



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 30907 B1** (51) Cl. internationale : **C05F 11/02**
(43) Date de publication : **02.11.2009**

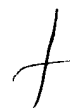
-
- (21) N° Dépôt : **31896**
(22) Date de Dépôt : **18.05.2009**
(30) Données de Priorité : **03.11.2006 IN 2020/CHE/20**
(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/IB2007/003324 02.11.2007**
(71) Demandeur(s) : **BIJAM BIOSCIENCES PRIVATE LIMITED, Nagarjuna Hills, Punjagutta Hyderabad 500082 (IN)**
(72) Inventeur(s) : **PRASAD, Durga, Yandapalli**
(74) Mandataire : **SABA & CO**

-
- (54) Titre : **FABRICATION DE MOLECULES ORGANIQUES FONCTIONNELLEMENT EFFICACES PROVENANT DU CLIVAGE DE LA LIGNITE**
(57) Abrégé : L'INVENTION CONCERNE DE NOUVELLES MOLÉCULES ORGANIQUES FONCTIONNELLEMENT EFFICACES PRÉSENTANT DIVERSES MASSES MOLÉCULAIRES OBTENUES PAR CLIVAGE DE LIGNITE PAR LE PEROXYDE D'HYDROGÈNE OU LE PEROXYDE D'HYDROGÈNE ALCALIN DE FAÇON PRÉDOMINANTE AU-DESSOUS D'UNE MASSE MOLÉCULAIRE DE 1000, LES MASSES MOLÉCULAIRES DESDITES MOLÉCULES ORGANIQUES FONCTIONNELLEMENT EFFICACES VARIANT EN FONCTION DES CONDITIONS RÉACTIONNELLES TELLES QUE LES CONDITIONS DE CONCENTRATION DE PEROXYDE D'HYDROGÈNE, DE TEMPS DE RÉACTION, DE TEMPÉRATURE, DE RAPPORT DE LA LIGNITE AU PEROXYDE D'HYDROGÈNE, DE QUALITÉ DE LA LIGNITE, ETC. CES MOLÉCULES ORGANIQUES SONT FONCTIONNELLEMENT PLUS EFFICACES QUE LES MOLÉCULES ORGANIQUES NORMALES (ACIDES HUMIQUE, FULVIQUE, ETC.) PRÉSENTES NATURELLEMENT DANS LA LIGNITE OU LA LÉONARDITE EN RAISON D'UNE NATURE RÉACTIVE ACCRUE OBTENUE

PAR TRAITEMENT PAR LE PEROXYDE D'HYDROGÈNE OU LE PEROXYDE D'HYDROGÈNE ALCALIN QUI RÉSULTE DU CLIVAGE DE LA LIGNITE. CES MOLÉCULES ORGANIQUES FONCTIONNELLEMENT EFFICACES ONT DES UTILITÉS DANS DIVERS DOMAINES TELLES QUE L'AGRICULTURE ET LA MÉDECINE.

ABREGE

L'invention concerne de nouvelles molécules organiques fonctionnellement efficaces présentant diverses masses moléculaires obtenues par clivage de lignite par le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin de façon prédominante au-dessous d'une masse moléculaire de 1000, les masses moléculaires desdites molécules organiques fonctionnellement efficaces variant en fonction des conditions réactionnelles telles que les conditions de concentration de peroxyde d'hydrogène, de temps de réaction, de température, de rapport de la lignite au peroxyde d'hydrogène, de qualité de la lignite, etc. Ces molécules organiques sont fonctionnellement plus efficaces que les molécules organiques normales (acides humique, fulvique, etc.) présentes naturellement dans la lignite ou la léonardite en raison d'une nature réactive accrue obtenue par traitement par le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin qui résulte du clivage de la lignite. Ces molécules organiques fonctionnellement efficaces ont des utilités dans divers domaines telles que l'agriculture et la médecine.

