

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 57570 A1** (51) Cl. internationale : **D21C 3/06**

(43) Date de publication :
30.12.2022

(21) N° Dépôt :
57570

(22) Date de Dépôt :
26.02.2021

(30) Données de Priorité :
28.02.2020 CA 3,074,194

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/CA2021/000017 26.02.2021

(71) Demandeur(s) :
SIXRING INC., 1500-140 - 10 Avenue SE Calgary, AB T2G ORI (CA)

(72) Inventeur(s) :
PURDY, Clay ; WEISSENBARGER, Markus ; WYNNYK, Kyle G. ; DAWSON, Karl W.

(74) Mandataire :
U.T.P.S.CO.LTD

(54) Titre : **ACIDE SULFURIQUE MODIFIÉ ET SES UTILISATIONS**

(57) Abrégé : L'invention concerne une composition aqueuse comprenant : de l'acide sulfurique ; un composé comprenant une fraction amine ; un composé comprenant une fraction d'acide sulfonique ; et un peroxyde. Ladite composition est capable de délignifier la biomasse.

-1-

حمض الكبريتيك المعدل وإستخداماته

المُلخص

تركيبه مائة مشتملة على: حمض الكبريتيك؛ مركب مشتمل على جزء أمين؛ مركب يشتمل على جزء حمض السلفونيك؛ والبيروكسيد. التركيبة المذكورة قادرة على إزالة اللجنين عن الكتلة الحيوية.

-2-

حمض الكبريتيك المعدل وإستخداماته

الوصف الكامل

المجال التقني

يتم توجيه الاختراع الحالي إلى طريقة وتركيبية مفيدة في تحلل المواد العضوية كالكثلة الحيوية عن طريق الأوكسدة مثلاً، على سبيل المثال لا الحصر، إزالة اللجنين من الكتلة الحيوية، كمثال واسع وبشكل أكثر تحديداً، إلى طريقة وتركيبية لتنفيذ ذلك في ظل أكثر الظروف المثلى من تلك التي تجري في ظلها عملية كرافت حالياً. 5

خلفية الاختراع

الخطوة الأولى في إنتاج الورق والأكثر كثافة في استخدام الطاقة هي إنتاج عجينة الورق. بصرف النظر عن الماء، فإن الخشب والمواد النباتية الأخرى المستخدمة في صناعة عجينة الورق تحتوي على ثلاثة مكونات رئيسية: ألياف السليلوز؛ اللجنين؛ والهيميسليلوزات. هدف تصنيع عجينة الورق هو فصل الألياف عن اللجنين. اللجنين هو بوليمر ثلاثي الأبعاد يعمل مجازياً كمعجون لتثبيت جميع الألياف معاً داخل النبات. إن وجودها في عجينة الورق النهائية أمر غير مرغوب فيه ولا يضيف شيئاً إلى المنتج النهائي. يشير تصنيع عجينة الورق من الخشب إلى تحطيم البنية السائبة لمصدر الألياف، سواء كانت رقائق، سيقان أو أجزاء نباتية أخرى، إلى الألياف المكونة. ألياف السليلوز هي أكثر المكونات المرغوبة عند صناعة الورق. الهيميسليلوز هو بوليمر كربوهيدرات متفرع أقصر يتكون من مونومرات سكر مختلفة حيث تشكل بنية بوليمرية عشوائية غير متبلورة. لا يعد وجود الهيميسليلوز في عجينة الورق النهائية أمر بالغ الأهمية لصلابة الورق مثل السليلوز. هذا صحيح أيضاً بالنسبة لتحويل الكتلة الحيوية. التحديات متشابهة. فقط النتيجة 10 15

-3-

المرجوة مختلفة. قد يؤدي تحويل الكتلة الحيوية إلى مزيد من التكسير للكربوهيدرات الأحادية كنتيجة مرغوبة بينما تتوقف عملية عجينة الورق & الورق عادةً بعد انحلال اللجنين مباشرة.

5 هناك طريقتان رئيسيتان لتحضير عجينة الورق من الخشب أو الكتلة الحيوية الخشبية: المعالجة الميكانيكية والمعالجة الكيميائية. تتكون المعالجة الميكانيكية أو صناعة عجينة الورق عمومًا من تمزيق رقائق الخشب فعليًا، بالتالي، تمزيق ألياف السليلوز في محاولة لفصلها عن بعضها البعض. تشمل أوجه القصور في هذا النهج ما يلي: ألياف السليلوز الممزقة أو التالفة، بالتالي الألياف القصيرة؛ واللجنين أو بقاياها على ألياف السليلوز، مما يؤدي إلى إدخال أو ترك شوائب من المنتج النهائي. تستهلك هذه العملية أيضًا كميات كبيرة من الطاقة وهي عالية رأس المال بسبب الضغط العالي، المواد الكيميائية المسببة للتآكل والحرارة المطلوبة. هناك العديد من الأساليب أو العمليات المدرجة في عملية فصل الألياف الكيميائية. تركز هذه بشكل عام على تحلل اللجنين والهيميسليلوز إلى جزيئات قابلة للذوبان في الماء. يتم فصل هذه المكونات المتحللة الآن عن ألياف السليلوز عن طريق غسل الأخير دون إتلاف ألياف السليلوز. تستهلك العملية الكيميائية حاليًا طاقة أيضًا، حيث يلزم عادةً كميات عالية من الحرارة؛ وفي كثير من الحالات، تتطلب أيضًا إثارة أو تدخل ميكانيكي يضيف أوجه القصور والتكاليف إلى العملية.

15 توجد طرق استخلاص أو معالجة تجمع، إلى حد مختلف، الجوانب الكيميائية لعملية فصل الألياف مع الجوانب الميكانيكية لعملية فصل الألياف. على سبيل المثال لا الحصر، يجب على المرء أن يأخذ في الاعتبار تضمين تصنيع عجينة الورق الميكانيكي الحراري (يشار إليه أيضًا باسم TMP)، وتصنيع عجينة الورق الميكانيكي الكيميائي (CTMP). من خلال مجموعة من المزايا التي توفرها كل طريقة عامة من طرق فصل الألياف، تم تصميم المعالجات لتقليل كمية الطاقة التي يتطلبها الجانب الميكانيكي لمعالجة عجينة الورق. يمكن أن يؤثر هذا أيضًا بشكل مباشر على قوة أو تدهور قوة الشد للألياف الخاضعة لنهج دمج تصنيع عجينة الورق هذه. بشكل عام، تتضمن هذه الأساليب معالجة كيميائية مختصرة (مقارنة بتصنيع صناعة الورق الكيميائي الخاص التقليدي) والتي تتبعها عادةً معالجة ميكانيكية لفصل الألياف.

