ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
---

(19)

المملكة المغربية

المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية
---

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication :
MA 37397 B1

(51) Cl. internationale :
C12P 19/02

(43) Date de publication :
29.02.2016

(21) N° Dépôt :
37397

(22) Date de Dépôt :
07.10.2014

(30) Données de Priorité :
20.03.2012 IT NO2012A000002

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2013/055787 20.03.2013

(71) Demandeur(s) :
NOVAMONT S.P.A., Via G. Fauser 8 I-28100 Novara (IT)

(72) Inventeur(s) :
BASTIOLI, Catia ; BORSOTTI, Giampietro ; CAPUZZI, Luigi

(74) Mandataire :
Abu-Ghazaleh Intellectual Property (TMP AGENTS)

(54) Titre : **PROCÉDÉ POUR LA PRODUCTION DE COMPOSÉS ORGANIQUES À PARTIR D'ESPÈCES VÉGÉTALES**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé pour la production de sucres fermentables en C5-C6 à partir de plantes herbacées oléagineuses comprenant les étapes de : a) séparation mécanique des graines de la biomasse aérienne de lignocellulose et désintégration de ladite biomasse de lignocellulose; b) placement de la biomasse aérienne de lignocellulose en contact avec une solution aqueuse basique de manière à obtenir une pâte contenant de 10 à 50% en poids de ladite biomasse de lignocellulose à une température entre 10 et 95°C pendant entre 1 minute et 24 heures; c) séparation de la pâte obtenue dans l'étape b) en une fraction solide contenant essentiellement de l'hémicellulose et de la cellulose; en une fraction liquide contenant de la lignine et des substances extractibles; d) soumission de ladite fraction solide contenant essentiellement de l'hémicellulose et de la cellulose à l'hydrolyse enzymatique.

(عملية لإنتاج مركبات عضوية من أنواع نباتية)

الملخص

يتعلق الاختراع الحالي بعملية لإنتاج سكريات بها 5-6 ذرات كربون قابلة للتخمر من نباتات عشبية زيتية حيث تشتمل العملية على الخطوات:

أ) الفصل الميكانيكي للحبوب من كتلة لِجْنوسليلوز حيوية فوق الأرض وتكسير كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المذكورة؛

ب) تلامس كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المذكورة الموجودة فوق الأرض مع محلول مائي قاعدي بحيث يتم الحصول على معجون يحتوي على ما يتراوح من 10 إلى 50% بالوزن من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المذكورة عند درجة حرارة تتراوح ما بين 10 و95° م لفترة زمنية تتراوح ما بين دقيقة واحدة و24 ساعة؛

ج) فصل المعجون الذي تم الحصول عليه في الخطوة ب) إلى جزء صلب يحتوي بشكل أساسي على سليلوز نصفيّ وسليلوز؛ وإلى جزء سائل يحتوي على ليجنين ونواتج استخلاص؛

د) إخضاع الجزء الصلب المذكور الذي يحتوي بشكل أساسي على سليلوز نصفيّ وسليلوز لعملية تحلل مائي إنزيمي.

N°37397
du 07.10.2014

(عملية لإنتاج مركبات عضوية من أنواع نباتية)

الوصف الكامل

29 FEV 2016

المجال التقني:

يتعلق هذا الاختراع بعملية يمكن استخدامها للحصول على مجموعة من المركبات العضوية التي يمكن استخدامها كوسائط كيميائية, باستخدام أنواع نباتية زيتية معينة كمادة خام.

ويمكن استخدام هذه العملية لاستخلاص وفصل واستعادة سكاريد قابلة للتخمر من الأنواع النباتية المذكورة. ومن خلال هذه العملية, يتم الحصول على سكريات بها 5-6 ذرات كربون تتضمن محتوى ليجنين منخفض, والتي تكون مناسبة تحديداً لعمليات التخمر, من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المتبقية من المادة النباتية الزيتية بعد إزالة الحبوب.

الخلفية التقنية:

تشتمل كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية, والتي تكون غنية ببوليمرات كربوهيدرات على سكريات بها 5-6 ذرات كربون (سليلوز نصفيّ وسليلوز), وهي تمثل مصدر متجدد هام للسكاريد القابلة للتخمر. ومع ذلك, وبسبب بنيتها المركبة, فإنه لتسهيل عملية التحلل المائي الإنزيمي للكربوهيدرات إلى سكريات بسيطة (سكريات أحادية), من الضروري تكسير الروابط الكيمائية بين مكوناتها البنائية (سليلوز وسليلوز نصفيّ وليجنين). ولهذا يتم عادةً استخدام معالجات قبلية تهدف إلى تدمير البنية الخارجية المكوَّنة من الليجنين والسليلوز النصفيّ, بالإضافة إلى تخفيض درجة تبلور ودرجة بلمرة السليلوز ذاته, وللسماح بالوصول إلى السليلوز بواسطة إنزيمات حالة للماء.

وقد تكون هذه المعالجات القبلية ذات طبيعة فيزيائية و/أو كيميائية و/أو بيولوجية. ويكون نوع المعالجة القبلية المستخدمة, مع طبيعة الركيزة, له تأثير على فاعلية عملية التحلل المائي الإنزيمي. وبشكل عام, تكون المعالجات القبلية مكلفة ومعقدة وتكون عبارة عن معالجات قاسية والتي يمكن أن تؤدي إلى تحلل الليجنين والسليلوز النصفي والتشكيل المترتب للمنتجات الثانوية السامة, والتي يمكن أن تمنع مراحل التخمر التالية.

ولتحسين استخدام كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية, لهذا فمن الضروري تحسين معالجة قبلية والتي ستحافظ, بناءً على نوع الكتلة الحيوية المستخدمة, على السليلوز النصفي غنياً بالسكريات القابلة للتخمر وستتيح استغلال المنتجات الثانوية وستحدد عملية التشكيل على المثبطات, بتكلفة أقل وباستهلاك أقل للطاقة.

تكون المعالجة القبلية بقلوي عبارة عن معالجة قبلية كيميائية والتي تكون قادرة على إزالة الليجنين, مع تحلل منخفض للسكريات. ويتم وصف أحد أمثلة المعالجة القبلية بقلوي في الطلب الدولي لبراءة الاختراع رقم (WO 2011/014894 (Annikki GmbH), والتي يتم فيها إخضاع مادة لِجْنوسليلوز مثل قش القمح إلى معالجة لمدة 24 ساعة بمحلول مائي يحتوي على فوق أكسيد الهيدروجين وقاعدة. وتتطلب هذه العملية وجود مذيب عضوي لتقييد انحلال السليلوز النصفي وبها عيب يتمثل في أنها تتطلب فترات طويلة وتركيزات قواعد عالية, والتي يتم إزالتها في صورة أملاح.

وتم أيضاً دمج المعالجة القبلية بقلوي مع أنظمة فيزيائية ذات نوع ميكانيكي أو حراري, معالجات تشكيل بالبثق على سبيل المثال, لكن مع صعوبات كبيرة مقترنة باللدانة المنخفضة وخصائص التدفق الفقيرة للكتلة الحيوية. ومع ذلك, تتطلب هذه المعالجات للفاعلية الجيدة درجات حرارة

مرتفعة وتركيزات عالية للقواعد واستخدام عامل تحويل إلى جل لتعديل السلوك الانسيابي للكتلة الحيوية.

ومن خلال العملية وفقاً للاختراع, باستخدام كتلة لِجْنوسليلوز حيوية فوق الأرض مشتقة من زراعة النباتات العشبية الزيتية, يمكن الحصول على سكريات بها 5-6 ذرات كربون مع إنتاجية سكر عالية من خلال معالجة قبلية بقلوي مثل الاستخلاص مع محاليل مائية عند رقم هيدروجيني قاعدي, عند درجة حرارة منخفضة وبدون الحاجة لإضافة مواد مضافة والتي تعدل السلوك الانسيابي للكتلة الحيوية.

وفي الواقع تجعل المعالجة القبلية للكتلة الحيوية في العملية وفقاً للاختراع من الممكن إزالة الليجنين والأسيتات ونواتج الاستخلاص والرماد بفاعلية عند درجات حرارة أقل مما في الأنواع المعروفة للمعالجة القبلية وضمان استعادة عالية للسليلوز النصفي والسليلوز وتجنب تشكيل وتحلل المنتجات التي تتضمن تأثيراً مثبطاً مثل فرفورال وهيدروكسي ميثيل فرفورال (HMF) ومشتقاتهما. أيضاً, مقارنةً بالمعالجة القبلية الموصوفة أعلاه, فهي تتطلب فترات أقصر وتؤدي إلى استهلاك أقل للقواعد والسوائل.

