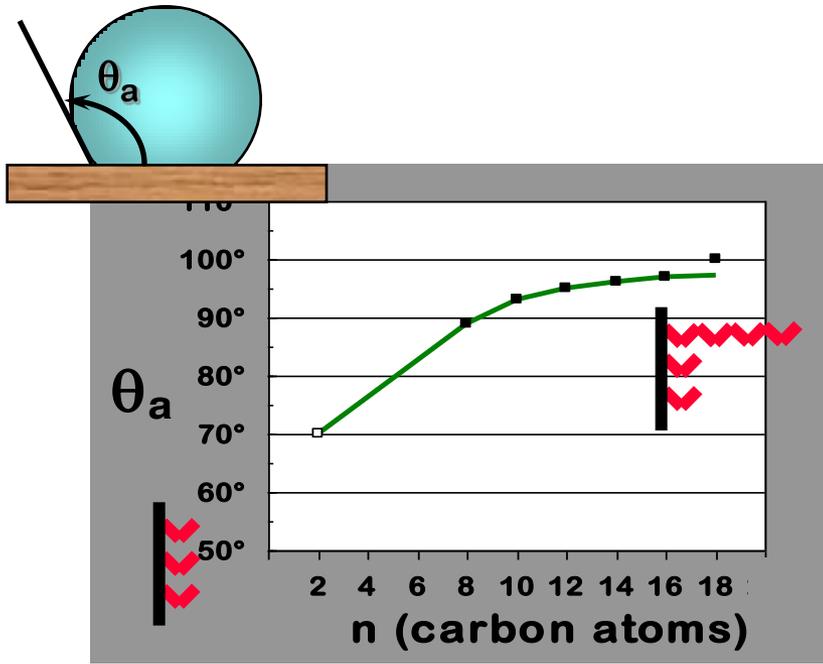
Plastification interne
Hydrophobation

Exemples

WoodProtect®
ASAM / SURFASAM



Hydrophobation



Matériaux hydrophobes
obtenus par greffage d'acides gras
avec $DS > 0,2$

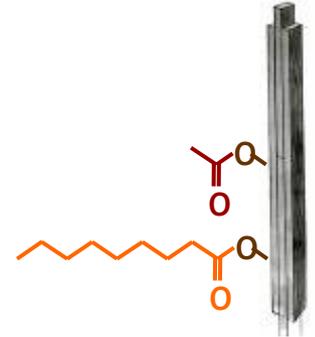


WoodProtect® de Lapeyre

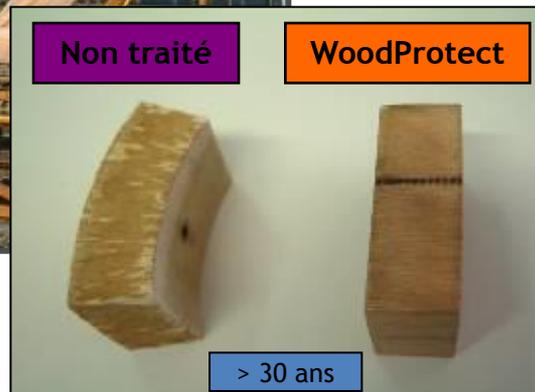
www.woodprotect.fr

LAPEYRE

**LE BOIS
QUI DÉFIE LE TEMPS**
UN PROCÉDÉ RÉVOLUTIONNAIRE
100% NATUREL



Plus durable que les bois exotiques



Nouvelle usine : 8000 m³/an sapin

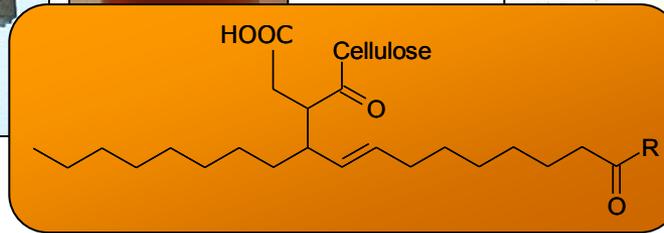
XYLODATING - ENSCBP - PESSAC - Jeudi 8 Décembre 2016

Brevet WO 03/084723

Imprégnation/Greffage



ASAM : Protection Bois Classe 3



Innovation. Alors que Toulouse est classée comme fortement infestée, un laboratoire de l'ENSIACET a mis au point un traitement pour le bois, 100% végétal.