-4-

تعتبر عملية كرافت هي العملية الأكثر شيوعًا لصنع عجينة الورق لإنتاج الورق. في عملية كرافت، يتم تحويل رقائق الخشب إلى عجينة ورق من الخشب الذي يكاد يكون من ألياف السليلوز النقية. تتكون عملية كرافت متعددة الخطوات من الخطوة الأولى حيث يتم تشريب/معالجة رقائق الخشب بمحلول كيميائي. يتم ذلك عن طريق نقع رقائق الخشب ثم تسخينها مسبقًا بالبخار. تعمل هذه الخطوة على تضخم رقائق الخشب وطردها الهواء الموجود فيها واستبدال الهواء بالسائل. ينتج عن هذا السائل الأسود منتج ثانوي ناتج عن عملية كرافت. تحتوي على الماء، بقايا اللجنين، الهيميسليلوز والمواد الكيميائية غير العضوية. السائل الأبيض عبارة عن محلول قلوي قوي يشتمل على هيدروكسيد الصوديوم وكبريتيد الصوديوم. بمجرد نقع رقائق الخشب في المحاليل الكيميائية المختلفة، فإنها تخضع للطهي. لتحقيق إزالة اللجنين في رقائق الخشب، يتم الطهي لعدة ساعات في درجات حرارة تصل إلى 176 درجة مئوية. في درجات الحرارة هذه، يتحلل اللجنين لينتج شظايا قابلة للذوبان في الماء. يتم جمع الألياف السليلوزية المتبقية وغسلها بعد خطوة الطهي.

تُعلم براءة الاختراع الأمريكية رقم 5,080,756 عملية صناعة عجينة الورق بطريقة كرافت مُحسنة وتتميز بإضافة تركيبة حمض الكبريتيك المركز المستهلكة التي تحتوي على مادة عضوية إلى نظام استرداد كرافت لتوفير خليط غني بمحتواه الكلي من الكبريت الذي يتعرض للجفاف، الانحلال الحراري والاختزال في فرن الاسترداد. تعتبر المادة العضوية لتركيبية حمض الكبريتيك مفيدة بشكل خاص كمصدر للطاقة الحرارية التي تتيح الحفاظ على مستويات حرارة عالية بسهولة لتسهيل تفاعلات الأكسدة والاختزال التي تحدث في الفرن، مما يؤدي إلى تشكيل الكبريتيد المستخدم لتحضير سائل الطبخ المناسب لعملية صناعة عجينة الورق.

حمض كارو، المعروف أيضًا باسم حمض البيروكسي أحادي كبريتيك (H_2SO_5)، هو أحد أقوى المواد المؤكسدة المعروفة. هناك العديد من التفاعلات المعروفة لتحضير حمض كارو لكن أكثرها وضوحًا يتضمن التفاعل بين حمض الكبريتيك (H_2SO_4) وبيروكسيد الهيدروجين (H_2O_2). يسمح تحضير حمض كارو بهذه الطريقة بإنتاج واحد في تفاعل إضافي أحادي كبريتات البوتاسيوم (PMPS) وهو عامل تبيض قيم ومؤكد. في حين أن حمض كارو له العديد من التطبيقات المفيدة المعروفة، إلا أن أحدها جدير بالملاحظة هو استخدامه في إزالة اللجنين من الخشب.

-5-

إنتاج الوقود الحيوي هو تطبيق محتمل آخر لعملية كرافت. أحد العوائق الحالية لإنتاج الوقود الحيوي هو أنه يتطلب استخدام أجزاء نباتية من الدرجة الغذائية (مثل البذور) لتحويل الكربوهيدرات إلى وقود في عملية فعالة بشكل معقول. يمكن الحصول على الكربوهيدرات من الألياف السليلوزية، باستخدام الكتلة الحيوية غير الغذائية في عملية كرافت؛ مع ذلك، فإن الطبيعة المكثفة للطاقة لعملية كرافت لإزالة اللجنين تجعل هذا خيار أقل جدوى من الناحية التجارية. من أجل بناء دورة موارد كيميائية نباتية، هناك حاجة كبيرة لعمليات موفرة للطاقة والتي يمكن أن تستخدم التلقيمات النباتية التي لا تنافس إنتاج الغذاء البشري.

في حين أن عملية صناعة عجينة الورق بطريقة كرافت هي أكثر عمليات صناعة عجينة الورق الكيميائية استخدامًا في العالم، إلا أنها تتطلب طاقة كبيرة للغاية ولها عيوب أخرى، على سبيل المثال، الروائح الكبيرة المنبعثة حول مصانع إنتاج عجينة الورق أو الانبعاثات العامة التي يتم الآن تنظيمها بشكل كبير في العديد من عجينة الورق و مناطق إنتاج الورق. في ضوء التحديات البيئية الحالية، التحديات الاقتصادية والتغيرات المناخية، إلى جانب رسوم الانبعاثات التي يتم تنفيذها، فمن المرغوب فيه للغاية تحسين عمليات صناعة عجينة الورق الحالية. من أجل توفير ألياف ذات جودة خطية على الأقل دون الإضرار الحالي الكبير بالبيئة أثناء إنتاجها. وفقًا لذلك، لا تزال هناك حاجة إلى تركيبة قادرة على إجراء إزالة اللجنين على مادة الخشب تحت درجات حرارة وضغوط منخفضة مقابل ما هو مستخدم حاليًا دون الحاجة إلى أي نفقات رأسمالية إضافية.

الوصف العام للاختراع

وفقًا لأحد جوانب الاختراع الحالي، يتم توفير تركيبة حمضية مائية مشتملة على:

- حمض الكبريتيك

- مركب مشتمل على جزء أمين؛

- مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

- بيروكسيد.

وفقاً لأحد جوانب الاختراع الحالي، يتم توفير تركيبة حمضية مائية مشتملة على:

- حمض الكبريتيك

- مركب مشتمل على جزء أمين؛

5 - مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

حيث يوجد حمض الكبريتيك والمركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض السلفونيك بنسبة مولارية لا تقل عن 1:1:1.

بشكل مفضل، يوجد حمض الكبريتيك والمركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل

على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:1:28 إلى 1:1:2. بشكل مفضل أكثر، يوجد

10 حمض الكبريتيك والمركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض

سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:1:24 إلى 1:1:3. بشكل مفضل، يوجد حمض الكبريتيك والمركب

المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح

من 1:1:20 إلى 1:1:4. بشكل مفضل أكثر، يوجد حمض الكبريتيك والمركب المذكور المشتمل على

جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:1:16 إلى 1:1:5:

1:1. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يوجد حمض الكبريتيك والمركب المذكور المشتمل على جزء

15 أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:1:12 إلى 1:1:6:

1.

وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يوجد المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور

المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:1:2 إلى 1:1:2.

-7-

وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يوجد المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 3: 1 إلى 1: 3.

وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يوجد المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 4: 1 إلى 1: 4.

5 وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يوجد المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 5: 1 إلى 1: 5.

بشكل مفضل أيضاً، يكون للمركب المذكور المشتمل على جزء أمين وزن جزيئي أقل من 300 جرام/مول.

بشكل مفضل أيضاً، يكون للمركب المذكور المشتمل على جزء أمين وزن جزيئي أقل من 150 جرام/مول.

بشكل مفضل أكثر، يكون المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو أمين أولي. الأفضل من ذلك، أن

10 المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو ألكانول أمين. الأفضل من ذلك، أن المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو أمين ثلاثي.

وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يتم اختيار الألكانول أمين من المجموعة المتكونة من: أحادي إيثانول

أمين؛ ثنائي إيثانول أمين؛ ثلاثي إيثانول أمين؛ وإتحادات منهم. بشكل مفضل، يكون الألكانول أمين هو ثلاثي إيثانول أمين.

15 وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يتم اختيار المركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك من المجموعة

المتكونة من: أحماض ألكيل سلفونيك حيث تتراوح عدد ذرات كربون مجموعات الألكيل من 1 إلى 6 ذرات

وتكون خطية أو متفرعة؛ وإتحادات منهم. بشكل مفضل، يتم اختيار المركب المذكور المشتمل على جزء

حمض سلفونيك من المجموعة المتكونة من: حمض ميثان سلفونيك؛ حمض إيثان سلفونيك؛ حمض البروبان

سلفونيك؛ حمض 2-البروبان سلفونيك؛ حمض أيزو بيوتيل سلفونيك؛ حمض t-بيوتيل سلفونيك؛ حمض

20 البيوتان سلفونيك؛ حمض أيزو-بنتيل سلفونيك؛ حمض t-بنتيل سلفونيك؛ حمض البنتان سولفونيك؛ حمض

-8-

t- بيوتيل هيكسان سلفونيك؛ واتحادات منهم. بشكل مفضل، يكون المركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك هو حمض ميثان سلفونيك.

وفقاً لأحد جوانب الاختراع الحالي، يتم توفير تركيبة مائية للاستخدام في إزالة اللجنين من الكتلة الحيوية مثل الخشب، حيث تشتمل التركيبة المذكورة على:

5 - حمض الكبريتيك

- مركب مشتمل على جزء أمين؛

- مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

- بيروكسيد.

حيث حمض الكبريتيك، المركب المشتمل على جزء أمين؛ والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك

10 موجود بنسبة مولية تتراوح من 2 : 1 : 1 إلى 30 : 1 : 1.

وفقاً لأحد جوانب الاختراع الحالي، يتم توفير تركيبة مائية للاستخدام في تكسير السليلوز من الكتلة الحيوية (أي مصدر نباتي)، حيث تشتمل التركيبة المذكورة على:

- حمض الكبريتيك بنسبة 20-70% بالوزن من إجمالي وزن التركيبة؛

- مركب مشتمل على جزء أمين؛

15 - مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

- بيروكسيد

حيث حمض الكبريتيك، المركب المشتمل على جزء أمين؛ والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك

موجود بنسبة مولية تتراوح من 2 : 1 : 1 إلى 30 : 1 : 1.

-9-

بشكل مفضل، يكون البيروكسيد عبارة عن بيروكسيد الهيدروجين.

وفقًا لأحد جوانب الاختراع الحالي، يتم توفير طريقة لإزالة اللجنين من الكتلة الحيوية/مادة نباتية، الطريقة المذكورة مشتملة على:

- توفير المواد النباتية المذكورة المشتملة على ألياف السليلوز واللجنين؛

5 - تعريض المادة النباتية المذكورة المتطلبة للتركيبية مشتملة على:

o حمض الكبريتيك بتركيز 20-70% بالوزن من إجمالي وزن التركيبية؛

o مركب مشتمل على جزء أمين؛

o مركب مشتمل على جزء حمض السلفونيك؛

10 لفترة زمنية كافية لإزالة كل اللجنين الموجود في المادة النباتية المذكورة. بشكل مفضل، تشتمل التركيبية أيضًا على بيروكسيد.

بشكل مفضل، يتم اختيار المركب المشتمل على جزء حمض سلفونيك من المجموعة المتكونة من: أحماض ألكيل سلفونيك حيث تتراوح عدد ذرات كربون مجموعات الألكيل من 1 إلى 6 ذرات وتكون خطية أو متفرعة؛ وإتحادات منهم. بشكل مفضل، يتم اختيار المركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك من المجموعة المتكونة من: حمض ميثان سلفونيك؛ حمض إيثان سلفونيك؛ حمض البروبان سلفونيك؛ حمض 2-البروبان سلفونيك؛ حمض أيزو بيوتيل سلفونيك؛ حمض t-بيوتيل سلفونيك؛ حمض البيوتان سلفونيك؛ حمض أيزو-بنتيل سلفونيك؛ حمض t-بنتيل سلفونيك؛ حمض البنتان سولفونيك؛ حمض t-بيوتيل هيكسان سلفونيك؛ وإتحادات منهم. بشكل مفضل، يكون المركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك هو حمض ميثان سلفونيك.

بشكل مفضل، يكون للمركب المذكور المشتمل على جزء أمين وزن جزيئي أقل من 300 جرام/مول.

-10-

بشكل مفضل، يكون للمركب المذكور المشتمل على جزء أمين وزن جزيئي أقل من 150 جرام/مول. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، تحتوي التركيبة على أس هيدروجيني أقل من 1. وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يكون للتركيبة أس هيدروجيني أقل من 0.5.

5 اكتشف المخترعون أن إزالة اللجنين من الكتلة الحيوية مثل المواد الخشبية/عجينة الورق الخشبية (مثلاً، على سبيل المثال لا الحصر رقائق الخشب) يمكن أن يحدث في درجات حرارة أقل بكثير من تلك المستخدمة أثناء عملية فصل الألياف التقليدية بطريقة كرافت. في الواقع، أظهرت التجارب التي أجريت في درجة حرارة الغرفة مع التركيبات المفضلة وفقاً للاختراع الحالي أنها تحلل اللجنين الموجود في رقائق الخشب لتحرير ألياف السليلوز. وفقاً لتجسيد مفضل لطريقة وفقاً للاختراع الحالي، تمت إذابة عينة خشب عند 30 درجة مئوية عند التعرض لتركيبة وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يمكن تقليل تكاليف مدخلات الطاقة بشكل كبير المتضمنة على إزالة اللجنين الحالي من عجينة الورق عن طريق تطبيق طريقة شاملة تركيبيبة مفضلة للاختراع الحالي.