(ONZE PAGES)**BIJAM BIOSCIENCES PRIVATE LIMITED
P. P. SABA & CO., Casablanca**

WO 2008/053339

PCT/IB2007/003324

DOMAINE DE L'INVENTION

- 5 Cette invention concerne en général le domaine des sciences des matériaux. En particulier, cette invention concerne la production de molécules organiques fonctionnellement efficaces provenant du clivage du lignite. Cette invention concerne également un procédé de fabrication de molécules organiques fonctionnellement efficaces provenant du lignite ayant des applications dans divers
10 domaines comme la médecine et l'agriculture.

CONTEXTE DE L'INVENTION

- Le lignite également désigné par charbon brun est la classe la plus basse de charbon et est utilisé presque exclusivement comme combustible dans la génération d'énergie électrique à vapeur. Bien qu'il y ait eu des tentatives de produire des
15 produits à valeur ajoutée pour d'autres utilités, la consommation principale de lignite est essentiellement la production d'énergie électrique. Le lignite, qui est riche en carbone, est le résultat de la décomposition sur des millions d'années de la végétation qui a subi une compaction et un chauffage. En raison de son origine végétative, ce matériau est très riche en diverses molécules organiques
20 fonctionnellement efficaces et il sera très bénéfique d'utiliser ces molécules organiques fonctionnellement efficaces présentes dans le lignite.

- Ces molécules organiques fonctionnellement efficaces sont fonctionnellement plus efficaces que les molécules organiques normales (acides humiques, fulviques, etc.) présentes dans le lignite ou la léonardite en raison de la nature réactive renforcée
25 obtenue par traitement avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin occasionnant le clivage du lignite.

- Par conséquent, l'objectif de la présente invention concerne un procédé de production de molécules organiques fonctionnellement efficaces provenant du clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène
30 alcalin.

OBJECTIFS DE L'INVENTION

- De là, l'objectif primaire de cette invention concerne la production de molécules organiques fonctionnellement efficaces à partir du lignite, qui sont bénéfiques pour diverses applications en médecine et dans l'agriculture. Un autre objectif de cette
35 invention consiste à développer un procédé de production de molécules organiques fonctionnellement efficaces à partir du lignite.

- Un autre objectif de cette invention aussi concerne des molécules organiques fonctionnellement efficaces ayant diverses masses moléculaires, qui seront utiles dans les médicaments afin de traiter diverses maladies y compris les maladies
40 virales.

Un autre objectif aussi de cette invention concerne un procédé nécessaire de production de produits souhaités du clivage ayant diverses masses moléculaires qui sont utiles pour dériver des nutriments dans les utilités agricoles.

5 Il est possible d'utiliser ces molécules à la fois pour la protection et la nutrition des plantes à double action.

Un autre objectif aussi de cette invention concerne la production de molécules organiques fonctionnellement efficaces afin de synthétiser divers matériaux hybrides organiques trouvant des applications dans divers domaines comme la lutte anti-pollution.

10 RESUME DE L'INVENTION

Pour réaliser les objectifs susmentionnés ainsi que d'autres, la présente invention concerne de nouvelles molécules organiques fonctionnellement efficaces provenant du lignite, qui sont des constituants actifs trouvant emploi dans divers domaines, comme les fins thérapeutiques, les fins nutritionnelles, les fins d'immobilisation, et
15 pouvant concevoir des produits caractérisés par une spécificité et une sélectivité visant une meilleure performance.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Cette invention sera maintenant décrite en détail afin d'illustrer et d'expliquer diverses caractéristiques saillantes de l'invention. Un mode de réalisation de
20 l'invention concerne la production de molécules organiques fonctionnellement efficaces par clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin. Un autre mode de réalisation de la présente invention concerne un procédé de production de molécules organiques fonctionnellement efficaces de masse moléculaire souhaitée par une réaction appropriée avec le peroxyde
25 d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin.