Termites : l'arme fatale

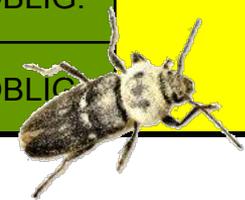
Historique de 1999. Plusieurs années ont été effectuées, une thèse a été soutenue sur le sujet en 2002, la verte (table validation) est venue en 2004. « Maintenant nous avons un produit sur le bois, un vrai LCA, pour arriver au stade de production du produit ».

collaboration public/privé

« Ce projet a été réalisé par des chercheurs d'un laboratoire public, ce type d'étude est financé par des industriels. En l'occurrence, nous travaillons à l'industrialisation du produit avec une association de PME du bois dans différents pays européens. Mais on n'est pas pour gagner de l'argent. Si il y a des bénéfices, ils reviennent pour l'entreprise » assure Carbon, avant de conclure : « Je suis fier pour le bois. Depuis 30 ans, on nous l'a gentiment avec les industriels. Seul 10% du budget va au ministère ».

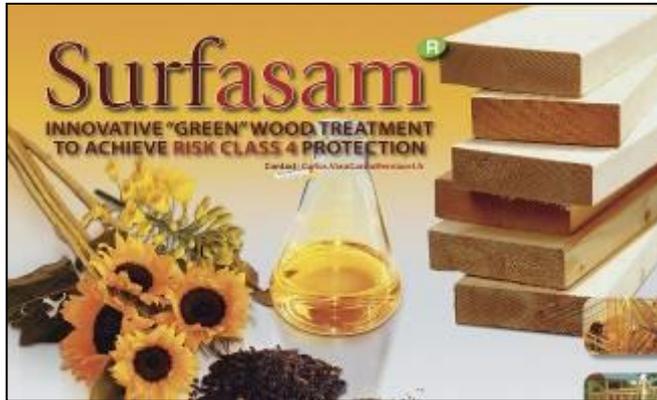
Olivier Auradou

| Classe d'emploi | Basidiomycètes EN 113 | Pourriture molle ENV 807 | Bleuissement EN 152 | Insectes à larves EN 46-47 | Termites EN 118 |
|-----------------|-----------------------|--------------------------|---------------------|----------------------------|-----------------|
| 1 | | | | OPT. | OPT. |
| 2 | OBLIG. | OK | | OPT. | OPT. |
| 3 | OBLIG. | | | OPT. | OPT. |
| 4 | OBLIG. | | OBLIG. | NO | OBLIG. |