10

وصف مختصر للأشكال

يمكن فهم الاختراع بشكل كامل بالنظر إلى الوصف التالي لتجسيديات مختلفة للاختراع فيما يتعلق بالشكل المصاحب، حيث:

15 **الشكل 1** عبارة عن صورة فوتوغرافية لانحلال رقاقة خشبية في تركيبيبة وفقاً للاختراع الحالي حيث كان الوقت المنقضي دقيقة واحدة؛ و

الشكل 2 عبارة عن صورة فوتوغرافية لانحلال رقاقة خشبية في تركيبيبة وفقاً للاختراع الحالي حيث كان الوقت المنقضي 24 ساعة.

الوصف التفصيلي

-11-

تم إجراء التجارب باستخدام تركيبة حمضية مائية وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي كما هو موضح أن رقائق الخشب يمكن أن تخضع لإزالة اللجنين في ظل ظروف تفاعل خاضعة للرقابة وإزالة أو على الأقل تقليل تحلل السليلوز. من المفهوم أن التحلل يعني تغميق السليلوز أو الكربنة (التحويل إلى أسود الكربون) وهو رمز لهجوم الحمض غير المنضبط على السليلوز وتلطixه.

5 بشكل مفضل، يوجد المركب المشتمل على جزء أمين والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك بنسبة 1:1. معاً في وجود حمض الكبريتيك، يبدو أن هناك تنسيق للمركبات التي تعمل بمثابة حمض الكبريتيك المعدل. في هذا الصدد، يُعتقد أن وجود مجموعة حمض السلفونيك مع مجموعة أمين تشكل جزءاً من هذا الحمض المعدل. تملّي قوة الحمض المعدل بواسطة مولات حمض الكبريتيك إلى مولات المركب المشتمل على جزء أمين والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك. من ثم، فإن تركيبة تشتمل على نسبة مولارية 10 تبلغ 6:1:1 من حمض الكبريتيك: المركب المشتمل على جزء أمين: سيكون المركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك أقل تفاعلاً بكثير من تركيبة من نفس المكونات بنسبة مولارية تبلغ 28:1:1. قد لوحظ أيضاً أن النسبة بين المركب المشتمل على جزء أمين والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك يمكن أن تختلف من 0.5:1 و 1:2 دون أن يكون لها تأثير ملحوظ على تفاعلية التركيبة بأكملها، أي عند وضعها في وجود حمض الكبريتيك.

15 عند إجراء إزالة اللجنين من الخشب باستخدام تركيبة وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يمكن تنفيذ العملية عند درجات حرارة أقل بشكل كبير من درجات الحرارة المستخدمة في عملية فصل صناعة عجينة الورق التقليدية بطريقة كرافت. المزايا جوهرية، فيما يلي عدد قليل منها: تتطلب عملية فصل صناعة عجينة الورق بطريقة كرافت درجات حرارة قريبة من 176 - 180 درجة مئوية من أجل إجراء عملية إزالة اللجنين، يمكن للتجسيد المفضل للعملية وفقاً للاختراع الحالي أن ينزع عن الخشب عند درجات حرارة منخفضة للغاية، حتى 20 منخفضة تصل إلى 20 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 0 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 10 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل

-12-

للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 30 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 40 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 50 درجة مئوية. وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند درجات حرارة منخفضة تصل إلى 60 درجة مئوية. 5 تتضمن المزايا الأخرى: إدخال أقل للطاقة؛ الحد من الانبعاثات وخفض النفقات الرأسمالية؛ خفض الصيانة؛ خفض تكاليف الإغلاق/التحويل؛ كما أن هناك مزايا HSE مقارنة بتركيبات فصل صناعة عجينة الورق التقليدية بطريقة كرافت.

في كل واحد من التجسيديات المفضلة المذكورة أعلاه، تكون درجة الحرارة التي يتم عندها تنفيذ العمليات أقل بكثير من عملية كرافت الحالية كثيفة الاستهلاك للطاقة. 10

بالإضافة إلى ذلك، تستخدم عملية كرافت ضغوط عالية لأداء إزالة اللجنين من الخشب الذي يكون في البداية كثيف لرأس المال، خطير، مكلف للصيانة، وله تكاليف تحويل عالية مرتبطة به. وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، يمكن إجراء إزالة اللجنين من الخشب عند الضغط الجوي. وهذا بدوره يلغي الحاجة إلى معدات صناعية عالية التخصص وباهظة الثمن مثل أوعية الضغط/أجهزة الهضم. كما يسمح بتنفيذ وحدات إزالة اللجنين في العديد من أجزاء العالم حيث كان تنفيذ مصنع كرافت غير عملي في السابق بسبب مجموعة متنوعة من الأسباب. 15

تعتبر بعض مزايا العملية وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، على عملية كرافت تقليدية، جوهرية لأن متطلبات الحرارة/الطاقة للأخيرة ليست فقط مصدر كبير للتلوث ولكنها في جزء كبير منها السبب وراء أن إنتاج منتج عجينة الورق مكلف للغاية وله متطلبات رأسمالية أولية عالية. ستنعكس وفورات الطاقة في تنفيذ عملية وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي في عجينة الورق بسعر أقل وفوائد بيئية والتي سيكون لها تأثير فوري ومزايا متعددة الأجيال طويلة الأمد للجميع. 20

-13-

يمكن العثور على مزيد من التوفير في التكلفة في التنفيذ الكامل أو الجزئي لعملية وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي، في غياب أو تقليل اللوائح التقييدية لتشغيل أجهزة هضم عجينة الورق ذات درجة الحرارة العالية والضغط العالي.