Ce procédé implique également la production de molécules organiques fonctionnellement efficaces qui sont solubles et qui peuvent être ligaturées selon une et/ou plusieurs combinaisons, servant à traiter des maladies, à concevoir des nutriments efficaces, à préparer des matériaux hybrides organiques ou inorganiques,
30 etc.

Dans un mode de réalisation préféré, la présente invention concerne un procédé de production de molécules organiques à partir du lignite ; ce procédé comprenant les étapes suivantes :

- (a) Microniser le lignite avec une taille inférieure à vingt microns.
- 35 (b) Sécher le lignite micronisé pour éliminer l'excès d'humidité.
- (c) Traiter le lignite micronisé en poudre avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin.
- (d) Extraire les molécules organiques fonctionnellement efficaces à la fin de la réaction de clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde
40 d'hydrogène alcalin par une centrifugation et une élimination du surnageant.

(e) Sécher la solution résultante avec un sécheur (si une forme en poudre est souhaitée).

Dans un autre mode de réalisation, la transformation du lignite en poudre est obtenue au moyen de broyeurs et la micronisation de la poudre de lignite est effectuée au moyen d'un microniseur afin d'obtenir la taille particulaire souhaitée en microns.

Dans un autre mode de réalisation, la réaction du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin est optimisée par des compositions variables à des températures variables pour obtenir des molécules organiques fonctionnellement efficaces de masse moléculaire souhaitée à partir du clivage du lignite.

Dans un autre mode de réalisation, la solution résultante obtenue par le clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin est purifiée par centrifugation.

Dans un autre mode de réalisation, la solution résultante est ultrafiltrée pour obtenir des molécules de masse moléculaire souhaitée.

Le traitement du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin produit des molécules organiques solubles de petite taille.

BREVE DESCRIPTION DES FIGURES ANNEXEES

La figure (1) concerne les diverses étapes impliquées dans le procédé de fabrication de molécules organiques fonctionnellement efficaces à partir du lignite.

La figure (2) concerne l'analyse FTIR de molécules organiques fonctionnellement efficaces produites par clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène.

L'invention sera maintenant décrite dans la description suivante. La nature et le mode de réalisation de l'invention seront maintenant décrits en détail :

La figure (1) concerne les diverses étapes impliquées dans le procédé de fabrication de molécules organiques fonctionnellement efficaces à partir du lignite.

La figure (2) concerne l'analyse FTIR de molécules organiques fonctionnellement efficaces qui sont produites à partir du lignite. Les échantillons liquides sont analysés par FTIR dans une cellule au fluorure de calcium auxiliaire de FTIR. L'absorbance caractéristique des pics est observée aux nombres d'ondes 1600 +/- 200 (cm⁻¹).

Le demandeur présente maintenant une description spécifique à titre d'exemple et illustratif de l'invention et cette description ne devrait nullement être considérée comme limitant la portée de l'invention.

5-25% de peroxyde d'hydrogène est ajouté au lignite micronisé selon un rapport de 1:2 à 1:5 (v/w) en fonction de la qualité du lignite. Avant l'ajout, le peroxyde d'hydrogène est refroidi à -20°C pendant quelques heures. La réaction est effectuée à 10° jusqu'à 15°C pendant une heure et plus tard à 20°C pendant trois heures. Après cette réaction, la même étape est répétée à deux, trois ou plusieurs reprises en

fonction du type de lignite. Plus tard, 50% de peroxyde d'hydrogène est directement ajouté à la substance résultante à la température ambiante c'est-à-dire 25 à 30°C selon un rapport de 1:1 (v/w). Le matériau résultant est extrait à l'eau et centrifugé à 5,000 jusqu'à 10,000 RPM par une centrifugation continue pour obtenir des molécules organiques solubles fonctionnellement efficaces provenant du clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène. Un traitement intense avec le peroxyde d'hydrogène accompagné de meilleures conditions de concentration, temps, température et dose produit des molécules organiques fonctionnellement efficaces de masse moléculaire inférieure, tandis que la taille dérivée des molécules organiques fonctionnellement efficaces dépend des conditions réactionnelles du lignite avec le peroxyde d'hydrogène.