الكشف عن الاختراع:

يتعلق هذا الاختراع بعملية لإنتاج سكريات بها 5-6 ذرات كربون قابلة للتخمر من نباتات عشبية زيتية تنتمي إلى فصيلة Cardueae, حيث تشتمل العملية على الخطوات:

أ) الفصل الميكانيكي للحبوب من كتلة لِجْنوسليلوز حيوية فوق الأرض للنباتات العشبية الزيتية وتفتيت كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المذكورة, وتقليلها إلى قطع ذات حجم أقل من 5 سم بصورة مفضلة, وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من 2 سم, وبصورة مفضلة تحديداً من 0.5 إلى 10 مم؛

ب) تلامس كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المفتتة مع محلول مائي قاعدي يحتوي على 5% بالحجم أو أقل من مذيب عضوي لتجهيز معجون مائي يحتوي على كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المفتتة بكمية تتراوح من 10 إلى 50% بالوزن, عند درجة حرارة تتراوح ما بين 10 و95° م, وبصورة مفضلة بين 25 و95° م, وبصورة أكثر تفضيلاً بين 40 و95° م ولفترة زمنية تتراوح ما بين دقيقة واحدة و24 ساعة؛ وبصورة مفضلة بين دقيقتين و10 ساعات؛

ج) فصل المعجون إلى جزء صلب وجزء سائل؛

د) إخضاع الجزء الصلب المذكور لعملية تحلل مائي إنزيمي للسليلوز النصفيّ والسليلوز المتضمَّن بداخله.

وصف مختصر للأشكال

شكل 1 عبارة عن مخطط سير عمليات للعملية وفقاً للاختراع الحالي.

شكل 2 عبارة عن مخطط سير عمليات لنموذج خاص للعملية وفقاً للاختراع الحالي, يشتمل على خطوة غسيل بين الخطوتين أ) و ب).

شكل 3 عبارة عن مخطط سير عمليات لنموذج آخر وفقاً للاختراع الحالي, يشتمل على خطوة غسيل أولى بين الخطوتين أ) و ب) وخطوة غسيل ثانية بين الخطوتين ج) و د).

الوصف التفصيلي

شكل 1 عبارة عن مخطط سير عمليات يوضح العملية لإنتاج سكريات قابلة للتخمر بها 5-6 ذرات كربون من نباتات عشبية زيتية وفقاً للاختراع الحالي.

وتنتمي النباتات الزيتية إلى فصيلة Cardueae, وبصورة مفضلة أنواع *Cynara cardunculus* أو *Silybum marianum*. ويتم أيضاً بصورة أكثر تفضيلاً استخدام *Cynara cardunculus*. ويكون محتوى الحبوب الزيتية نمطياً 3% على الأقل نسبةً إلى الوزن الجاف لكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض.

وللحصول على كميات أعلى من السكريات التي بها 5-6 ذرات كربون قابلة للتخمر, يتم بصورة مفضلة اختيار النباتات العشبية الزيتية من تلك التي تتضمن محتوى لا يزيد عن 20% بالوزن من الليجنين نسبةً إلى الوزن الجاف لكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض. وفي تلك الحالة, في المرحلة ج) من العملية المذكورة, يتم فصل المعجون الذي تم الحصول عليه في الخطوة ب) إلى جزء صلب يحتوي بشكل أساسي على سليلوز نصفيّ وسليلوز ويتضمن محتوى ليجنين لا يزيد عن 10% نسبةً إلى الوزن الجاف للجزء الصلب وإلى جزء سائل يحتوي على ليجنين ونواتج استخلاص تتضمن محتوى سليلوز نصفيّ لا يزيد عن 25% بالوزن, وبصورة مفضلة لا يزيد عن 10% بالوزن, نسبةً إلى محتوى السليلوز النصفي لكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية.

وتتضمن السكريات التي بها 5-6 ذرات كربون في الخطوة د) محتوى ليجنين ومثبطات منخفض وبالتالي تكون مناسبة بشكل خاص لعمليات التخمر وتتطلب عمليات بسيطة لفصل وتنقية المنتجات بعد التخمر.

ويشير المصطلح "كتلة لِجْنوسليلوز حيوية فوق الأرض" (A.L.B) إلى الجزء من النبات الواقع فوق التربة والذي يمكن الحصول عليه بعد الحصاد, والذي يشتمل على الجذع أو الفسيلة مع فروعها المناظرة والأوراق والجزء من الرأس المتبقي بعد إزالة الحبوب.

ويشير المصطلح "معجون" إلى المادة التي تشتمل على المحلول المائي القاعدي وكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض, والتي يتم تغذية الوسيلة به في الخطوة ج) لفصلها إلى طور صلب وطور سائل.

ويتم زراعة الأنواع النباتية المستخدمة كمادة خام لهذا الاختراع لإنتاج الحبوب الزيتية وكتلو اللِجْنوسليلوز الحيوية. وتتميز الأنواع النباتية بصورة مفضلة بمحتوى ليجنين منخفض. وتحديداً, يتعلق الاختراع بصورة مفضلة بمحاصيل أنواع نباتية تنتمي إلى عائلة Asteraceae, وتحديداً فصيلة Cardueae, وبصورة مفضلة الأنواع *Cynara cardunculus* أو*Silybum marianum* . وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً يتم استخدام *Cynara cardunculus*. ويمكن أيضاً زراعة هذه الأنواع النباتية في مناطق قاحلة ذات مناخ ملائم بالكاد. ومن بين هذه, المحاصيل النباتية التي يمثل فيها الليجنين ما لا يزيد عن 20% بالوزن من الكتلة الحيوية, وبصورة أكثر تفضيلاً ما لا يزيد عن 18% وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً ما لا يزيد عن 15% والتي تمثل فيها الحبوب بصورة مفضلة 3% على الأقل من الوزن الجاف للكتلة الحيوية الموجودة فوق الأرض, وبصورة أكثر تفضيلاً 5% على الأقل وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً 10% على الأقل تكون مفضلة.

وبصورة أكثر تفضيلاً, يتم استخدام الأنواع النباتية التي تمثل فيها الحبوب 10% على الأقل والتي يتضمن فيها جزء من النبات لا يزيد عن 40% نسبةً إلى جميع المكونات الأخرى لـ A.L.B, باستثناء الحبوب, محتوى ليجنين لا يزيد عن 15% بالوزن كمادة خام.

ويتم تحديد محتوى الليجنين لـ A.L.B بواسطة جمع كمية الليجنين غير القابلة للذوبان في الحامض وفقاً لطريقة Tappi T222 وكمية الليجنين القابلة للذوبان في الحامض, المحددة بدورها بواسطة القياس الطيفي من خلال قياس امتصاص الإشعاع فوق البنفسجي عند طول موجي بمقدار 205 نانومتر.

وسيتم الآن وصف العملية وفقاً للاختراع بتفصيل أكثر.

بشكل مفيد, يتم فصل الحبوب عن كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض (الخطوة أ) في العملية) في وقت الحصاد.

ووفقاً لجانب مفضل من هذا الاختراع, يتم إخضاع الحبوب للمعالجة لاستخلاص الزيت, والذي يمكن استخدامه (مباشرةً أو بعد معالجة هدرجة انتقائية لزيادة محتوى الأحماض الدهنية الأحادية غير المشبعة) لإنتاج أنواع الوقود الحيوي ولإنتاج الوسائط الكيميائية مثل الأحماض الكربوكسيلية ومشتقاتها. وقد يتم استخدام المخلفات الصلبة من ضغط (قرص) لإنتاج الأعلاف الحيوانية. وقد يتم أيضاً معالجة جزء السليلوز من القرص للحصول على السكريات.

وفي الحالة التي يتم فيها إخضاع الحبَّة للمعالجة لاستخلاص الزيت, يتم إجراء هذا بشكل مفيد ميكانيكياً أو باستخدام مذيبات كيميائية (مثل هكسين, بنزين, تولوين), بشكل محتمل في وجود الإنزيمات, وقد يتم إتباعه بتنقية تالية من خلال معالجات فيزيائية أو كيميائية أو إنزيمية.

وفي حالة استخدام محاصيل زيتية بها محتوي حامض زيتي مرتفع كمادة خام, يمكن إخضاع الزيت الذي يتم الحصول عليه إلى معالجات كيميائية و/أو تخمر لاستخلاص المشتقات التي تشتمل على أحماض كربوكسيلية أحادية الوظيفة أو ثنائية الوظيفة منه. وبصورة مفضلة, يتم إخضاع الزيت إلى عمليات انشقاق تأكسدي متصلة أو متقطعة كما هو موصوف في طلبي براءة الاختراع الدوليين

رقمي WO 2008/138892 و WO 2011/080296. ويشتمل أحد البدائل على إخضاع الزيت أو مشتق منه (حامض أو إستر ميثيل) إلى عمليات تأكسد من نوع أوميجا بواسطة طريقة تخمر, يمكن إتباعها بتفاعلات هدرجة.

وفي كلتا الحالتين يمكن استخدام المشتقات ثنائية الوظيفة التي تم الحصول عليها كمونومرات لتخليق البوليمرات.