التجربة #1

- 5 تم اختبار تجسيد مفضل للتركيب وفقاً للاختراع الحالي لتحديد قدرته على فصل رقاقة خشب.
- تم الانتهاء من التجارب باستخدام ما يقرب من 0.2 جرام من الخشب وحوالي 20 جرام من المحلول. تم تقليب المخاليط عند 200 دورة في الدقيقة عند درجة حرارة 30 درجة مئوية.
- يوضح الشكلان 1 و 2 انحلال شريحتين من الخشب في وجود تركيبة وفقاً لتجسيد مفضل للاختراع الحالي. تشتمل التركيبة وفقاً للتجسيد المفضل المعني على حمض الكبريتيك، أحادي إيثانول أمين وحمض الميثان سلفونيك بنسبة 6: 1: 1. من الجدير بالذكر أن المحلول لا يزال صافي بعد دقيقة واحدة (انظر الشكل 1).
- 10 قد أظهرت تركيبة حمض الكبريتيك بالفعل علامات تغير اللون مما يدل على تحلل السليلوز إلى أسود الكربون. في الواقع، يظل المحلول صافي خلال التجربة بأكملها التي استمرت حتى 24 ساعة (انظر الشكل 2). بعد 24 ساعة، تمكن المحلول من إذابة كل اللجنين الموجود في رقاقة الخشب مع الحفاظ على حزم السليلوز البلوري كاملاً (أو كامل إلى حد كبير). هذا دليل على تركيبة مؤكسدة خفيفة تستهدف بالتحديد اللجنين مع تجنيد السليلوز.
- 15 تعد التجربة المذكورة أعلاه مؤشر واضح على أن التركيبة المفضلة وفقاً للاختراع الحالي لا توفر فقط حمض مذاب مناسباً لفصل مادة النبات، ولكنها أيضاً ذات قيمة في التحكم في التحلل النهائي للمادة السليلوزية إلى بقايا أسود الكربون مما يؤدي إلى إنتاجية أعلى بشكل محتمل للمعالجات وبالتالي زيادة الربحية مع تقليل الانبعاثات والمخاطر على الموظفين، المقاولين، والجمهور.

20 تجارب إضافية لإزالة اللجنين

-14-

تم خلط حمض الكبريتيك، حمض الميثان سلفونيك (MSA)، ثلاثي إيثانول أمين (TEOA) وبيروكسيد الهيدروجين مع زيادة تركيزات MSA و TEOA ومتفاعلة مع الكتلة الحيوية (رقائق الخشب) طوال الليل في الظروف المحيطة لتقييم فعالية التباين على النسب المولية على المدى التفاعل. تم إجراء اختبارات التحكم للخلائط ذات الصلة باستخدام مادة اللجنين من عملية كرافت فقط أو إضافة السليلوز فقط بدلاً من الكتلة الحيوية. تم استخدام اللجنين المتاح تجاريًا (Sigma-Aldrich; Lignin, kraft; Prod# 471003) كعنصر تحكم في الاختبار. تم استخدام السليلوز تجاريًا (Sigma-Aldrich; Cellulose, fibers) كعنصر تحكم في الاختبار. ((medium); Prod# C6288)

تم ترشيح الطور الصلب لكل مزيج بعد وقت تفاعل 20 ساعة، شطفه بالماء وتجفيفه في فرن عند 45 درجة مئوية إلى وزن ثابت. يجب أن يعمل المزيج الفعال على إذابة كل اللجنين وترك السليلوز كامل قدر الإمكان. تم تسجيل نتائج التجارب في الجدول 1 أدناه.

الجدول 1 - إستراداد المواد الصلبة (% من الكتلة الأولية) بعد وقت التفاعل 20 ساعة

المزيج	الخشب (% بالوزن من المتبقي بعد التفاعل)	عنصر التحكم للجنين (% بالوزن من المتبقي بعد التفاعل)	عنصر التحكم للسليلوز (% بالوزن من المتبقي بعد التفاعل)
28:1:1:28	43.21	0.00	43.21
10:1:1:10	47.13	0.00	88.63
2:1:1:2	54.65	21.74	91.92

يؤدي المزيج بنسبة 28:1:1:28 من حمض الكبريتيك (%96 التركيز المستخدم) إلى MSA إلى TEOA إلى بيروكسيد الهيدروجين (كمحلول 30%) إلى إستراداد كتلة بنسبة 43% من الخشب والسليلوز. يوضح هذا أن خليط الحمض/البيروكسيد شديد العدوانية ويزيل بلمرة الكثير من السليلوز. لا يمكن إستراداد أي من اللجنين، وهي النتيجة المطلوبة. عندما يتم زيادة تركيز مزيج مثبط من TEOA / MSA إلى عُشر تركيز الحمض والبيروكسيد، لا يزال يتم إزالة بلمرة كل اللجنين بما يكفي ليذهب إلى المحلول. مع ذلك، لم

-15-

يعد يتم مهاجمة السليلوز بنفس القدر. يمكن استعادة 89% من السليلوز باستخدام هذا المزيج. تؤدي زيادة تركيز المثبط إلى نصف تركيز الحمض/البيروكسيد إلى إبطاء هضم الكتلة الحيوية إلى حد أقل استحسان. يمكن استعادة 55% من كتلة الخشب و 92% من السليلوز، لكن أيضًا 22% من اللجنين لم يتم إحضاره إلى المحلول.

5 عملية مجمعة باستخدام مزيج من H_2O_2 : MSA : TEOA : H_2SO_4 بنسبة مولارية 10 : 1 : 1 : 10

تم تنفيذ عملية مجمعة من أجل توسيع نطاق التراكيب والعملية التي تمت مناقشتها مسبقًا. لتحضير عملية دفعية، تم وضع 3409 جرام من حمض كبريتيك (93%) في مفاعل زجاجي كبير (10 لتر) وأضيف 444 جرام حمض ميثان سلفونيك (70%) و 482 جرام من ثلاثي إيثانول أمين. تم تقليب الخليط عند 100 دورة في الدقيقة. ثم تمت إضافة 3665 جم من محلول بيروكسيد الهيدروجين (29%) ببطء (أكثر من 1 إلى 10 ساعة) إلى الحمض المعدل. تم تبريد المفاعل لتبريد الحرارة المتولدة بحيث لا تزيد درجة حرارة الخليط عن 40 درجة مئوية. بعد إضافة بيروكسيد الهيدروجين، يُترك نظام المفاعل ليتوازن مع درجة الحرارة المحيطة (30 دقيقة). كانت نسبة المزج المولارية (بترتيب الإضافة) 10 : 1 : 1 : 10. تمت إضافة 400 جرام من بقايا الخشب (نشارة الخشب) ببطء إلى المفاعل. تم رصد ارتفاع درجة الحرارة. عندما وصلت درجة حرارة المفاعل إلى 55 درجة مئوية، تم تبريد المفاعل إلى درجة حرارة 26 درجة مئوية. بعد ذلك، لم يعد التبريد ضروريًا. تم إجراء التفاعل لمدة 20 ساعة، ثم تم نقل خليط التفاعل إلى نظام مرشح باستخدام لوح ترشيح تغلون 20 ميكرومتر. تم التخلص من ناتج الترشيح وغسل عجينة المرشح المتبقية بـ 12 لتر من الماء حتى وصل التدفق إلى قيمة أس هيدروجيني تبلغ حوالي 6. تم تجفيف عجينة المرشح بالفرن (45 درجة مئوية) طوال الليل. كان إنتاج السليلوز مقارنة مع الكتلة الحيوية المضافة 43.2%.