Le peroxyde d'hydrogène alcalin (contenant un alcali, NaOH ou KOH (1-10%)) avec le peroxyde d'hydrogène (0.2 à 20%) est ajouté au lignite selon un rapport de 1:2 à 1:5 en fonction de la qualité du lignite. La réaction est effectuée à la température ambiante (25 à 30°C). Après 2-6 heures de réaction, les molécules organiques fonctionnellement efficaces sont extraites par précipitation ou centrifugation.

5 ml d'extrait de molécules organiques sont ajoutés à 500 ml d'eau contenant 20 PPM de nitrate d'uranyle. Après un mélange approprié, la solution est centrifugée à 5000 RPM et la teneur en uranium est estimée par un procédé colorimétrique en utilisant un réactif PAR à 540 nm. Les molécules organiques fonctionnellement efficaces décontaminent l'uranium significativement par une réduction jusqu'aux niveaux PPB à partir des niveaux PPM.

3 ml d'extrait de molécules organiques fonctionnellement efficaces sont ajoutés à 100 ml d'eau distillée et on fait germer des graines de riz dans des boîtes de Pétri. Environ 100 graines de riz sont placées dans des boîtes de Pétri ayant un diamètre de 16 cm, après avoir placé un papier-filtre Whatman au fond de la boîte de Pétri contenant 100 ml d'eau distillée. Après 10 jours, on observe une croissance poussée parmi les plantes traitées avec une augmentation de la biomasse de 15-20% indiquant la nature favorisant la croissance des molécules organiques fonctionnellement efficaces, ce qui peut contribuer à améliorer le rendement.

Les nutriments végétaux chélatés sont fabriqués en faisant réagir des nutriments végétaux avec des molécules organiques fonctionnellement efficaces pour une meilleure absorption et une utilisation efficace dans une application foliaire et au sol. Par exemple, une solution de nitrate de cuivre, de nitrate de zinc, de nitrate de magnésium avec ou sans alcool est ajoutée à l'extrait de molécules organiques fonctionnellement efficaces pour la chélation.

Les engrais phosphatés organiques sont fabriqués par l'ajout de molécules organiques fonctionnellement efficaces extraites du lignite aux engrais phosphatés (1-10% v/w) comme le superphosphate, DAP. Ces molécules organiques fonctionnellement efficaces sont ajoutées à l'acide phosphorique (1-10% v/v) et des engrais phosphatés sont préparés avec cet acide phosphorique organique en utilisant des charges appropriées. Ces engrais phosphatés organiques appliqués aux cultures

comme le coton, les arachides, le riz, en dose de base augmentent le rendement jusqu'à 10 - 20% par comparaison aux engrais phosphatés réguliers. L'ajout de molécules organiques fonctionnellement efficaces aux engrais phosphatés favorise la disponibilité du phosphate chez les plantes.

- 5 Quand testées pour la taille des molécules organiques fonctionnellement efficaces par ultrafiltration au moyen d'une cellule agitée Amicon à ultrafiltration (Millipore), il s'est avéré que la plupart des molécules organiques fonctionnellement efficaces ont une masse moléculaire inférieure à 1000.

- 10 Les molécules organiques solubles fonctionnellement efficaces avec un petit pourcentage de peroxyde d'hydrogène avec ou sans alcools, quand atomisées sur divers organismes nuisibles des cultures, luttent contre la population d'organismes nuisibles tout en améliorant le rendement.

Ces molécules organiques fonctionnellement efficaces sont capables de traiter les maladies virales des plantes et des animaux.

- 15 Ces molécules organiques solubles peuvent être utilisées à titre de produits de fertigation.

Les molécules organiques solubles fonctionnellement efficaces immobilisées sur diverses substances séquestrent des métaux, des peptides, etc.