وبعد فصل الحبوب عن النبات, يتم إخضاع كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المتبقية الموجودة فوق الأرض لمعالجات تحضيرية لزيادة المنطقة السطحية المتاحة للكتلة الحيوية, لتخفيضها إلى قطع أصغر, ولتخفيف المكونات غير المرغوبة.

وبشكل مفيد, تتضمن الكتلة الحيوية الموجودة فوق الأرض محتوى مائي أقل من 20% بالوزن, وبصورة مفضلة أقل من 15% بالوزن, وتكون سهلة التفتت, لتسهيل تخفيض الكتلة الحيوية الموجودة فوق الأرض إلى قطع دقيقة.

وبصورة مفضلة في وقت الحصاد, بعد فصل الحبوب, يتم تكسير الكتلة الحيوية وتخفيضها إلى قطع, تتضمن بصورة مفضلة حجماً أقل من 5 سم, وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من 2 سم, وبصورة مفضلة بشكل خاص من حوالي 0.5 إلى 10 مم. ويتم إجراء تكسير (تفتيت) الكتلة الحيوية من خلال المعالجات الميكانيكية مثل التجليخ أو التقطيع أو التكسير أو الفرم أو توليفات مما سبق, ويمكن إجراءه إما جافاً أو في وجود الماء.

وبعد تفتيت الكتلة الحيوية في الخطوة أ), من الممكن أيضاً إجراء معالجة غسيل اختيارية بالماء لإزالة الأملاح وحامض الأسيتيك والمكونات المحتملة الأخرى القابلة للذوبان في الماء من الكتلة الحيوية. وتتيح هذه المعالجة تخفيض كمية القاعدة اللازمة في الخطوة ب) من العملية.

ويتم بصورة مفضلة إجراء خطوة الغسيل عند درجة حرارة تتراوح ما بين 25 و100°م. وبناءً على النسبة المئوية الوزنية للكتلة الحيوية الصلبة نسبةً إلى الماء, يمكن أن يتأثر فصل الطور الصلب عن الطور المائي بالتالي:

- الضغط الميكانيكي لمحتوى مادة صلبة يتراوح ما بين 15-50% بالوزن؛

- الترشيح في مفاعل لمحتوى مادة صلبة أقل من 15% بالوزن.

وقد يتم إعادة استخدام محلول الغسيل المائي المزال مرات عديدة وقد يتم استخلاص الماء عند نهاية الغسيل للمعالجات التالية.

ويوضح شكل 2 مخطط سير العمليات 2 للعملية وفقاً للاختراع يشتمل على الغسيل الاختياري بالماء بعد الخطوة أ).

وبعد الخطوة أ), في الخطوتين ب) و ج) من العملية, يتم بعد ذلك إخضاع الكتلة الحيوية إلى معالجة كيميائية/فيزيائية معتدلة لإزالة الليجنين ونواتج الاستخلاص والرماد وكمية محددة من السليلوز النصفي وتجنب تشكيل منتجات التحلل كالفورفورال وHMF ومشتقاتهما على سبيل المثال (مثل حامض الفورميك وحامض الليفولينيك) والأسيتات, والتي تثبط التكوين التالي للسكر في الخطوة د).

وفي الخطوة ب), سيتم بعد ذلك ملامسة الكتلة الحيوية مع محلول مائي قاعدي عند درجة حرارة تتراوح ما بين 10 و95°م, وبصورة مفضلة 25-95°م, وبصورة أكثر تفضيلاً 40-95°م, وبالتالي إخضاعها إلى عملية فصل, بصورة مفضلة بواسطة الانضغاط, في الخطوة ج) من العملية. ولا يكون وجود مذيب عضوي مطلوباً في العملية وفقاً للاختراع. ولأسباب بيئية, يحتوي المحلول المائي القاعدي على 5% بالحجم (أي حجم المذيب العضوي للحجم الكلي للمحلول

المائي القاعدي) أو أقل من مذيب عضوي. وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً, يكون المحلول خالياً من المذيبات العضوية.

وفي الخطوة ج) من العملية, يتم فصل المعجون إلى طور صلب يحتوي بشكل أساسي على سليلوز نصفي وسليلوز وطور سائل يحتوي على الليجنين ونواتج الاستخلاص. ويتم إجراء الفصل المذكور بواسطة وسيلة مثل الضغط. وفي حالة استخدام الضغط في الخطوة ج), يتم أيضاً الإشارة إلى خطوة فصل المعجون إلى طور صلب وطور سائل بـ "الانضغاط" أو, بصورة بديلة, بـ "الضغط".

وقد يتم الحصول على الرقم الهيدروجيني القاعدي للمحلول المائي بواسطة إضافة قواعد مثل NaOH, LiOH, KOH, $Mg(OH)_2$, $Ca(OH)_2$, كربونات قلوية (مثل Na_2CO_3, Li_2CO_3, K_2CO_3) وخلائط مما سبق. ويُفضل استخدام NaOH, و Na_2CO_3, و K_2CO_3.

وفي حالة استخدام NaOH, لتحديد التكلفة الكلية للعملية, يتم إضافته بكمية بصورة مفضلة أقل من 10% وبصورة أكثر تفضيلاً أقل من 8% وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً أقل من 6% نسبةً إلى وزن الكتلة الحيوية.

وعند استخدام قواعد مختلفة عن NaOH, يتم استخدام كميات مناظرة لمكافئات NaOH ذاتها, نسبةً إلى وزن الكتلة الحيوية.

ويتم تشريب الكتلة الحيوية بصورة مفضلة بالمحلول المائي القاعدي المذكور في الخطوة ب) من العملية وفقاً للاختراع, مما يكوّن معجون ثبات بحيث يمكن تغذيته إلى الخطوة ج), مع تركيز مواد صلبة يتراوح من 10 إلى 50% بالوزن.

وقد تحدث الخطوة ب) تحت ظروف ثابتة (أي بدون تقليب) أو بصورة مفضلة تحت تقليب معتدل, للحصول على معجون يتضمن تركيبة متجانسة.

ويتم بعد ذلك إرسال المعجون الذي تم الحصول عليه في الخطوة ب) إلى الوسيلة (أو "الضغط") التي تحدث داخلها عملية الفصل (الخطوة ج)). وبصورة مفضلة, يتم إجراء الفصل المذكور بواسطة الانضغاط.

وفي نموذج مفضل من العملية وفقاً للاختراع, يتم إضافة جزء من المحلول المائي القاعدي للمعجون أثناء الضغط في الخطوة ج). وبواسطة التشغيل بهذه الطريقة يمكن تخفيض كمية القواعد أكثر فأكثر. ويتضمن هذا ميزات واضحة من وجهة النظر الاقتصادية ومن وجهة النظر الخاصة بالتخلص من القواعد في صورة أملاح.

ويمكن أن يتضمن المعجون الذي تم الحصول عليه في الخطوة ب) محتوى صلب يتراوح من 10 إلى 50% بالوزن, أيضاً بناءً على طريقة إجراء الخطوة ج).

وعند إجراء فصل الأجزاء الصلبة والسائلة بواسطة استخدام وسيلة مثل مرشح ضاغط, يتم تحضير المعجون بشكل مفيد في دفعة واحدة ويتضمن محتوى صلب يتراوح من 10 إلى 25% بالوزن, وبصورة مفضلة من 15 إلى 20% بالوزن.

وعند إجراء فصل الأجزاء الصلبة والسائلة بواسطة تغذية المعجون إلى ضغط متصل مثل نظام لسحق الحبوب الزيتية,

يتضمن المعجون بشكل مفيد محتوى صلب يتراوح ما من 20 إلى 50% بالوزن, وبصورة مفضلة من 25 إلى 40% بالوزن.

وفي حالة استخدام ضغط متصل, يمكن إجراء الخطوتين ب) و ج) بصورة اختيارية في نفس الوسيلة بواسطة تغذية الضغط المتصل المذكور بكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية والمحلول القاعدي بصورة منفصلة.

وتكون درجة الحرارة أثناء الخطوة ج) بصورة مفضلة أقل من 100°م, وبصورة أكثر تفضيلاً تتراوح ما بين 10 و95°م, وبصورة أكثر تفضيلاً أيضاً بين 25°م و95°م وبصورة أكثر تفضيلاً كذلك بين 40 و95°م.

وتكون الوسيلة القادرة على فصل الجزء الصلب وجزء سائل المستخدمة في الخطوة ج) بصورة مفضلة عبارة عن ضغط هيدروليكي أو ميكانيكي. وتتمثل الأمثلة المفضلة لعمليات الضغط في أنظمة لسحق الحبوب الزيتية أو مرشحات ضاغطة أو أي نظام مستخدم لضغط المواد الليفية. وقد تشتمل عمليات الضغط على أنظمة أحادية أو ثنائية عمود الإدارة وقد تعمل بصورة متصلة أو متقطعة. ويُفضل تحديداً ماكينات لسحق الحبوب والتي تنتج تأثيراً إضافياً لنزع الألياف من الكتلة الحيوية.