تم تحديد محتوى الهيدروكربون من السليلوز الناتج ليكون 94.4% وهو قريب من دفعة السليلوز Sigma- Aldrich cellulose lot# WXBC9745V -95.7% القياسية المستخدمة كمقارنة. تم تحديد محتوى الماء ليكون 1.70% وهو قريب من دفعة السليلوز the Sigma-Aldrich cellulose lot#

-16-

- WXBC9745V - 3% القياسية المستخدمة كمقارنة. $Kappa \# = 0$ ، مما يعني أنه لا يوجد لجنين متبقي في العينة. تم إجراء حيود الأشعة السينية على العينة وأشار إلى أن التبلور الظاهري بلغ 58.2% وهو ما يتماشى مع الأرقام التي تم اختبارها سابقاً وتم قياس السليلوز التجاري من Aldrich بنسبة 62.9%. أظهر الفحص المجهرى الإلكتروني وجود محتوى عالي جداً من الألياف.

5 قد تمثل طريقة إنتاج الجلوكوز من لب الخشب تقدم كبير في العملية الحالية حيث يكون تحويل هذه الطريقة كثيف كيميائي ومكثف للطاقة، ومكلف، وانبعثات مكثفة وخطيرة، بينما لا ينتج عنها نتائج عالية الكفاءة، بالأخص في العمليات واسعة النطاق. من المستحسن استخدام تركيبة قد تؤدي إلى إزالة الأخشاب ولكنها تتيح أيضاً للمشغل بعض التحكم من أجل الحفاظ على السليلوز بدلاً من تحطيمه إلى أسود الكربون مما يؤدي إلى زيادة الكفاءة والإنتاجية بجانب زيادة السلامة وتقليل التكاليف الإجمالية.

10 وفقاً لتجسيد مفضل لطريقة الاختراع الحالي، يمكن إجراء فصل اللجنين ويمكن معالجة ألياف السليلوز الناتجة أيضاً لإنتاج مونومرات الجلوكوز. تحتوي كيمياء الجلوكوز على العديد من الاستخدامات بما في ذلك باعتبارها لبنة انطلاق في تحضير المواد الكيميائية المستخدمة على نطاق واسع بما في ذلك على سبيل المثال لا الحصر ثنائي أسيتونيد وثنائي الأسييتال والجلوكوزيد والجلوكوز والهيدروكسي جلوكال على سبيل المثال لا الحصر.

15 وفقاً لتجسيد مفضل آخر للاختراع الحالي، يمكن استخدام التركيبة لتحلل المادة العضوية عن طريق الأكسدة مثل تلك المستخدمة في معالجة المياه، تنقية المياه و/أو تحلية المياه. مثال على ذلك هو إزالة (أي تدمير) من الطحالب على أغشية الترشيح. نظراً لأن هذه الأغشية يمكن أن تكون باهظة الثمن، فمن الضروري استخدامها لأطول فترة ممكنة. مع ذلك، نظراً لصعوبة إزالة المادة العضوية التي تتراكم عليها بمرور الوقت، فإن الأساليب الجديدة ضرورية للقيام بذلك بكفاءة وبأقل قدر ممكن من الضرر للغشاء. الأحماض المعدنية قوية جداً، وفي حين أنها تزيل المادة العضوية، فإنها ستلحق الضرر بأغشية الترشيح. تعالج التركيبة

20

-17-

المفضلة للاختراع الحالي هذه المشكلة لأنها أقل عدوانية من الأحماض المعدنية، على هذا النحو، ستزيل الملوثات العضوية بطريقة أكثر اعتدالاً، وبالتالي تجنب الغشاء.

بينما يتم وصف الاختراع السابق بشيء من التفصيل لأغراض التوضيح والفهم، فإنه سيتم تقديره من قبل أولئك المهرة في الفنون ذات الصلة، بمجرد أن يصبحوا على دراية بهذا الكشف، يمكن إجراء تغييرات مختلفة في الشكل والتفاصيل دون مغادرة من النطاق الحقيقي للاختراع في عناصر الحماية الملحقة.

-18-

عناصر الحماية

1. تركيبة حمضية مائية مشتملة على:
- حمض الكبريتيك
 - مركب مشتمل على جزء أمين؛
 - مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و
 - 5 - بيروكسيد.
2. تركيبة حمضية مائية مشتملة على:
- حمض الكبريتيك
 - مركب مشتمل على جزء أمين؛
 - مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و
- 10 حيث يوجد حمض الكبريتيك والمركب المذكور الذي يشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض السلفونيك بنسبة مولارية لا تقل عن 1:1:1.
3. التركيبة وفقاً لعنصر الحماية 1 أو 2، حيث يوجد حمض الكبريتيك، المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض السلفونيك بنسبة مولارية تتراوح من 1:28:1 إلى 1:2:1.
- 15 4. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 3 حيث يكون للمركب المذكور المشتمل على جزء أمين وزن جزيئي أقل من 300 جرام/مول.

-19-

5. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 4 حيث يكون المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو أمين أولي.

6. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 4 حيث يكون المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو الألكانول أمين.

7. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 4 حيث يكون المركب المذكور المشتمل على جزء أمين هو أمين ثلاثي.

8. التركيبة وفقاً لعنصر الحماية 6 حيث يتم اختيار الألكانول أمين المذكور من المجموعة المكونة من: أحادي إيثانول أمين؛ ثنائي إيثانول أمين؛ ثلاثي إيثانول أمين؛ وإتحادات منهم.

9. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 8 حيث يكون الألكانول أمين المذكور هو ثلاثي إيثانول أمين.

10. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 9 حيث يتم اختيار المركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك من المجموعة المتكونة من: أحماض ألكيل سلفونيك وإتحادات منهم.

11. التركيبة وفقاً لعنصر الحماية 10 حيث يتم اختيار حمض ألكيل سلفونيك المذكور من المجموعة المتكونة من: أحماض ألكيل سلفونيك حيث تتراوح عدد ذرات كربون مجموعات الألكيل من 1 إلى 6 ذرات وتكون خطية أو متفرعة؛ وإتحادات منهم.