- 20 Les molécules organiques solubles fonctionnellement efficaces sont capables de précipiter les métaux, les protéines, les virus, etc., en solution.

Lors de la liaison des molécules organiques fonctionnellement efficaces à des polymères organiques ou inorganiques, les métaux produisent divers matériaux qui sont utiles dans différents domaines.

- 25 Le matériau résiduel après l'élimination des molécules organiques solubles fonctionnellement efficaces est utile comme nutriment végétal/engrais ; quand mélangé avec divers engrais il favorise le rendement agricole.

La présente demande innovante explique la production de nouvelles molécules organiques fonctionnellement efficaces ayant diverses utilités à partir du clivage du lignite avec le peroxyde d'hydrogène ou le peroxyde d'hydrogène alcalin.

- 30 Les résultats découlant de la présente invention permettent l'utilisation de molécules organiques fonctionnellement efficaces provenant du lignite dans divers domaines en médecine, agriculture et d'autres applications.

- 35 Cette invention est expliquée à titre d'exemple et ne se limite pas à l'explication donnée ci-dessus mais sa portée et son étendue sont valides pour diverses applications.

Cette invention est décrite par référence à un mode de réalisation spécifique, mais diverses combinaisons sont permises dans la portée et l'étendue de l'invention.

Nous revendiquons :

- 1) Un procédé d'extraction de molécules organiques fonctionnellement efficaces renfermant des acides humiques et des acides fulviques à partir du lignite, ledit procédé d'extraction comprenant les étapes suivantes:
- 5 (a) ajouter 5 à 25% de peroxyde d'hydrogène au lignite micronisé selon un rapport de 1:2 à 1:5 (v/w), le peroxyde d'hydrogène ainsi utilisé est refroidi jusqu'à environ -20°C pendant quelques heures avant l'ajout ;
- (b) permettre à la réaction entre le peroxyde d'hydrogène et le lignite micronisé de procéder à 10° jusqu'à 15°C pendant une heure et plus tard à 20°C pendant
10 trois heures ;
- (c) répéter l'étape (b) à deux, trois ou plusieurs reprises ;
- (d) ajouter 50% de peroxyde d'hydrogène directement à la substance résultante à la température ambiante c'est-à-dire à 25° jusqu'à 30°C selon un rapport de 1:1 (v/w) ; et
- 15 (e) extraire le matériau résultant avec de l'eau et le centrifuger à 5,000 jusqu'à 10,000 RPM par une centrifugation continue pour obtenir des molécules organiques fonctionnellement efficaces,
- où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites renferment de façon prédominante des acides humiques et des acides
20 fulviques ayant une masse moléculaire inférieure à 1000 et où un échantillon liquide renfermant des molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites affiche une absorbance caractéristique de pics aux nombres d'ondes 1600 ± 200 (cm^{-1}) quand analysé par FTIR dans une cellule au fluorure de calcium auxiliaire de FTIR.
- 25 2) Un procédé d'extraction de molécules organiques fonctionnellement efficaces renfermant des acides humiques et des acides fulviques à partir du lignite, ledit procédé d'extraction comprenant les étapes suivantes :
- (a) ajouter le peroxyde d'hydrogène alcalin contenant 1 à 10% d'un alcali et 0.2 à 20% de peroxyde d'hydrogène au lignite selon un rapport de 1:2 à 1:5
30 (v/w) et permettre à la réaction de procéder à la température ambiante ; et
- (b) extraire les molécules organiques fonctionnellement efficaces par précipitation ou centrifugation après 2-6 heures de réaction,
- où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites comprennent de façon prédominante des acides humiques et des acides
35 fulviques ayant une masse moléculaire inférieure à 1000 et où un échantillon liquide renfermant des molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites affiche une absorbance caractéristique de pics aux nombres d'ondes 1600 ± 200 (cm^{-1}) quand analysé par FTIR dans une cellule au fluorure de calcium auxiliaire de FTIR.

- 3) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites sont fonctionnellement plus efficaces que les molécules organiques normales (acides humiques, fulviques, etc.) présentes dans le lignite en raison de la nature réactive renforcée obtenue en traitant avec le peroxyde d'hydrogène, les molécules organiques fonctionnellement efficaces résultant du clivage du lignite.
- 4) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites sont fonctionnellement plus efficaces que les molécules organiques normales (acides humiques, fulviques, etc.) présentes dans le lignite en raison de la nature réactive renforcée obtenue en traitant avec le peroxyde d'hydrogène, les molécules organiques fonctionnellement efficaces résultant du clivage du lignite.
- 5) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites ont de façon prédominante une masse moléculaire inférieure à 1000.
- 6) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites ont de façon prédominante une masse moléculaire inférieure à 1000.
- 7) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où un échantillon liquide renfermant des molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites affiche une absorbance caractéristique de pics aux nombres d'ondes 1600 ± 200 (cm^{-1}) quand analysé par FTIR dans une cellule au fluorure de calcium auxiliaire de FTIR.
- 8) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où un échantillon liquide renfermant des molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites affiche une absorbance caractéristique de pics aux nombres d'ondes 1600 ± 200 (cm^{-1}) quand analysé par FTIR dans une cellule au fluorure de calcium auxiliaire de FTIR.
- 9) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites ont un pouvoir décontaminant des métaux lourds toxiques y compris les actinides comme l'uranium.
- 10) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites ont un pouvoir décontaminant des métaux lourds toxiques y compris les actinides comme l'uranium.
- 11) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites possèdent une propriété favorisant la croissance et le rendement des plantes.
- 12) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites possèdent une propriété favorisant la croissance et le rendement des plantes.

- 13) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 1, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites sont capables de favoriser la disponibilité du phosphate chez les plantes quand mélangées aux engrais phosphatés favorisant ainsi le rendement des cultures.
- 5 14) Un procédé tel revendiqué dans la revendication 2, où les molécules organiques fonctionnellement efficaces ainsi extraites sont capables de favoriser la disponibilité du phosphate chez les plantes quand mélangées aux engrais phosphatés favorisant ainsi le rendement des cultures.