وبشكل مفيد, قد يتم استخدام الضغط المستخدم لضغط الحبوب التي تم الحصول عليها في الخطوة أ) في الخطوة ج) من العملية. وقد يتم استخدام الضغط بشكل مستقل أو كجزء من جهاز.

ويتم إجراء الضغط بشكل مفيد عند درجات حرارة تتراوح ما بين 25 و100°م. وقد يتم الحصول على درجات الحرارة هذه إما من خلال تأثير الاحتكاك داخل الضغط أو من خلال تسخين وتنظيم حرارة الضغط.

ونتيجة للضغط, يتم الحصول على جزء صلب يحتوي بشكل أساسي على سليلوز وسليلوز نصفي وجزء سائل يحتوي على ليجنين وأسيتات وسليلوز نصفي ونواتج استخلاص أخرى.

وللحصول على تأثير تركيز الليجنين في الجزء السائل وهجوم إنزيمي أكثر فاعلية على السليلوز والسليلوز النصفي, في نموذج مفضل من الاختراع, يتم تغذية الجزء الصلب والجزء السائل إلى الضغط الذي تم الحصول عليهما منه أو إلى ضغط آخر. وقد يتم استخدام الجزء السائل بالكامل أو جزء منه. وقد يتم تغذية الماء مع الجزء الصلب والجزء السائل. ويتم إعادة هذه العملية بشكل مفيد مرة واحدة أو أكثر.

وهذا يعني أنه وفقاً لنموذج مفضل, يتم دمج الجزء الصلب الذي تم الحصول عليه في الخطوة ج) مع واحد على الأقل من الماء والجزء السائل الذي تم الحصول عليه مسبقاً بالكامل أو جزء منه, ويتم فصل المعجون الذي تم الحصول عليه بتلك الطريقة مرة أخرى إلى جزء صلب وجزء سائل. ويُفضل دمج الجزء الصلب على الأقل مع الجزء السائل بالكامل أو جزء منه وإضافة ماء إضافي بصورة اختيارية, حسب الحاجة.

وقد يتم أداء إجراء الدمج والفصل مرة واحدة أو أكثر. ويكون العدد الكلي لخطوات الدمج/الفصل الاختيارية المذكورة بصورة مفضلة في نطاق من 1 إلى 10, وبصورة أكثر تفضيلاً من 2 إلى 6. وقد يتم استخدام نفس النوع من الوسيلة (مثل الضغط) في الخطوة ج) للفصل. ويمكن استخدام وسيلة واحدة, على سبيل المثال بواسطة تغذية المعجون مرة أخرى إلى نفس الوسيلة كما هو مستخدم في الخطوة ج) و/أو خطوة الدمج/الفصل السابقة, أو مجموعة من الوسائل مثل عمليات الضغط المتصلة تسلسلياً. فعلى سبيل المثال, يمكن استخدام نظام من عمليات الضغط في تسلسل, يتم فيه تغذية الجزء الصلب والجزء السائل الذي يحتوي على الليجنين ونواتج الاستخلاص والرماد والأسيتات التي تم الحصول عليها في الخطوة ج) و/أو خطوة

الدمج/الفصل السابقة إلى خطوة الدمج/الفصل حتى يتم تحقيق توافر أفضل للهجوم الإنزيمي على الجزء الصلب.

وبواسطة تنويع ظروف تركيز المواد الصلبة ودرجة حرارة وتركيبة المحاليل المائية المضافة عند خطوات الدمج/الفصل المتنوعة (مثل الضغط), يمكن أيضاً استخلاص المكونات المستقلة للكتلة الحيوية بصورة انتقائية (أي الليجنين, الأسيتات, الرماد, الخ) في الجزء السائل.

وقد يتم تجميع الأجزاء السائلة التي تم الحصول عليها في الخطوة ج) و/أو خطوة (خطوات) الفصل/الدمج التالية جزئياً أو كلياً.

وقد يتم أيضاً معالجة الجزء السائل الذي تم الحصول عليه بعد الفصل (مثل الضغط) في الخطوة ج) و/أو خطوة (خطوات) الدمج/الفصل التالية, والذي يكون غنياً بالليجنين, كيميائياً أو فيزيائياً وقد يتم إعادة تدويره كمحلول مائي في المعالجة القبلية وفقاً للاختراع, بعد إضافة كمية مناسبة من القاعدة.

ومن هذا الجزء السائل يمكن, على سبيل المثال بعد التحميض والترسيب, الحصول على ليجنينات عالية الجودة والتي يمكن استخدامها لإنتاج الفينولات والبولي يوريثينات ومنتجات التفاعل مع الأنهيدريدات والبولي أنهيدريدات. وقد يتم أيضاً استخدام الليجنينات كمواد ملء ومواد ملء نانوية تفاعلية, في مواد بلاستيكية على سبيل المثال, أو كمواد مضافة معززة لأنواع مطاط أو لبوليسترات قابلة للتحلل الحيوي. ويتمثل أحد أمثلة تطبيق البوليسترات التي تم الحصول عليها في إنتاج أوعية النباتات لدور الحضانة.

ومن خلال طرق معروفة في المجال, على سبيل المثال بواسطة إضافة كمية مناسبة من الحامض والكحوليات للجزء السائل, يمكن أيضاً تسهيل الترسيب والاستخلاص التالي للكربوهيدرات, التي تشتمل بشكل أساسي على سكريات بها 5 ذرات كربون, والتي قد تكون موجودة بداخله.

ويتضمن الجزء الصلب الذي تم الحصول عليه بعد الضغط في الخطوة ج) أو أي خطوات ضغط تالية محتوى ماء يكون نمطياً أقل من 50% بالوزن, على سبيل المثال أقل من 40% بالوزن. ويكون الجزء الصلب غنياً بالكربوهيدرات (أي السليلوز والسليلوز النصفي) ويتضمن, في حالة معالجة نباتات عشبية زيتية بها ما لا يزيد عن 20% بالوزن ليجنين نسبةً إلى الوزن الجاف لكتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية فوق الأرض, محتوي ليجنين لا يزيد عن 10% نسبةً إلى الوزن الجاف للكتلة الحيوية, مُحدداً كما هو موصوف أعلاه. وتتمثل ميزة أخرى للعملية وفقاً للاختراع الحالي في أن الملوثات الأخرى مثل الفورفورال وHMF على سبيل المثال لا تكون موجودة في الجزء الصلب, أو تكون موجودة فقط بكمية ضئيلة. وهذا يتيح في الخطوة د) الحصول على سكريات بها 5-6 ذرات كربون مع محتوى ليجنين ومثبطات منخفض والتي تكون مناسبة تحديداً لعمليات التخمر وتتطلب عمليات بسيطة لفصل وتنقية المنتجات بعد التخمر.

وقد يتم بصورة اختيارية إخضاع الجزء الصلب بعد إكمال الخطوة ج) و/أو خطوة (خطوات) الدمج/الفصل الاختيارية الموصوفة أعلاه لعملية غسيل بالماء واحدة أو أكثر, أو بمحلول مائي منخفض الحمضية, لإزالة القاعدة المتبقية (الخطوة ج-1)). ويمكن إجراء عملية الغسيل بشكل مفيد بواسطة استخلاص تيار عكسي.

وبعد الغسيل, يتم إخضاع الجزء الصلب الذي تم الحصول عليه إلى تحلل مائي إنزيمي في الخطوة د).

يوضح شكل 3 مخطط سير العمليات 3 للعملية وفقاً للاختراع التي تشتمل على الغسيل الاختياري بالماء في الخطوة أ) والغسيل الاختياري للجزء الصلب للخطوة ج-1).

وفي العملية وفقاً للاختراع, تمثل الخطوات من أ) إلى ج-1) ما يسمى بـ "المعالجة القبلية".

ويتم إخضاع الجزء الصلب الغني بالكربوهيدرات الذي تم الحصول عليه بعد المعالجة القبلية للكتلة الحيوية إلى معالجة إنزيمية مُكوِّنة للسكر لإنتاج سكريات بسيطة بها 5-6 ذرات كربون في الخطوة د) من العملية.

ويتم إجراء المعالجة الإنزيمية باستخدام الإنزيمات الحالّة للماء أو خلائط منها قادرة على شطر الكربوهيدرات إلى سكريات أحادية (مثل مركبات السليلوز و/أو السليلوز النصفي).

وقد يتم بشكل مفيد إجراء الخطوة د) للتحلل المائي الإنزيمي وفقاً للاختراع بواسطة تغذية محلول يحتوي على الإنزيمات المذكورة والجزء الصلب إلى ضغط من خلال عملية تكوين ضغط/سكر مستمرة. وكبديل, قد يتم إجراء هذا بواسطة مزج الجزء الصلب مع الإنزيمات المذكورة في مفاعل ذي دفعات.