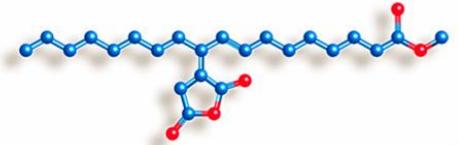




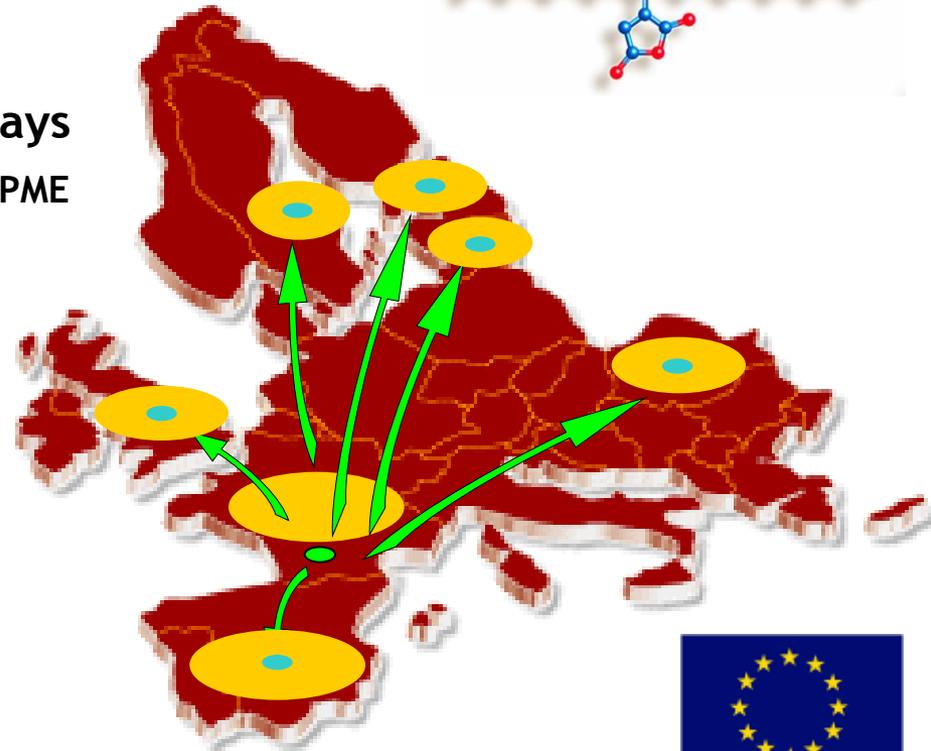
Projet Européen SURFASAM



www.surfasm.com



7 pays
> 1000 PME



CLASSE 4 : contact eau/sol



6^{ème} Programme Cadre
« Collective Research » Project
(2005-2008)

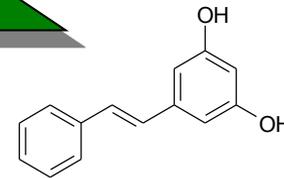
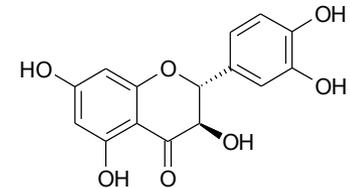
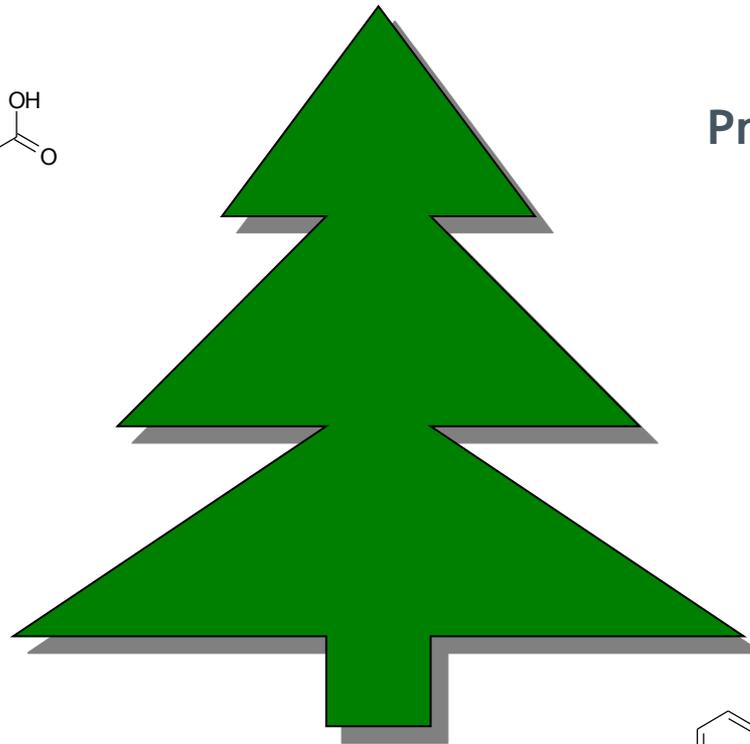
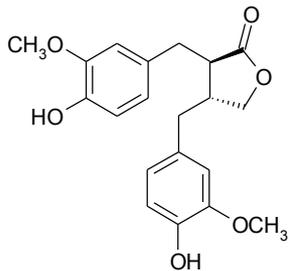
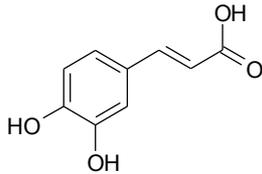