12. التركيبة وفقاً لعنصر الحماية 11 حيث يتم اختيار حمض ألكيل سلفونيك المذكور من المجموعة المتكونة من: حمض ميثان سلفونيك؛ حمض إيثان سلفونيك؛ حمض البروبان سلفونيك؛ حمض 2-البروبان سلفونيك؛ حمض أيزو بيوتيل سلفونيك؛ حمض t-بيوتيل سلفونيك؛ حمض البيوتان سلفونيك؛ حمض أيزو-بنتيل سلفونيك؛ حمض t-بنتيل سلفونيك؛ حمض البننتان سولفونيك؛ حمض t-بيوتيل هيكسان سلفونيك؛ وإتحادات منهم.

20

-20-

13. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 12 حيث يكون المركب المذكور المشتمل على جزء من حمض السلفونيك هو حمض ميثان سلفونيك.

14. التركيبة المائية المستخدمة في إزالة اللجنين من الخشب، حيث تشتمل التركيبة المذكورة على ما يلي:

- حمض الكبريتيك

5 - مركب مشتمل على جزء أمين؛

- مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

- بيروكسيد.

حيث حمض الكبريتيك، المركب المشتمل على جزء أمين؛ والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك موجود بنسبة مولية تتراوح من 2:1 إلى 28:1.

10 15. تركيبة مائية للاستخدام في معالجة وإزالة بلمرة السليلوز من مصدر نباتي، حيث تشتمل التركيبة المذكورة على:

- حمض الكبريتيك بنسبة 20-70% بالوزن من إجمالي وزن التركيبة؛

- مركب مشتمل على جزء أمين؛

- مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

15 - بيروكسيد

حيث حمض الكبريتيك، المركب المشتمل على جزء أمين؛ والمركب المشتمل على جزء حمض السلفونيك موجود بنسبة مولية تتراوح من 2:1 إلى 28:1.

-21-

16. التركيبة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 1 إلى 15، حيث يكون البيروكسيد عبارة عن بيروكسيد الهيدروجين.

17. طريقة إزالة اللجنين من المواد النباتية، الطريقة المذكورة مشتملة على:

- توفير المواد النباتية المذكورة المشتملة على ألياف السليلوز واللجنين؛

5 - تعريض المادة النباتية المذكورة التي تتطلب تركيبة مشتملة على:

o حمض الكبريتيك بنسبة 20-70% بالوزن من إجمالي وزن التركيبة؛

o مركب مشتمل على جزء أمين؛

o مركب مشتمل على جزء حمض السلفونيك؛

لفترة زمنية كافية لإزالة كل اللجنين الموجود في المادة النباتية المذكورة.

10 18. الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 17 حيث يتم اختيار المركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك

من المجموعة المتكونة من: حمض ميثان سلفونيك؛ حمض إيثان سلفونيك؛ حمض البروبان سلفونيك؛ حمض البيوتان سلفونيك؛ حمض البنتان سولفونيك؛ حمض هيكسان سولفونيك؛ وإتحادات منهم.

19. الطريقة وفقاً لعنصر الحماية 17 أو 18 حيث يكون المركب المذكور المشتمل على جزء أمين له وزن جزيئي أقل من 300 جرام/مول.

15 20. طريقة وفقاً لأي من عناصر الحماية من 17 إلى 19 حيث تشتمل التركيبة المذكورة أيضاً على بيروكسيد.

21. تركيبة حمضية مائية مشتملة على:

- حمض الكبريتيك؛

-22-

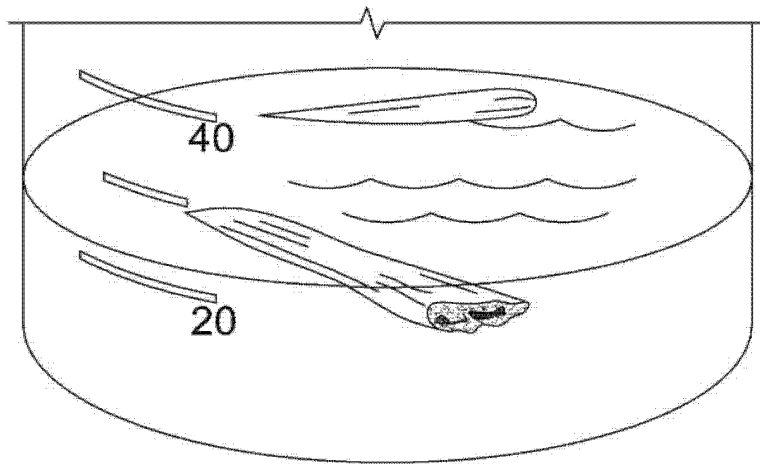
- مركب مشتمل على جزء أمين؛

- مركب مشتمل على جزء حمض سلفونيك؛ و

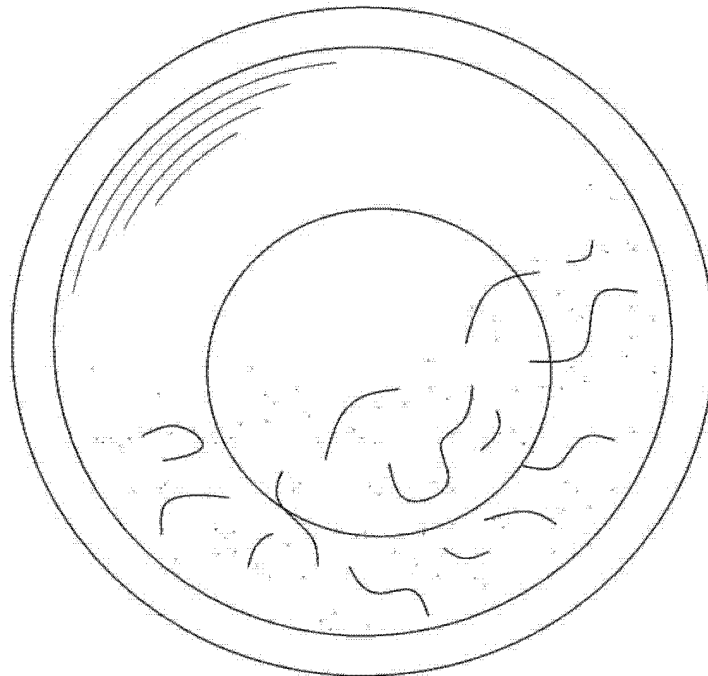
- بيروكسيد

حيث يوجد المركب المذكور المشتمل على جزء أمين والمركب المذكور المشتمل على جزء حمض سلفونيك

5 بنسبة مولارية تتراوح من 2:1 إلى 1:2.