ويمكن إضافة مواد مُضافة مُكثفة والتي ستصحح لزوجة المعجون وتخفض درجة تبلور السليلوز عند خطوات متنوعة في تكوين الضغط و/أو الضغط/السكر.

ولهذا قد يتم إخضاع السكريات البسيطة التي بها 5-6 ذرات كربون التي تم الحصول عليها من خلال العملية وفقاً للاختراع إلى تحويل بواسطة وسيلة كيميائية أو كيميائية حيوية (مثل التخمر) للحصول على مركبات عضوية.

وتتمثل أمثلة المعالجة الكيميائية الحيوية في التخمر الذي يتم إجراءه بواسطة البكتريا (مثل *E. coli*) أو بواسطة خمائر زيتية كتلك التي تنتمي على سبيل المثال إلى أجناس *Yarrowia* و*Candida* و*Rhodotorula* و*Rhodosporidium* و*Rhodosporidium* و*Cryptococcus* و*Trichosporon* و*Lipomyces*, ويُفضل *Yarrowia* و*Candida* تحديداً.

وتكون المركبات العضوية التي يمكن الحصول عليها من خلال تلك المعالجات على سبيل المثال ثنائية الكحوليات (بيوتان دايول بصورة مفضلة) وأحادية الكحوليات, أحماض هيدروكسي وأحماض ثنائية القاعدة, وأحماض أمينية وداي أمينات.

وعلى سبيل المثال, قد يتم استخدام خلائط من سكريات بها 5 و6 ذرات كربون بواسطة *E. coli* مُعدلة وراثياً بواسطة العملية الموصوفة في براءة الاختراع الأمريكية رقم 8,067,214 B2 للحصول على بيوتان دايول.

وقد يتم أيضاً إخضاع السكريات التي تم الحصول عليها إلى عمليات تحويل كيميائي.

وتتمثل أمثلة التحويل الكيميائي في أزمرة الجلوكوز إلى فركتوز ونزع الماء التالي في بيئة حامض للحصول على HMF, والذي يمكن في المقابل أكسدته, مُنتِجاً حامض فوران ثنائي الكربوكسيل ومشتقاته.

وتكون الوسائط الكيميائية التي يمكن الحصول عليها عن طريق تحويل السكريات المنتجة بواسطة العملية وفقاً للاختراع, مثل البيوتان دايول وحامض السكنيك وحامض الأديبيك وحامض الميوكونيك وحامض فوران ثنائي الكربوكسيلية وحامض التريفثاليك وحامض الليفولينيك وحامض اللاكتيك وبولي هيدروكسي ألكانوات على سبيل المثال مفيدة كمونومرات لتخليق البوليمرات, وتحديداً البوليسترات.

وفي نموذج آخر من العملية وفقاً للاختراع, يتم استخدام جزء من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المتبقية الموجودة فوق الأرض لإنتاج الطاقة و/أو أنواع الوقود الحيوي من خلال عمليات احتراق/انحلال حراري و/أو غاز حيوي و/أو هيدروجين.

الأمثلة

سيتم الآن وصف نموذج غير مقيد من العملية وفقاً للاختراع بالتفصيل.

مثال 1

تم استخدام عينة من *Cynara cardunculus* نوع *altilis*.

الخطوة أ)

في وقت الحصاد تم فصل الحبوب عن كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المتبقية الموجودة فوق الأرض التي تشتمل على الجذوع والأوراق والرُؤَيسات (بدون الحبوب). وقد كان محتوى الليجنين 18% تقريباً نسبةً إلى الوزن الجاف للكتلة الحيوية.

تم بعد ذلك طحن الكتلة الحيوية بحجم 1-3 مم في طاحونة من نوع Retsch M 100.

الخطوة ب)

تم وضع 100 جرام من الكتلة الحيوية (التي بها محتوى رطوبة 10%) و350 ماء مقطر في مفاعل اسطواني مزود بحارفات وقلابة ميكانيكية بريشة تبادلية وترمومتر ومقياس الرقم الهيدروجيني وقمع إنزال.

تم بعد ذلك رفع المعجون الذي تم الحصول عليه إلى درجة حرارة 90°م باستخدام حوض تسخين وتم إضافة 12% من محلول NaOH قطرةً قطرة, مع الحفاظ على الرقم الهيدروجيني عند قيم أقل من 11.

تم إضافة 50 ملي لتر من المحلول مُقابل إجمالي 6 جرام من NaOH لأكثر من 3 ساعات, للحصول على معجون به 18% من الكتلة الحيوية. وتم استمرار التقليب لساعتين إضافيتين.

الخطوة ج)

تم ضغط المعجون الذي تم الحصول عليه أثناء الخطوة ب) باستخدام مرشح ضاغط معملي.

تم بعد ذلك غسيل الطور الصلب الناتج بشكل متعاقب بالماء إلى رقم هيدروجيني متعادل. وبعد التجفيف, تم الحصول على 62 جرام من الجزء الصلب.

تم تحليل الجزء السائل بعد المعالجة القبلية وأظهر استخلاص ليجنين 70% تقريباً وتحلل أدنى بالماء للسليلوز النصفي, مناظراً لفقدان 5% نسبةً إلى محتوى السليلوز النصفي الأولي.

الخطوة د)

تم بعد ذلك إخضاع الجزء الصلب الذي تم الحصول عليه لعملية التحلل المائي الإنزيمي.

تم إضافة 100 ملي جرام من الجزء الصلب إلى 9.8 ملي لتر من محلول منظم للأسيتات (الرقم الهيدروجيني 4.8) في قارورة وتطعيمها بـ 200 ميكرو لتر من إنزيم أكسيلاراز 1500 (مُركب إنزيمي يحتوي على إنزيمات ذات نشاط حال للسليلوز وحال للسليلوز النصفي). وتم إمساك القارورة عند 50°م لمدة 48 ساعة.

تم بعد ذلك تهيئة خليط التفاعل (الذي يشتمل على الجزء الصلب والمحلول المنظم والمحلول الإنزيمي). وتم بعد ذلك تحديد تركيز الجلوكوز في المحلول باستخدام جهاز تحليل كيميائي حيوي YSI 2900.

تم الحصول على 44.7 ملي جرام من الجلوكوز من عملية التحلل المائي الإنزيمي لـ 100 ملي جرام من الجزء الصلب المعالج وفقاً للاختراع. وأنتجت نفس نوعية الكتلة الحيوية غير المعالجة الخاضعة لعملية التحلل المائي الإنزيمي بنفس الطريقة بدلاً من ذلك 3.99 ملي جرام من الجلوكوز.

مثال 2

الخطوة أ)

تم الحصول على عينة من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض من *Cynara cardunculus* مُناظرة لتلك المستخدمة في المثال 1, بواسطة فصل الحبوب في وقت الحصاد, كما في المثال 1.

تم بعد ذلك طحن الكتلة الحيوية بحجم 1 مم في طاحونة من نوع Retsch M 100.

الخطوة ب)

تم تشريب 100 جرام من الكتلة الحيوية (التي بها محتوى رطوبة 10%) بـ 200 ملي لتر محلول مائي يحتوي على 5 جرام NaOH ومجانسته في خلاطة لمدة 15 دقيقة في درجة الحرارة المحيطة. وقد امتصت الكتلة الحيوية المحلول المائي بسهولة, مما يتطلب خصائص مسحوق رطب متدفق, والذي يمكن وصفه أيضاً كمعجون وتغذيته إلى قادوس الضغط (محتوى كتلة حيوية 30%).

الخطوة ج)

تم تغذية المعجون إلى ماكينة ضغط حبوب Kern Kraft Screw Press KK 8/2 ذات رأس مُسخن إلى 90°م, بمعدل 900 جرام/ساعة تقريباً. وتم تزويد الماكينة بلولب يعمل بسرعة 15 دورة في الدقيقة. وقد اشتملت المادة المنصرفة على جزء صلب وجزء سائل واللذان تم تجميعهما بصورة منفصلة.

تم خلط الجزء الصلب الذي تم جمعه مرة أخرى بالجزء السائل للحصول على تأثير تركيز ليجنين في الجزء السائل وهجوم إنزيمي أكثر فاعلية على السليلوز والسليلوز النصفي. وتم تغذية المعجون الذي تم الحصول عليه بهذه الطريقة إلى نفس الضغط.

تم تكرار هذه العملية ثلاث مرات, للحصول على 62 جرام من طور صلب مغسول ومجفف عند نهاية الضغط الخامس.

الخطوة د)

تم الحصول على عينة من الجزء الصلب, والتي تم غسيلها بماء مقطر وتجفيفها, بعد كل ضغط

تم بعد ذلك إخضاع 100 مجم من كل عينة من الجزء الصلب لعملية تحلل مائي إنزيمي للحصول على سكريات بها 5 و6 ذرات كربون كما في المثال 1, الخطوة د).