Bois et extractibles

Fractionnement en réacteur thermo-mécano-chimique

Exemple

Projet FUI « Bioextra »





BIOEXTRA



Céline MATHIEU
CRT CATAR CRITT Agroressources

Xylo Dating
Jeudi 8 décembre 2016, ENSCBP - Pessac

Exploiter les substances bioactives extractibles des résidus industriels des usines de pâte à papier

Financé par le Fonds Unique Interministériel AAP9

Budget 1,9M€

3 ans : 01/2010-01/2013

BioExtra



Producteurs papier et dérivés



Société d'extraction



Centres de ressources et de transfert



Laboratoires de recherche



USINES DE PATES A PAPIER



Coproduits de bois
résine, lignine,
dureté

Ecorces
500 t/jour

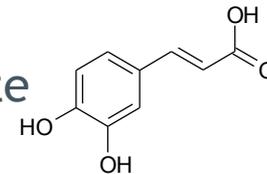
Nœuds
30 t/jour

Valorisation directe

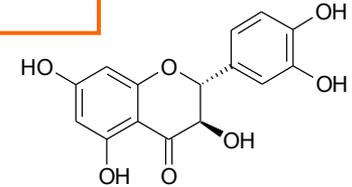


Chauffage, vapeur,
électricité

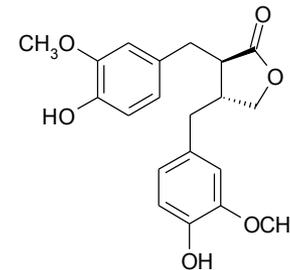
Valorisation indirecte



Acide caféique
(acide phénolique)

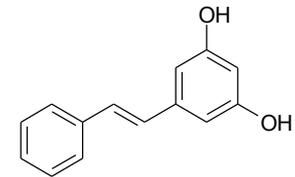


Taxifoline
(flavonoïde)



Matairésinol
(lignine)

Polyphénols



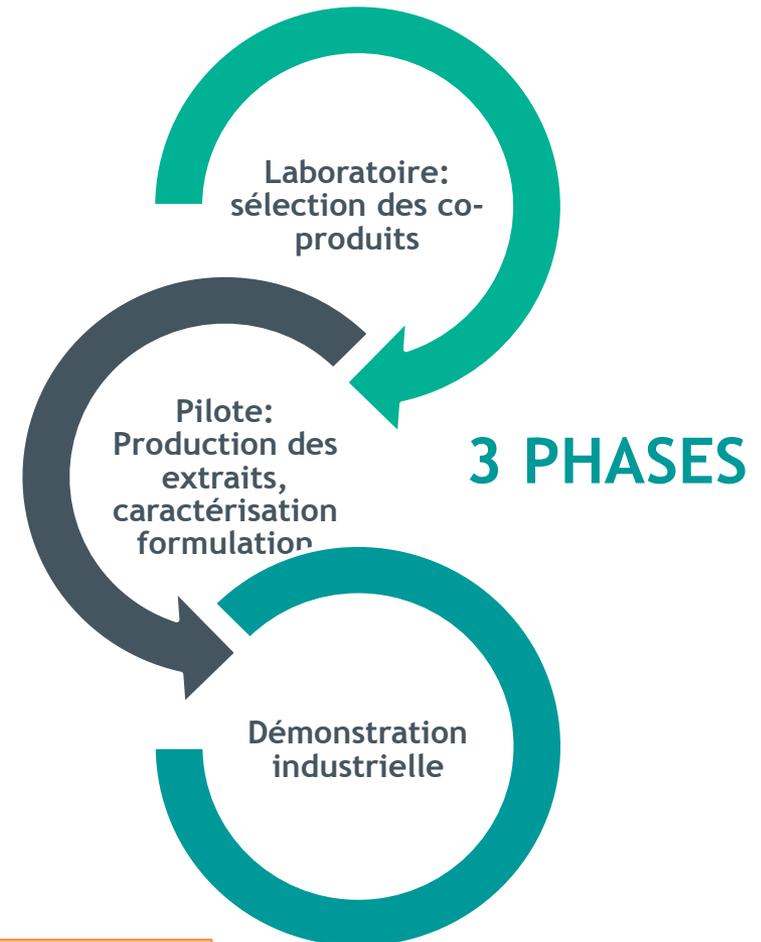
Pinosylvine
(stilbène)

FAO (2011) Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture, Rome, Italie
Pietarinen S, Willför S, Ahotupa M, Hemming J, Holmbom B (2006a). J Wood Sci 52 (5):436-444



OBJECTIFS DU PROJET

- Utiliser au mieux les co-produits en usine, avec la création d'une **nouvelle voie de valorisation** sur le site de production
- Extraire des substances bio-actives polyphénoliques, anti-oxydantes et/ou biocides
- Développer de nouvelles applications des substances naturelles bio-actives en substitution des produits de synthèse issus du pétrole



▶ LCA: Fractionnement en continu des co-produits

■ Espèces



Pin sylvestre
Pinus sylvestris



Pin noir
Pinus nigra



Pin maritime
Pinus pinaster



Peuplier
Populus tremula



Hêtre
Fagus sylvatica

Nœuds



Ecorces



Souches



- **Extractibles dans le bois**

Variable entre 1 et 5%

Résines, cires

Composés phénoliques

Terpènes

- **Cas particulier des écorces et des nœuds**

Rôle de protection contre les agressions est lié à la présence de nombreux composés phénoliques

Flavonoïdes

Lignanes

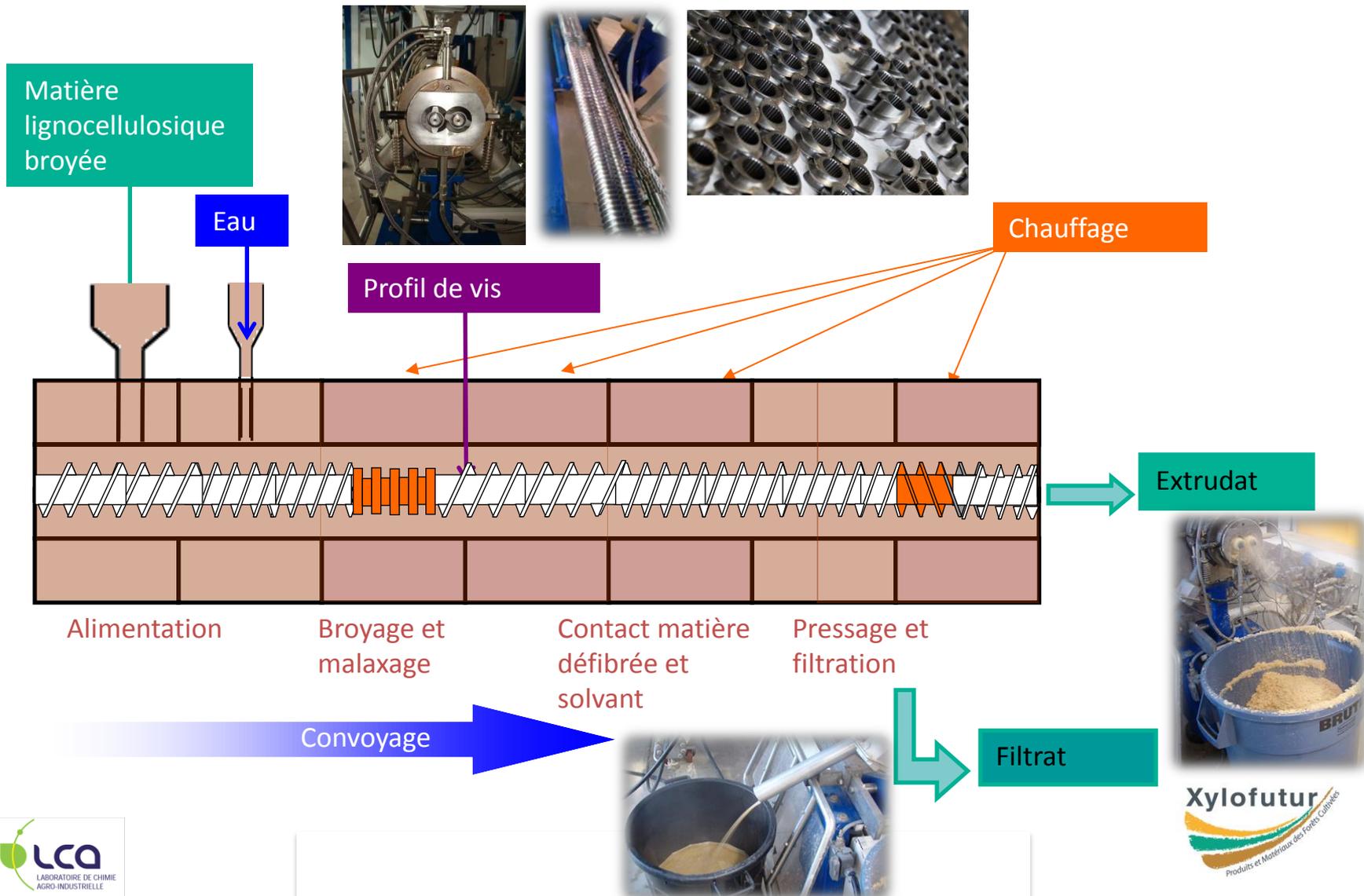
Tanins



Propriétés biologiques:

antioxydantes, antibactériennes, biocides

Etapas de l'extraction en réacteur bi-vis



Mise en œuvre des extraits en tant qu'additifs bioactifs- fabrication de matériaux fonctionnalisés à usage horticole

- Objectifs: effet des extraits sur la durabilité des matériaux horticoles

Deux modes d'incorporation des extraits: par mélange manuel et en extrudeur bi-vis

Tourteau de tournesol

Extraits bi-vis nœuds de pin maritime et d'écorces de peuplier à 0,5% ou 1% en poids sec

Injection des agrogranulats sur presse à injecter VE 160-720 Negro Bossi

- ▶ L'incorporation de l'extrait n'affecte pas la tenue du pot



APPLICATION

Essais de mise en culture de plans de tomates

- ▶ Effet stimulant sur la croissance des plantes après 18j non différencié quelque soit l'extrait

- La phase d'étude laboratoire a porté sur des écorces, nœuds et souches de pin maritime, pin sylvestre, pin noir, peuplier européen, et hêtre.
- Les rendements d'extraction en fonction des co-produits traités s'échelonnent entre 0,5 - 6,8 % (sec)
- Un rendement de 1,6% obtenu en démonstration industrielle en extrudeuse bi-vis sur des co-produits de résineux
- Les propriétés bioactives des extraits des écorces de feuillus montrent un effet antioxydant élevé. Les extraits de résineux ont un effet antimicrobien supérieur.
- Des flavonoides, stilbènes, lignanes et/ou acides phénoliques caractéristiques de chaque co-produit ont été identifiés (*Gesvab*)
- Les extraits d'écorces et de nœuds ont été mis en oeuvre dans des matériaux fonctionnalisés: papiers spécialisés (*Georgia Pacific, CTP*), produits de protection du bois (antitermites...) (*FCBA*), pots horticoles ...



MERCI DE VOTRE ATTENTION



Clément Celhay
Laure Candy
Anne Lung
Philippe Evon
William Tapia
Luc Rigal
Gérard Vilarem



Contact:



CRT CATAR CRITT Agroressources
Céline Mathieu - Ingénieure de Recherche
Christine Raynaud - Directrice
INPT- ENSIACET
Laboratoire de Chimie Agroindustrielle
4 Allée Emile Monso
Toulouse
Tél : 05 34 32 35 49
E-mail: celine.mathieu@ensiacet.fr
christine.raynaud@ensiacet.fr
<http://catar.critt.net/>