شكل 1



شكل 2

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 57570	Date de dépôt : 26/02/2021
Déposant : SIXRING INC.	Date d'entrée en phase nationale : 18/08/2022
	Date de priorité: 28/02/2020
Intitulé de l'invention : ACIDE SULFURIQUE MODIFIÉ ET SES UTILISATIONS	
<p>Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.</p> <p>Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com, et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.</p>	
<p>Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :</p> <p>Partie 1 : Considérations générales</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés</p> <p>Partie 2 : Rapport de recherche</p> <p>Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention</p> <p><input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle</p>	
Examineur: Abdelfettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 28/11/2022
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

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

- Description
17 Pages
- Revendications
1-21
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : D21C 3/06

CPC : C01B15/01, C01B 17/69, C07C215/08, C07C215/10, C07C309/04, C07G1/00

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	US2016/0021888 A1 (Burke et al) 28 Janvier 2016 (28-01-2016) Paragraphe 32-42	1-10, 14-16 & 21
X	US2013/0156631 A1 (Kumagai et al) 20 Juin 2012 (20-06-2012) Paragraphe 36 & 41	1-5, 10, 14-16 & 21
X	KR1920150114655 A (Kim et al) 13 Octobre 2015 (13-10-2015) Paragraphe 14-19 & 51 & 56	1-5, 11-16 & 21
X	CA2889135 A1 (Shumway) 01 Mai 2013 (01-05-2013) Paragraphe 9, 10, 21, 22 et 35-37	1,2 & 21
A	US5691193 A (Paice et al) 25 Novembre 1997 (25-11-1997)	17-20

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier

-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs

-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté	Revendications 17-20 Revendications 1-16, 21	Oui Non
Activité inventive	Revendications 17-20 Revendications 1-16, 21	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-21 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 : US2016/0021888
D2 : US2013/0156631 A1
D3 : KR19-2015-0114655 A
D4 : CA2889135 A1
D5 : US5691193 A

1. Nouveauté

Le document D1 divulgue une feuille absorbante contenant une solution. La solution peut comprendre du peroxyde d'hydrogène dans la plage de 0,01 à 14 % en poids (paragraphe 32), un agent antimicrobien qui peut être à la fois un composé contenant une amine et un composé contenant un acide sulfonique tel que le N-chloro4méthylbenzènesulfonique à une concentration de 0,01 à 5 % en poids (paragraphe 34-35), un acide tel que l'acide sulfurique jusqu'à 3 % en poids (paragraphe 36), un tensioactif comprenant une ou plusieurs alcanolamines telles que l'éthanolamine ou la triéthanolamine, des alkylarylsulfonates, des oxydes d'amine, des oléfines sulfonates à une concentration allant jusqu'à 10 % en poids (points 38-39), un chélateur tel que l'EDTA jusqu'à 50 % en poids (points 42).

Le document D2 décrit au paragraphe 36 une solution de décapage comprenant 50 à 400 g/L d'acide sulfurique, 1 à 10 g/L de peroxyde d'hydrogène, 0,01 à 10 g/L d'une alkylamine et 0,005 à 10 g/L d'un acide ou sulfonate d'alkylbenzènesulfonique. Au paragraphe 41, D2 enseigne que l'alkylamine peut être l'une parmi la méthylamine, l'éthylamine, la propylamine, la butylamine et la pentylamine, dont chacune a un poids moléculaire inférieur à 300 g/mol.

Le document D3 divulgue aux paragraphes 14-19, une solution d'attaque qui comprend de l'acide sulfurique à 1-10 % en poids, 0,1-5 % en poids d'un composé amine cyclique, 0,5-25 % en poids d'un composé sulfonique et 5-25 % en poids de peroxyde d'hydrogène. D3 enseigne en outre au paragraphe 51 que l'amine peut être le 5-aminotétrazole, le tolytriazole, le benzotriazole ou le méthylbenzyltriazole dont chacun a un poids moléculaire qui est inférieur à 300 g/mol. Le composé 5-aminotétrazole est une amine primaire. Au

paragraphe 56, D3 enseigne que le composé comprenant une fraction acide sulfonique peut être choisi dans un groupe comprenant l'acide méthanesulfonique et l'acide éthanesulfonique.

Le document D4 divulgue aux paragraphes 9 et 10, une composition d'entretien de puits de forage qui comprend un acide à 5-40 % en poids choisi dans un groupe comprenant l'acide sulfurique. La composition peut en outre comprendre un tensioactif en une quantité de 01 à 5 % en poids choisi dans un groupe comprenant des amides éthoxylés, des alkylamines éthoxylées, des sulfonates d'ester éthylique, des taurates, des oxydes d'amine ou leurs combinaisons (paragraphes 21 et 22), un oxydant tel qu'un peroxyde (paragraphe 35), un agent de rupture choisi dans un groupe comprenant l'acide éthylènediaminetétraacétique (paragraphe 36), un agent mouillant en une quantité de 0,01 à 3 % en volume sélectionné dans le groupe comprenant les amidoamines et les sulfonates (paragraphe 37).

L'objet des revendications 1-16 & 21 manque de nouveauté au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Aucun document de l'état de l'art cité ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 17-20. Par conséquent, l'objet des revendications 17-20 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D5, considéré comme représentant l'état de la technique le plus proche de l'objet des revendications 17-20, divulgue un procédé de blanchiment de pâtes kraft. Le procédé consiste à oxyder la pâte kraft avec de l'enzyme lacasse avec de l'acide 2,2'-azinobis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique (ABTS). Le pH est ajusté à l'aide d'acide sulfurique. La pâte sans lavage est traitée à l'aide d'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA) ou l'acide diéthylènetriaminepentaacétique (DTPA) à un pH acide. D5 enseigne en outre que le peroxyde d'hydrogène peut être généré dans la pâte par addition de glucose oxydase et de glucose.

Cependant, D5 n'enseigne pas que l'acide sulfurique représente 20 à 70 % du poids total. L'acide sulfurique n'est utilisé que pour ajuster le pH à environ 5.

D5 enseigne la délignification d'une plante en l'exposant à une composition comprenant de l'acide sulfurique, de l'ABTS, de l'EDTA et du peroxyde d'hydrogène. Cependant, D5 enseigne que l'acide sulfurique n'est utilisé que pour ajuster le pH à environ 5. Il ne serait pas évident d'utiliser une composition dans laquelle l'acide sulfurique représente 20 à 70% de la composition totale.

L'objet des revendications 17-20 implique une activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Application industrielle

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.