في نهاية التفاعل الإنزيمي, تم بعد ذلك تحليل خليط التفاعل, المرشَّح والمخفف بنسبة 1: 10 بمحلول 0,005 ع من H_2SO_4 بواسطة HPLC لتحديد تركيز السكريات التي بها 5 و6 ذرات كربون.

تم استخدام أداة مُجهزة بكاشف معامل انكسار وحامض عضوي-H Rezex-ROA + (8%) عمود 300 x 7.8 مم تحت الظروف التشغيلية التالية:

التدفق: 0.6 ملي لتر/دقيقة

درجة الحرارة: 65°م.

ناتج التصفية التتابعية: محلول مائي من H_2SO_4 (0005,) ع)

ويوضح الجدول أدناه كمية السكريات التي تم الحصول عليها بعد التحلل المائي الإنزيمي للجزء الصلب عند نهاية كل ضغط.

عينة الجزء الصلب (100 ملي جرام)	جلوكوز (6 ذرات كربون) (ملي جرام)	زيلوز (5 ذرات كربون) (ملي جرام)
الضغط الأول	32.1	13.2
الضغط الثاني	34.1	14.0
الضغط الثالث	39.3	14.9
الضغط الرابع	45.4	17.2
الضغط الخامس	46.9	18.2

يوضح المثال أن المعالجة القبلية وفقاً للاختراع تكون فعالة فيما يتعلق باستخلاص الليجنين, مما يزيد فاعلية التحلل المائي الإنزيمي, وتحفظ السليلوز النصفي في الجزء الصلب, مما يوفر إنتاجيات عالية من السكريات التي بها 5 و6 ذرات كربون.

مثال 3

الخطوة أ)

تم الحصول على عينة من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض من *Cynara cardunculus* مُناظرة لتلك المستخدمة في المثالين السابقين بواسطة فصل الحبوب في وقت الحصاد, كما في المثال 1.

تم سحق الكتلة الحيوية إلى حجم 1 مم في طاحونة من نوع Retsch M100. وتم بعد ذلك رج 100 جرام من الكتلة الحيوية (التي بها محتوى رطوبة 10%) و200 ملي لتر من الماء في خلاطة لمدة 10 دقائق في درجة الحرارة المحيطة.

تم تغذية المعجون الذي تم الحصول عليه بهذه الطريقة إلى ماكينة ضغط حبوب Kern Kraft Screw Press KK 8/2 ذات رأس مُسخن عند 100°م, بمعدل 900 جرام/ساعة تقريباً. وتم تزويد الماكينة بلولب يعمل بسرعة 15 دورة في الدقيقة. وقد اشتملت المادة المنصرفة على 132 جرام من جزء صلب مبلل و135 جرام من جزء سائل بني والتي تم تجميعها بصورة منفصلة. وأوضح تحليل الجزء السائل وجود أحماض الجلوكورونيك والسكنيك واللاكتيك والأسيتيك والليفولينيك, لحموضة كلية مناظرة لـ 0.8 جرام من NaOH.

الخطوة ب)

تم معالجة الجزء الصلب المبلل, المناظر لوزن جاف 73 جرام, كما في المثال 2 بمحلول NaOH (4.5 جرام) في الماء (200 ملي لتر) ومجانسته في خلاطة لمدة 15 دقيقة في درجة الحرارة المحيطة.

تم إجراء الخطوتين ج) و د) كما هو موصوف في المثال 2, للحصول على نهاية الضغط الخامس 46.7 مجم من الجلوكوز و18.5 مجم من الزيلوز.

مثال 4

الخطوة أ)

تم الحصول على عينة من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية الموجودة فوق الأرض من *Cynara cardunculus* مُناظرة لتلك المستخدمة في الأمثلة السابقة بواسطة فصل الحبوب في وقت الحصاد, كما في المثال 1. وتم سحق الكتلة الحيوية إلى حجم حوالي 5 مم في طاحونة من نوع Cumberland.

الخطوة ب)

تم تقليب 4.01 كجم (محتوى رطوبة 10%) من كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية ومحلول 250 جرام من NaOH في 7.99 كجم من الماء في خلاط سعة 50 لتر لمدة دقيقتين عند درجة الحرارة المحيطة (12.3°م).

الخطوة ج)

تم تغذية المعجون الذي تم الحصول عليه إلى ضغط مستمر لسحق زيتي من النوع MIG PC 25, يتضمن سعة 12/كجم/ساعة ومزود بلولب بقطر 100 مم و4.4 = L/D, يدور بمعدل 10 دورات في الدقيقة.

تم فصل الأجزاء الصلبة والسائل التي تتحمل 6 كجم من الكتلة الحيوية المبللة المشكل بالبثق (51.7% مادة صلبة) و5.6 كجم من مُعلق (سائل + معجون) ليتم إضافتها إلى التغذية التالية.

الخطوة د)

بعد الغسيل بالماء لتخفيف القاعدة المتبقية, تم إخضاع المادة لعملية تحلل مائي إنزيمي تتحمل 1.06 كجم من السكريات.

عناصر الحماية

1- عملية لإنتاج سكريات بها 5-6 ذرات كربون قابلة للتخمر من نباتات عشبية زيتية تنتمي إلى فصيلة *Cardueae*, حيث تشتمل العملية على الخطوات:

أ) الفصل الميكانيكي للحبوب من كتلة لِجْنوسليلوز حيوية فوق الأرض للنباتات العشبية الزيتية وتفتيت كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المذكورة؛

ب) تلامس كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المفتتة المذكورة الموجودة فوق الأرض مع محلول مائي قاعدي يحتوي على 5% بالحجم أو أقل من مذيب عضوي لتجهيز معجون مائي يحتوي كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المفتتة بكمية تتراوح من 10 إلى 50% بالوزن, عند درجة حرارة تتراوح ما بين 10 و95° م لفترة زمنية تتراوح ما بين دقيقة واحدة و24 ساعة؛

ج) فصل المعجون إلى جزء صلب وجزء سائل ؛

د) إخضاع الجزء الصلب لعملية تحلل مائي إنزيمي للسليلوز النصفي والسليلوز المتضمن بداخله.

2- عملية وفقاً لعنصر الحماية 1, حيث يتم إخضاع الحبوب التي تم الحصول عليها في الخطوة أ) إلى معالجة لاستخلاص الزيت.

3- عملية وفقاً لعنصر الحماية 1, حيث بعد الخطوة أ) وقبل الخطوة ب), يتم غسيل كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية المفتتة الموجودة فوق للأرض بالماء.

4- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 3, حيث بعد الخطوة ج) وقبل الخطوة د), يتم غسيل الجزء الصلب مرة واحدة أو أكثر بالماء أو بأي محلول مائي منخفض الحمضية.

5- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 4, حيث تنتمي النباتات العشبية الزيتية

إلى الأجناس *Cynara cardunculus* أو *Silybum marianum*.

6- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 5, حيث, بعد الخطوة ج), يتم دمج الجزء الصلب مع واحد على الأقل مُختار من الماء والجزء السائل الذي تم الحصول عليه مسبقاً بالكامل أو جزء منه؛

ويتم فصل المعجون الذي تم الحصول عليه بهذه الطريقة مرة أخرى إلى جزء صلب وجزء سائل؛

يتم إجراء الدمج والفصل المذكورين مرة واحدة أو أكثر؛

ويتم أيضاً معالجة الجزء الصلب الذي تم الحصول عليه أخيراً وفقاً للخطوة د).

7- عملية وفقاً لعنصر الحماية 6, حيث يتم دمج الجزء الصلب مع الجزء السائل الذي تم الحصول عليه مسبقاً بالكامل أو جزء منه, في توليفة مع الماء بصورة اختيارية.

8- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 7, حيث يتم إجراء فصل المعجون إلى جزء صلب وجزء سائل مع ضغط هيدروليكي أو ميكانيكي أو مع عمليات ضغط هيدروليكي أو ميكانيكي متعاقبة.

9- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 8, حيث يتم الحصول على المحلول المائي القاعدي للخطوة ب) بواسطة إضافة قاعدة مُختارة من NaOH, KOH,LiOH , $Mg(OH)_2$, $Ca(OH)_2$, كربونات قلوية وخلائط مما سبق إلى الماء.

10- عملية وفقاً لعنصر الحماية 9, حيث تكون القاعدة عبارة عن NaOH ويتم إضافتها بكمية أقل من 10% نسبةً إلى وزن كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية.

11- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 10, حيث يكون المحلول القاعدي المائي خالياً من المذيب العضوي.

12- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 11, حيث يتم إجراء الخطوة ج) عند

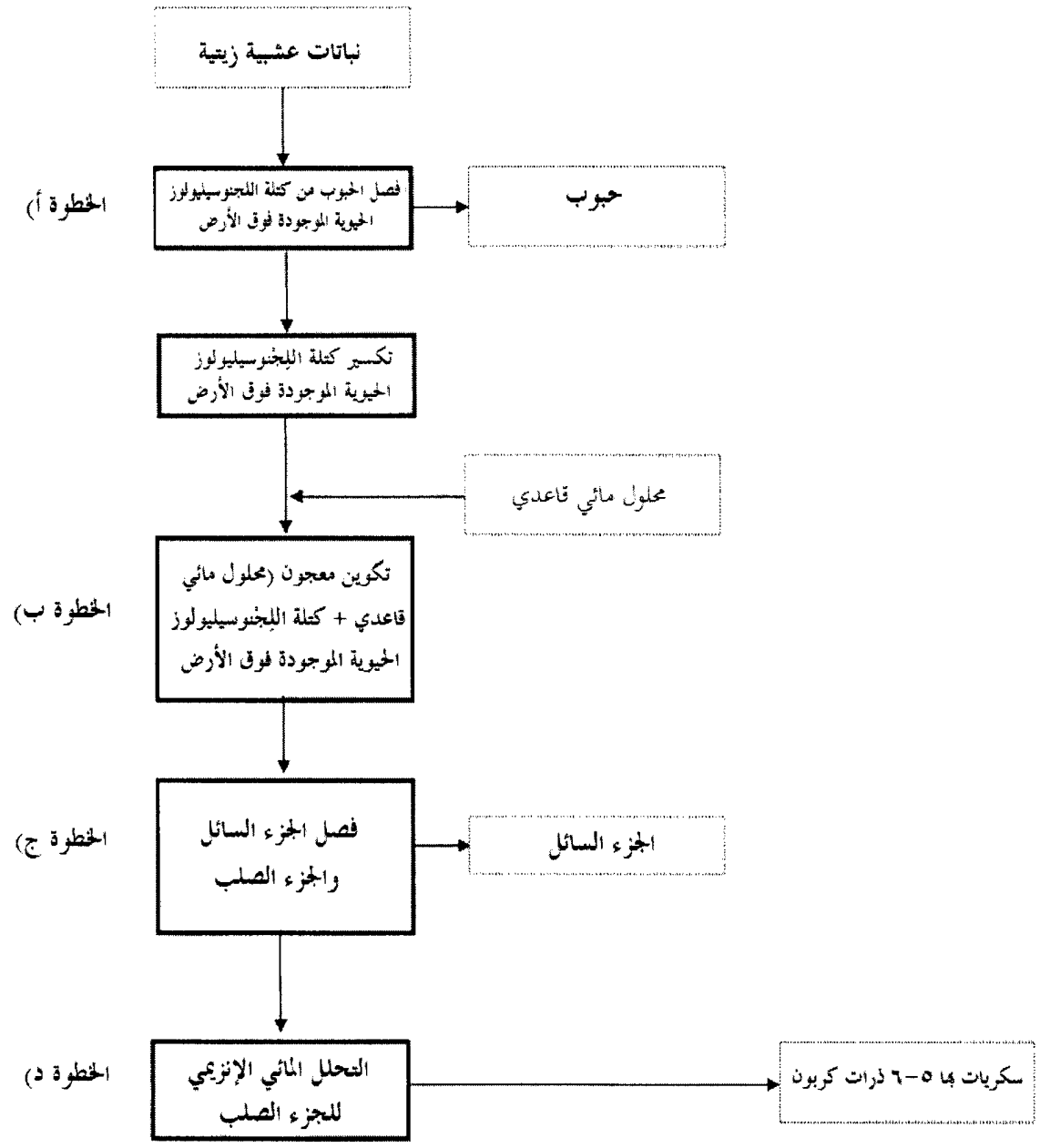
درجة حرارة أقل من 100°م.

13- عملية وفقاً لعنصر الحماية 12, حيث يتم إجراء الخطوة ج) عند درجة حرارة تتراوح ما بين 25°م و95°م.

14- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 13, حيث يتم تفتيت كتلة اللِجْنوسليلوز الحيوية في الخطوة أ) إلى متوسط حجم جسيمي 2 سم أو أقل, كما هو مُحدد بواسطة الطريقة المنخلية.

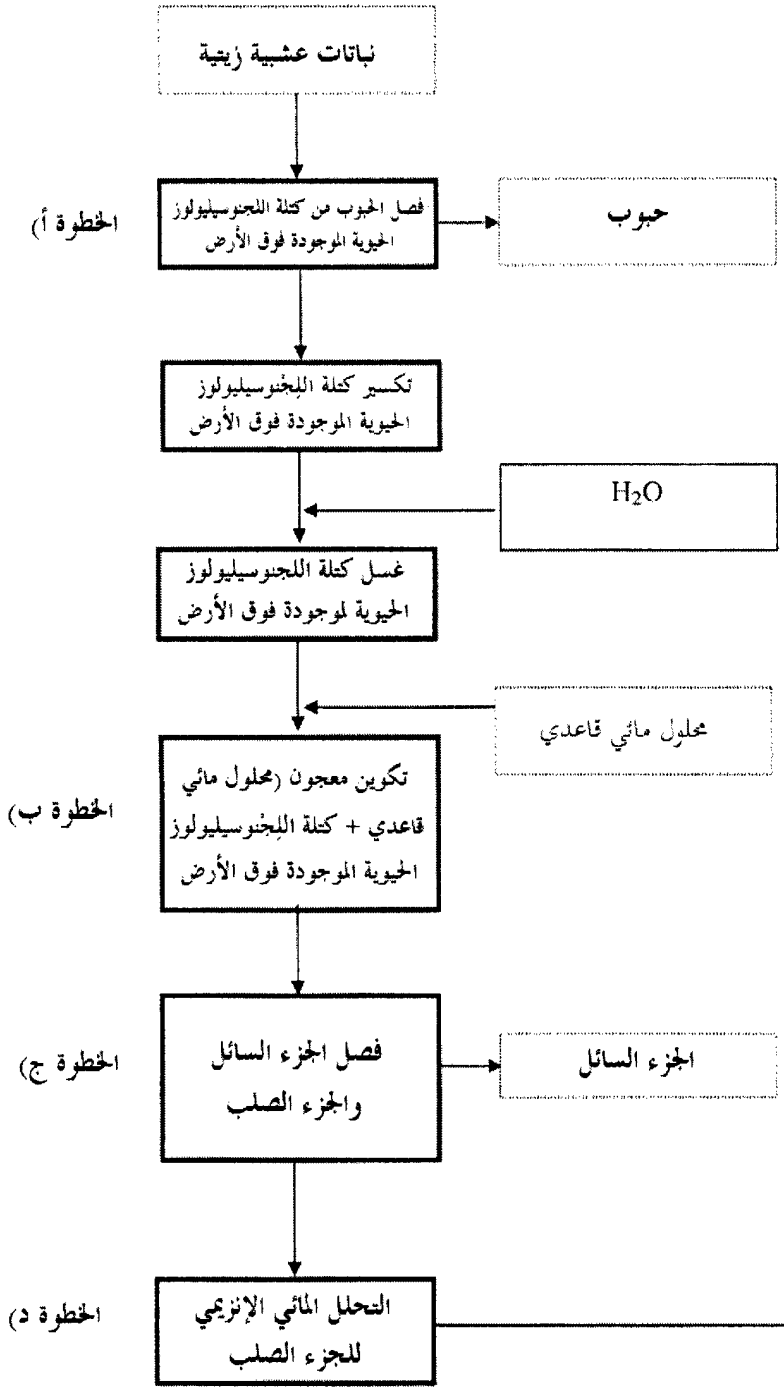
15- عملية وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 14, حيث يتم إجراء الخطوة د) مع خليط من إنزيمات السليلوز والسليلوز النصفي.