Nombre de lignes : 350

10

15

20

25

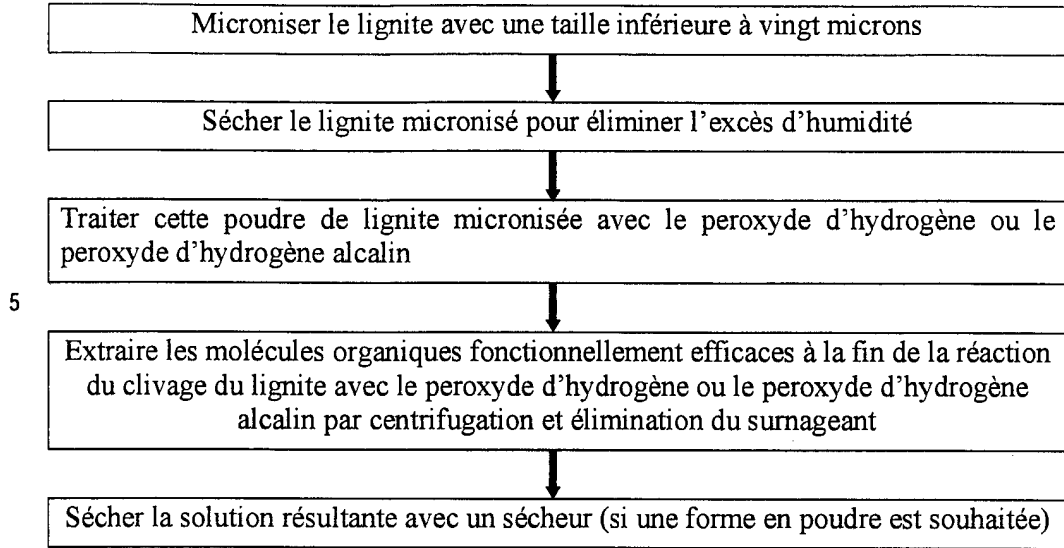
30

FEUILLE DE REMPLACEMENT

FEUILLE AMENDEE

FIGURE 1

ORGANIGRAMME DE FABRICATION DE MOLÉCULES ORGANIQUES
FONCTIONNELLEMENT EFFICACES A PARTIR DU LIGNITE



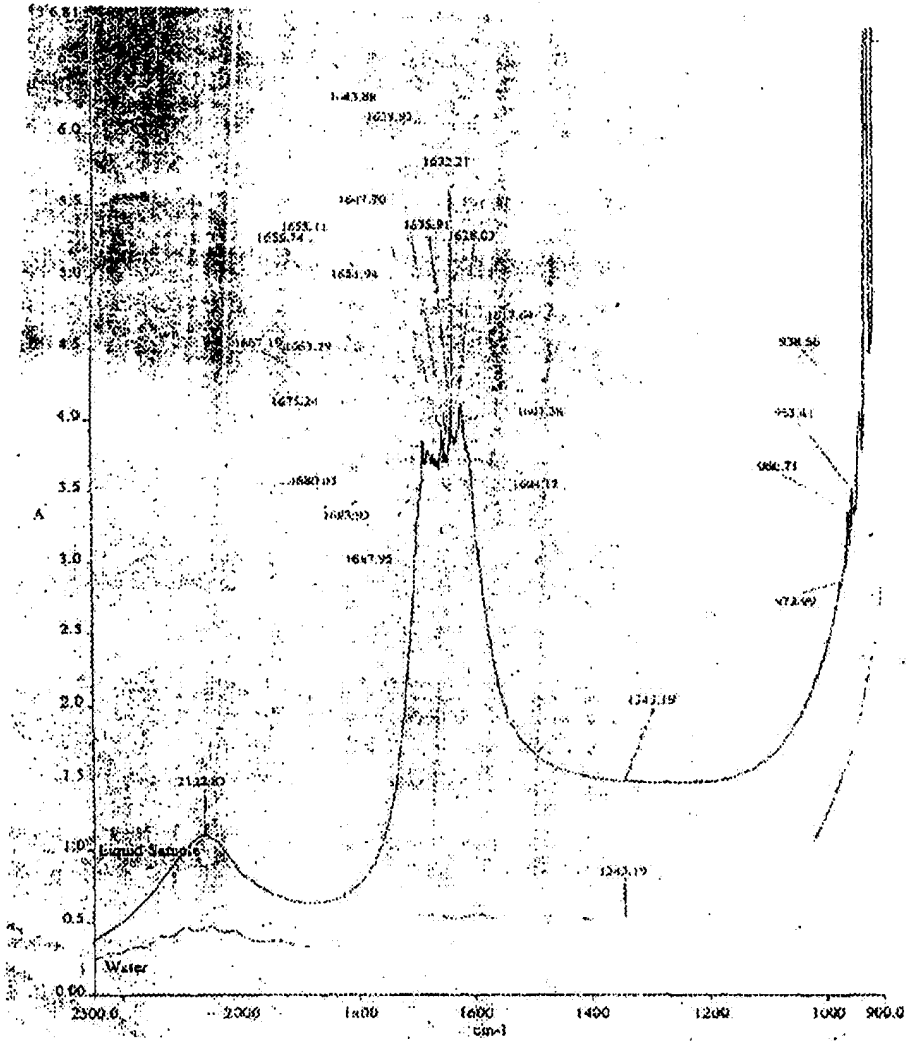
5

10

15

20

FIGURE 2



- c./pal_data/spectra/Saturday samples - 19-06/échantillon liquide - eau liquide acidifiée
- c./pal_data/spectra/Saturday samples - 19-06/eau uniquement - eau après échantillon sur CaF₂