شكل ١



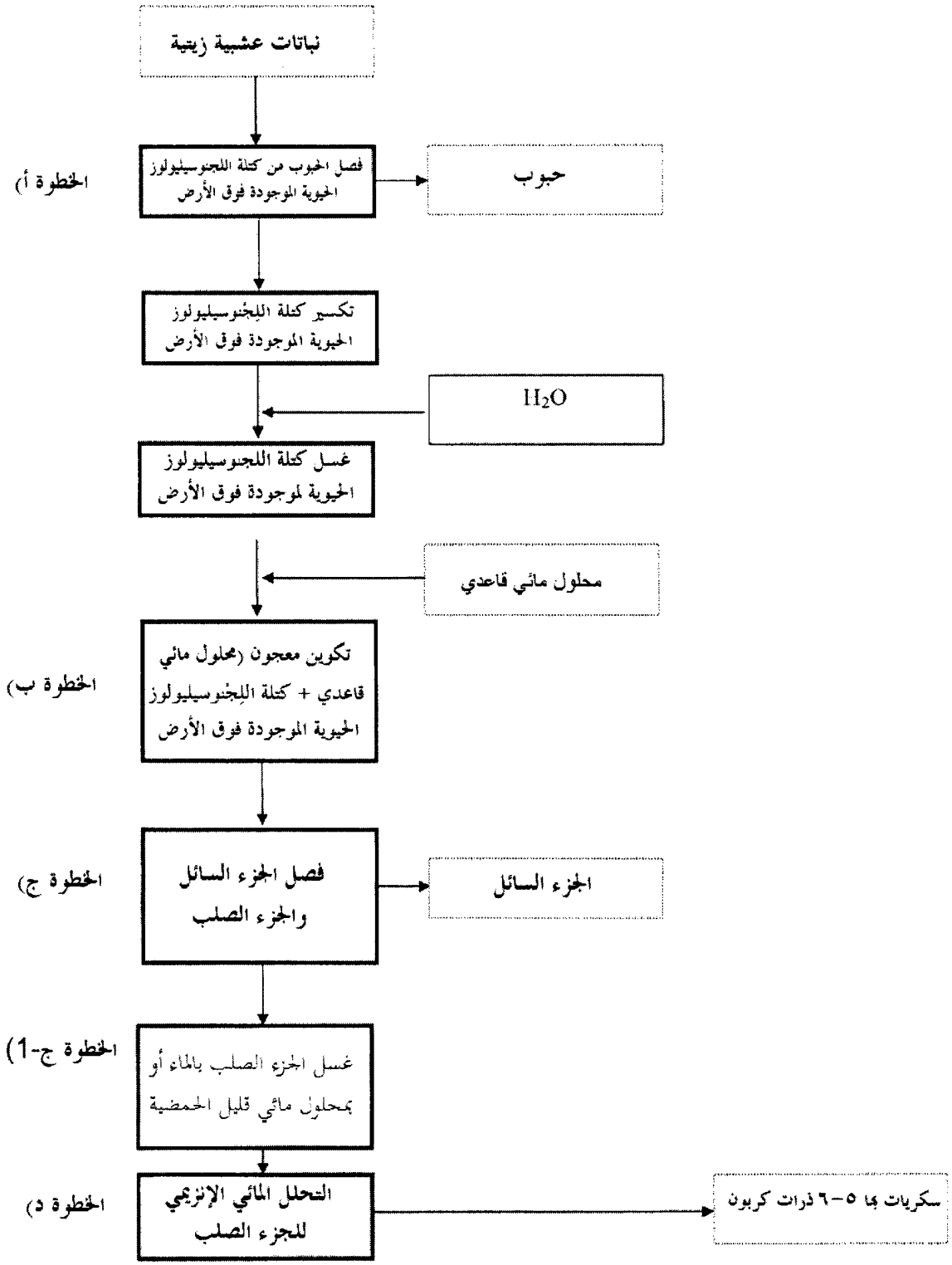
أصل			
اسم الطالب			
عدد اللوحات	3	رقم اللوحة	1
رقم الطلب/التاريخ/الساعة			
توقيع الوكيل / الطالب			

شكل ٢



أصل			
اسم الطالب			
عدد اللوحات	3	رقم اللوحة	2
رقم الطلب/التاريخ/الساعة			
توقيع الوكيل / الطالب			

شكل ٣



أصل			
اسم الطالب			
عدد اللوحات	3	رقم اللوحة	3
رقم الطلب/التاريخ/الساعة			
توقيع الوكيل / الطالب			

MA 37397B1

ROYAUME DU MAROC
****
OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE
****

OMPIC

المملكة المغربية
المكتب المغربي للملكية الصناعية و التجارية

RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE

Établi conformément à l'article 43.2 de la loi 17/97 relative à la protection de la propriété industrielle

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 37397 Date de dépôt :07/10/2014	N° de la demande PCT : PCT/EP2013/055787 Date de dépôt PCT: 20/03/2013
Déposant : NOVAMONT S.P.A.	Date de Priorité : 20/03/2012
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ POUR LA PRODUCTION DE COMPOSÉS ORGANIQUES À PARTIR D'ESPÈCES VÉGÉTALES	
Classement de l'objet de la demande : CIB : C 12P 19/02	

Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :

Partie 1 : Considérations générales

- ☒ Cadre 1 : Base du présent rapport
- ☐ Cadre 2 : Priorité

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité

- ☐ Cadre 3 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée
- ☒ Cadre 4 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle
- ☐ Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention

Examinateur: M. Bendaoud	**Date d'établissement du rapport** : 18/02/2016
Téléphone: **(+212) 5 22 58 64 14**	

Partie 1 : Considérations générales

Cadre 1 : base du présent rapport

Les pièces suivantes servent de base à l'établissement du présent rapport :

☒ Demande telle qu'initialement déposée

☐ Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :

☐ Observations à l'appui des revendications maintenues

☐ Observations des tiers suite à la publication de la demande

☐ Réponses du déposant aux observations des tiers

☐ Nouveaux documents constituant des antériorités :

- Suite à la recherche complémentaire *(Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)*

- Suite à la recherche additionnelle *(couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)*

Cadre 2 : Priorité

N° de la priorité : NO2012A000002 IT Date de priorité : 20/03/2012

Vu que le document de priorité n'est pas fourni dans l'une des langues de travail de l'Office, la priorité n'a pas été examinée et a été présumée valable.

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 4 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 1-15 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-15 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-15 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : WO2011014894; 10/02/2011 ; ANNIKKI GMBH; FACKLER KARIN ; MESSNER KURT ; KRONGTAEW [AT]
D2 : WO2011133952; 27/10/2011 ; QTEROS INC [US];
D3 : WO2006111604 ; 26/10/2006 ; CEREFI OY ; MAELKKI YRJOE [FI]
D4 : WO2011061400 ; 26/05/2011 ; VALTION TEKNILLINEN [FI]
WO2011014894; 10/02/2011 ; ANNIKKI GMBH; FACKLER KARIN ; MESSNER KURT ; KRONGTAEW [AT]

1. **Nouveauté (N) :**

Aucun des brevets mentionnés ci-dessus ne décrit un procédé pour la production de sucres fermentables en C5-C6 à partir de plantes herbacées oléagineuses comprenant les étapes de séparation mécanique des graines de la biomasse aérienne de lignocellulose et désintégration de ladite biomasse de lignocellulose le placement de la biomasse aérienne de lignocellulose en contact avec une solution aqueuse basique de manière à obtenir une pâte contenant de 10 à 50% en poids de ladite biomasse de lignocellulose à une température entre 10 et 95°C pendant entre 1 minute et 24 heures; la séparation de la pâte en une fraction solide contenant essentiellement de l'hémicellulose et de la cellulose; en une fraction liquide contenant de la lignine et des substances extractibles et soumission de ladite fraction solide contenant essentiellement de l'hémicellulose et de la cellulose à l'hydrolyse enzymatique, d'où l'objet de la revendication 1 est nouveau. Par la suite toutes les revendications dépendantes le sont.

2. **Activité inventive (AI) :**

Le document D1 qui est considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 et cité dans l'application décrit un procédé de production d'hexoses et les pentoses fermentescibles (p. 4, para. 8) à partir d'une variété de substrats lignocellulosiques (p. 5, para. 2). Le processus implique un traitement alcalin (revendication 1) à une température de moins de 60°C (p 4, paragraphe 5; les exemples utilisent 50°C pour un temps d'incubation de 24 heures) à 5-20% en poids (p.4, para. 4). Le mélange est ensuite séparé en fractions solides et liquides (p. 8, para 2). La fraction solide peut ensuite être hydrolyse enzymatique utilisant cellulase (p. 8, para. 3).
La revendication 1 diffère en ce qu'elle est limitée à des plantes herbacées oléagineuses appartenant au genre Cardueae. Dans D2, la plante est une plante herbacée comme la paille.
Les données comparatives ont été soumises pour démontrer que les plantes herbacées oléagineuses appartenant au genre Cardueae des rendements élevés peuvent être obtenus même lorsque le solvant organique utilisé pour le traitement alcalin est omise. Cela n'a pas été le cas dans lequel D1 en omettant l'utilisation de 50% d'éthanol a entraîné des réductions drastiques de rendement (D1, exemples 11 A).
Le problème est donc de fournir un procédé de production de sucres fermentescibles en C5-C6 qui est à la fois efficace et ne nécessite pas de solvants organiques en quantité importante.
La solution consiste à utiliser des plantes herbacées olealaginous belonaina.
Aucun des documents D1 -D4 ne concerne les plantes herbacées oléagineuses appartenant au genre Cardueae ou proches parents de ceux-ci. Ainsi, l'homme du métier n'avait aucun intérêt à croire que les plantes herbacées oléagineuses appartenant au genre Cardueae pourraient être utiles pour la production à haut rendement de fermentescible C5-C6 sans utiliser d'importantes quantités de solvants organiques.
Les revendications 1-15 vérifient l'activité inventive puisqu'elles sont non évidentes à l'égard de l'art antérieur.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible