

## **(12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION BELGE**

(41) Date de publication : 30/04/2020

(21) Numéro de demande : BE2019/5709

(22) Date de dépôt : 17/10/2019

(62) Divisée de la demande de base :

(62) Date de dépôt demande de base :

(51) Classification internationale : D21C 3/22, D21C 5/00

(30) Données de priorité :

22/10/2018 CN 201811228170.X

(71) Demandeur(s) :

**QILU UNIVERSITY OF TECHNOLOGY**

250353, JINAN, SHANDONG  
Chine

(72) Inventeur(s) :

**CHAOJUN Wu**  
250353 JINAN, SHANDONG  
Chine

**DONGMEI Yu**  
250353 JINAN, SHANDONG  
Chine

**RONGGANG Li**  
250353 JINAN, SHANDONG  
Chine

**(54) PROCÉDÉ DE PRODUCTION DE PÂTE À DISSOUDRE DE QUALITÉ ACÉTATE À PARTIR  
DE DALLES RÉSIDUELLES DE PEUPLIER**

(57) L'invention concerne le domaine technique de la préparation de pâte à dissoudre et en particulier un procédé de production de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier, comprenant : une préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire, un segment I de cuisson Soude/AQ ; un segment II de cuisson Soude/AQ ; un blanchiment OPQDEpP ; un traitement collaboratif à base d'enzyme. La pâte à dissoudre de qualité acétate de haute pureté et de réactivité élevée à partir de dalles résiduelles de peuplier est produite ; les produits chimiques utilisés sont propres, et le processus de production est propre.

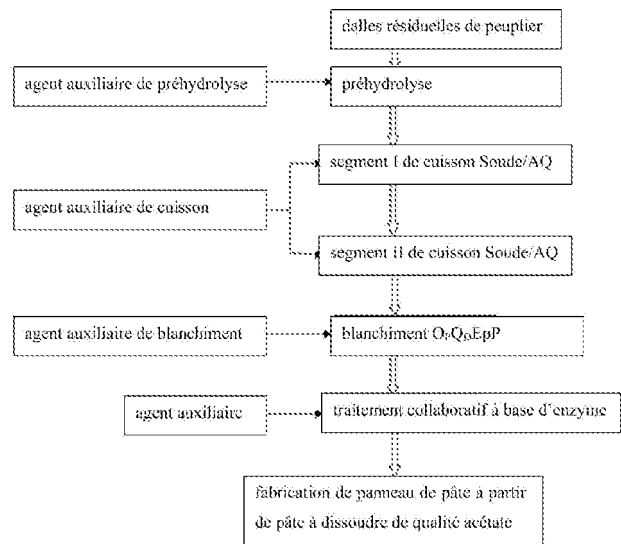


Figure 1

## PROCÉDÉ DE PRODUCTION DE PÂTE À DISSOUDRE DE QUALITÉ ACÉTATE À PARTIR DE DALLES RÉSIDUELLES DE PEUPLIER

### 5 DOMAINE TECHNIQUE

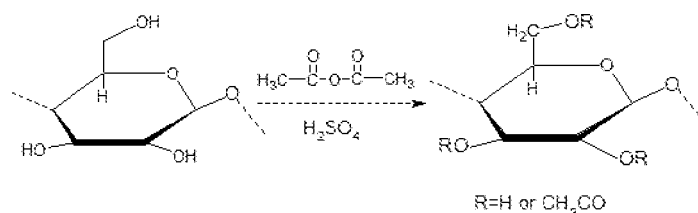
**[0001]** L'invention concerne le domaine technique de la préparation de pâte à dissoudre, et en particulier un procédé de production de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier.

### 10 DESCRIPTION DE L'ART ANTERIEUR

**[0002]** Au présent, la production de l'acétate de cellulose dans le monde est environ un million de tonnes, et celle de l'acétate de cellulose est près de 400 000 tonnes en Chine. Environ 300 000 tonnes de pâte à dissoudre de qualité acétate sont consommées chaque année, principalement utilisées pour la préparation de triacétate de cellulose et de diacétate de cellulose.

15 Les groupes hydroxyle en positions 2, 3, 6 d'un unité anhydroglucose (AGU) dans la cellulose sont presque complètement acétylés dans la pâte à dissoudre pour obtenir du triacétate de cellulose (degré de substitution > 2.7), le triacétate de cellulose est hydrolysé pour obtenir du diacétate de cellulose (degré de substitution est 2,4-2,6), et le processus de réaction est comme indiqué dans une formule suivante.

### 20 [0003]



25 **[0004]** Le triacétate de cellulose est largement appliqué à des films, des films de polariseur pour l'affichage à cristaux liquides, des membranes d'osmose inverse et similaires, et le diacétate de cellulose est largement appliqué à des filtres de cigarette, des produits en plastique et similaires. L'acétate de cellulose a des exigences élevées en matière première de pâte à dissoudre de qualité acétate, à savoir une grande pureté et une réactivité élevée. À l'heure  
30 actuelle, seulement la pâte de coton de qualité acétate peut être préparée en Chine et la pâte à dissoudre du bois de qualité acétate avec une grande pureté et une réactivité élevée dépend principalement des importations.

**[0005]** Chez nous et à l'étranger, la pâte à dissoudre de qualité acétate est préparée en utilisant

du bois comme matière première, et le processus adopte généralement la préhydrolyse, la cuisson au sulfate, le blanchiment ECF ou la cuisson au sulfite acide, le blanchiment ECF et l'extraction alcaline à froid. Afin d'améliorer l'élimination de l'hémicellulose dans le processus de préhydrolyse, un acide inorganique ou un acide organique est généralement ajouté, ce qui augmente la corrosivité de l'équipement. En plus d'améliorer le taux de délignification, certains chercheurs ont opté pour une technologie de cuisson KP à haute sulfidité. Cependant, une forte sulfidité provoque facilement la génération du gaz puant tel que le méthylmercaptan et le sulfure de diméthyle. Afin de réduire la teneur en cendres de la pâte à dissoudre, une entreprise de production de pâte à dissoudre doit effectuer un traitement acide après le blanchiment de la pâte, mais une valeur faible de pH a une tendance à provoquer une hydrolyse acide de la cellulose dans la pâte à dissoudre, conduisant à une diminution de la polymérisation. Afin d'améliorer la teneur en  $\alpha$ -cellulose dans la pâte à dissoudre de qualité acétate, certains chercheurs utilisent une extraction alcaline à froid, mais cela réduit considérablement la réactivité de la pâte à dissoudre de qualité acétate et de l'anhydride acétique. Certains chercheurs en Égypte adoptent le rayonnement micro-ondes et du chlorure de zinc à haute concentration pour traiter la pâte à dissoudre de qualité acétate afin d'améliorer sa réactivité, cependant, la technologie n'est pas au point. Un brevet américain indique que l'acide fort est utilisé pour traiter la pâte à dissoudre de qualité acétate afin d'améliorer sa pureté, mais cette technologie présente un degré de pollution élevé et un coût élevé. Plusieurs universités en Chine mènent également des activités de recherche et de développement technologique dans ce domaine, notamment l'Université de technologie de Chine méridionale, l'Université de foresterie de Pékin, Université de Donghua et d'autres départements qui ont progressé dans la recherche et le développement de cette technologie, en se concentrant principalement sur la préparation de pâte à dissoudre de qualité acétate à base d'eucalyptus, d'acacia et de pin.

**[0006]** En tant que résidu de traitement du bois, une dalle résiduelle de peuplier a un coût peu élevé et une quantité suffisante comme de matière première. Il est rapporté que la quantité de résidus de traitement du bois produite en Chine est d'environ 50 millions de tonnes par an. La dalle résiduelle de peuplier a une teneur en holocellulose d'environ 82%, dont la teneur en  $\alpha$ -cellulose est d'environ 44%. Si une pâte à dissoudre de qualité acétate à haute réactivité est produite avec la dalle résiduelle de peuplier en tant que matière première, le développement de la pâte à dissoudre de qualité acétate en tant que matière première sera grandement facilité. Cependant, il n'existe aucun rapport sur la préparation de la pâte à dissoudre de qualité acétate à l'aide de la dalle résiduelle de peuplier chez nous et à l'étranger.

## SOMMAIRE DE L'INVENTION

**[0007]** Afin de résoudre le problème technique de la technique antérieure selon lequel il n'existe pas de préparation de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier, la présente demande décrit un procédé de production de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier.

**[0008]** En utilisant une technologie de préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire, la cellulose est protégée de manière sélective tout en éliminant l'hémicellulose dans les dalles résiduelles du peuplier et les cellules fibreuses sont gonflées; ensuite, la lignine et l'hémicellulose sont sélectivement éliminées en adoptant des cuissons segmentées et la diminution de la polymérisation de la cellulose est contrôlée; après les cuissons, la pâte est soumise à une délignification de l'oxygène améliorée par le peroxyde d'hydrogène / blanchiment de dioxyde de chlore avec addition d'agent chélatant / extraction à l'alcaline à chaud avec addition de peroxyde d'hydrogène / blanchiment au peroxyde d'hydrogène (O<sub>P</sub>D<sub>Q</sub>E<sub>P</sub>P) pour éliminer la lignine et l'hémicellulose résiduelles, de façon que la pâte soit améliorée et le degré de polymérisation de la pâte à dissoudre soit régulé, puis la pâte blanchie est soumise à un traitement collaboratif à base d'enzyme biologique pour améliorer encore sa valeur de réaction acétifiante (valeur PV), réduire la teneur en cendres et le teneur en extrait de dichlorométhane (DCM). Après avoir utilisé ce procédé, la pureté et la réactivité de la pâte à dissoudre de qualité acétate sont améliorées.

**[0009]** L'invention est obtenue par les étapes suivantes :

**[0010]** L'invention propose un procédé de production de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier, comprenant les étapes suivantes:

(1) une préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire: le rapport de liquide étant 1: (4~10), la quantité d'agent auxiliaire d'hydrolyse ajouté étant 0,1%~2.0% de la quantité des dalles résiduelles de peuplier sèches, la température d'hydrolyse étant 80~170°C, la durée de maintenance à la température étant 10~180 minutes, l'agent auxiliaire d'hydrolyse étant un mélange obtenu en mélangeant le borate de sodium, le sulfate de magnésium, le phosphate de nonylphénol et de polyoxyéthylène éther et l'iminodisuccinate de tétrasodium dans un rapport massique de 1:1:1:1 ;

(2) un segment I de cuisson Soude/AQ ;

(3) un segment II de cuisson Soude/AQ ;

(4) un blanchiment O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>E<sub>P</sub>P ;

(5) un traitement collaboratif à base d'enzyme : la concentration de pâte étant 2~10%, la température étant 30~50°C, la durée de traitement étant 60 minutes, pH=4,0~7,0, la quantité utilisée d'acide polyaspartique étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-13 étant 0,001~0,01% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-15 étant 0,001~0,01% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'enzyme d'incision cellulase étant 0,1~0,61 UI/g de pâte, la quantité utilisée de xylanase étant 2~4 XU/g de pâte et la quantité de pectase étant 0.1~10 UI/g de pâte.

**[0011]** De préférence, les conditions de processus du segment I de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d' $\text{Na}_2\text{O}$  en tant qu'alcali étant 5~15% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide étant 1:(3~8), la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 1,0~10,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'AQ étant 0,05 % de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 80~120°C et la durée de maintenance à la température étant 10~180 minutes.

**[0012]** De préférence, les conditions de processus du segment II de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d' $\text{Na}_2\text{O}$  en tant qu'alcali étant 5~25% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 1,0~10,0% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide étant 1:(3~10), la quantité utilisée d'AQ étant 0,05 % de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 140~180°C et la durée de maintenance à la température étant 10~240 minutes.

**[0013]** De préférence, les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_p\text{D}_q\text{E}_p\text{P}$  sont les suivantes : la pression en oxygène du blanchiment  $\text{O}_p$  étant 0,4~0,6 MPa, la concentration de pâte étant 10%, la quantité utilisée d' $\text{MgSO}_4$  étant 0,6% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{NaOH}$  étant 1,0~3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{H}_2\text{O}_2$  étant 0,5~3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 70~110°C et la durée de maintenance à la température étant 60 minutes.

**[0014]** De préférence, les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_p\text{D}_q\text{E}_p\text{P}$  sont les suivantes : la durée de réaction du processus de blanchiment  $\text{Q}_D$  étant 10~120 minutes,  $T = 30 \pm 2^\circ\text{C}$ , la concentration de pâte étant 2~8%, pH=1~3, la quantité utilisée de chlorite de sodium étant 0,2~6,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'IDS étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four.

**[0015]** De préférence, les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_p\text{D}_q\text{E}_p\text{P}$  sont les

suivantes : la durée de réaction du processus d'extraction Ep étant 30~180 minutes, la quantité utilisée d'MgSO<sub>4</sub> étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaOH étant 0,5~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> étant 1,0~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'IDS étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 8%, et la température étant 70~95°C.

**[0016]** De préférence, les conditions de processus du blanchiment OpDQEpP sont les suivantes : la durée de réaction du blanchiment P étant 60~180 minutes, la quantité utilisée d'MgSO<sub>4</sub> étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaOH étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaAC étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> étant 1,0~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 10%, et la température étant 80~95°C.

**[0017]** En résumé, l'hémicellulose dans la pâte à dissoudre de qualité acétate est éliminée de manière sélective en ajoutant un agent auxiliaire lors de la préhydrolyse de dalles résiduelles de peuplier, puis une cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire est effectuée pour éliminer la lignine au maximum et protéger la cellulose. La pâte est soumise à un blanchiment OpDQEpP après la cuisson afin d'éliminer davantage la lignine et de réguler le degré de polymérisation de la pâte à dissoudre, et enfin, en utilisant un procédé de traitement collaboratif à base d'enzyme, la pureté de la pâte à dissoudre est encore améliorée et la réactivité de la pâte à dissoudre est régulée, ce qui permet d'obtenir une pâte à dissoudre de qualité acétate de haute pureté à partir de dalle résiduelle de peuplier.

**[0018]** L'invention a les effets bénéfiques suivants:

(1) tout d'abord, l'hémicellulose dans les dalles résiduelles de peuplier est dissoute de manière très sélective grâce à la préhydrolyse avec des auxiliaire ajoutés, et ensuite la pâte est soumise à un traitement collaboratif à base d'enzyme pour améliorer encore la pureté et la valeur de réaction acétifiante (valeur PV) de la pâte de dalles résiduelles de peuplier, et enfin en combinaison de cuissons segmentées Soude/AQ et de blanchiment OpDQEpP, la pâte à dissoudre de qualité acétate de haute pureté et de réactivité élevée à partir de dalles résiduelles de peuplier est produite;

(2) en adoptant le processus de l'invention pour traiter les dalles résiduelles de peuplier, les produits chimiques utilisés sont propres et respectueux de l'environnement, et le processus de production est propre.

## BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

**[0019]** La figure 1 est un organigramme du processus de production de la pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier.

## 5 DESCRIPTION DE REALISATIONS PREFERENTIELLES

**[0020]** L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description faite en combinaison avec des exemples spécifiques qui vont suivre.

**[0021]** Dans les exemples suivants, l'agent auxiliaire d'hydrolyse est un mélange obtenu en mélangeant le borate de sodium, le sulfate de magnésium, le phosphate de nonylphénol et de polyoxyéthylène éther et l'iminodisuccinate de tétrasodium dans un rapport massique de 1:1:1:1.

**[0022]** Les teneurs en pourcentage des matières utilisées dans les différentes étapes du processus sont toutes des teneurs en pourcentage représentant leur masse de pâte sèche au four.

### **[0023] Exemple 1**

**[0024]** La préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire – la cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire -  $O_pQ_DEpP$  - le traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter la matière première des dalles résiduelles de peuplier: 500g de dalles résiduelles de peuplier d'une usine ont été utilisés, avec une longueur de 10~30 mm, dont la teneur en pentosane est 24,3% et la teneur en  $\alpha$ -cellulose de 43,0%.

**[0025]** Les conditions pour contrôler le processus de la préhydrolyse addition d'agent auxiliaire sont les suivantes: le rapport de liquide est 1:6, la teneur en agent auxiliaire est 0,4%, la température maximale est 160°C, la durée de maintenance à la température est 60 minutes, la teneur en pentosane après hydrolyse est 8,6% et le rendement d'hydrolyse est 80% ;

**[0026]** Les conditions de processus d'un segment I de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d'alcali est 5%, le rapport de liquide est 1:4, la teneur en hydroxyde de magnésium est 0,5%, la teneur en sulfite de sodium est 5,0%, la quantité d'AQ est 0,05%,  $T_{max} = 100^\circ C \pm 2^\circ C$  et la durée de maintenance à la température est 60 minutes ;

**[0027]** Les conditions de processus d'un segment II de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d'alcali est 18%, la teneur en hydroxyde de magnésium est 0,5%, la teneur en sulfite de sodium est 3,0%, le rapport de liquide est 1:7, la quantité utilisée de QA est 0,05%, la température maximale est 160°C et la durée de maintenance à la température est 120 minutes ;

**[0028]** La pression en oxygène du blanchiment  $O_p$  est 0,5 MPa, la concentration de pâte est

10%, la teneur en  $\text{MgSO}_4$  est 0,6%, la teneur en  $\text{NaOH}$  est 2,0%, la teneur en  $\text{H}_2\text{O}_2$  est 1,0%, la température est  $95^\circ\text{C}$  et la durée de maintenance à la température est 60 minutes ;

**[0029]** La durée de réaction du processus de blanchiment  $Q_D$  est 60 minutes,  $T = 30 \pm 2^\circ\text{C}$ , la concentration de pâte est 4,0%,  $\text{pH} = 1,5$ , la quantité utilisée de chlorite de sodium est 3,0% et la  
5 quantité utilisée d'IDS est 0,05. % ;

**[0030]** La durée de réaction du processus d'extraction  $E_p$  est 90 min, la teneur en  $\text{MgSO}_4$  est 0,5%, la teneur en  $\text{NaOH}$  est 3,0%, la teneur en  $\text{H}_2\text{O}_2$  est 2,0%, la quantité utilisée d'IDS est 0,05%, la concentration de pâte est 8% et la température est de  $85^\circ\text{C}$  ;

**[0031]** La durée de réaction du blanchiment  $P$  est 120 minutes, la teneur en  $\text{MgSO}_4$  est 0,5%,  
10 la teneur en  $\text{NaOH}$  est 0,4%, la teneur en  $\text{NaAC}$  est 0,4%, la teneur en  $\text{H}_2\text{O}_2$  est 3,0%, la concentration de pâte est 10% et la température est  $90^\circ\text{C}$  ;

**[0032]** Les conditions du traitement collaboratif à base d'enzyme sont les suivantes: la concentration de pâte est 5%, la température est  $40^\circ\text{C}$ , la durée de traitement est 60 minutes,  $\text{pH} = 5,0$ , la quantité utilisée d'acide polyaspartique est 0,05%, la quantité utilisée d'OP-13 est  
15 0,005%, la quantité utilisée d'OP-15 est 0,005%, la quantité utilisée d'enzyme d'incision cellulase est 0,2 UI/g de pâte, la quantité utilisée de xylanase est 3 XU/g de pâte et la quantité utilisée de pectase est 3 UI/g de pâte ;

**[0033]** La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en  $\alpha$ -cellulose de 97%, une teneur en pentosane de 2,6%, un degré de polymérisation de 1250, une brillance de 89% ISO, une teneur en cendres de 0,01%, une teneur  
20 en extrait de DCM de 0,03% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 800.

**[0034]** La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier possède de bons indices de détection et peut être utilisée pour produire des produits à base d'acétate de cellulose de haute qualité.

## 25 **[0035] Exemple 2**

**[0036]** La préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire – la cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire -  $O_p Q_D E_p P$  - le traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter la matière première des dalles résiduelles de peuplier ; les dalles résiduelles de peuplier ont une teneur en pentosane de 22,3% et une teneur en  $\alpha$ -cellulose de 45%, et les  
30 conditions du processus sont les mêmes que celles dans l'exemple 1. La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en  $\alpha$ -cellulose de 97%, une teneur en pentosane de 2,2%, un degré de polymérisation de 1280, une brillance de

90% ISO, une teneur en cendres de 0,01%, une teneur en extrait de DCM de 0,02% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 820.

**[0037]** La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier possède de bons indices de détection et peut être utilisée pour produire des produits à base d'acétate de cellulose de haute qualité.

### **[0038] Exemple 3**

**[0039]** Une préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire – une cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire - O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>EpP - un traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter la matière première des dalles résiduelles de peuplier, et les dalles résiduelles de peuplier utilisées sont les mêmes que celles dans l'exemple 1. La durée de maintenance à la température de la préhydrolyse est modifiée à 120 minutes, la teneur en pentosane après la préhydrolyse est 8,5%, le rendement d'hydrolyse est 79%, et le reste du processus reste inchangé. La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en a-cellulose de 97%, une teneur en pentosane de 2,2%, un degré de polymérisation de 1200, une brillance de 89% ISO, une teneur en cendres de 0,01%, une teneur en extrait de DCM de 0,02% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 780.

### **[0040] Exemple 4**

**[0041]** Une préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire – une cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire - O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>EpP - un traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter la matière première des dalles résiduelles de peuplier, et les dalles résiduelles de peuplier utilisées sont les mêmes que celles dans l'exemple 1. Le rapport de liquide de cuisson dans le segment II de cuisson Soude/AQ est modifié à 1:4, et le reste du processus reste inchangé. La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en a-cellulose de 97%, une teneur en pentosane de 2,5%, un degré de polymérisation de 1060, une brillance de 90% ISO, une teneur en cendres de 0,01%, une teneur en extrait de DCM de 0,02% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 730.

**[0042]** La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier possède de bons indices de détection et peut être utilisée pour produire des produits à base d'acétate de cellulose de haute qualité.

### **[0043] Exemple 5**

**[0044]** La cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire - O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>EpP - le traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter une matière première des dalles résiduelles de peuplier, et les dalles résiduelles de peuplier utilisées sont les mêmes que celles dans l'exemple 1. L'étape de préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire est supprimée, le rapport de liquide est 1:6, et le reste du processus reste inchangé. La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en a-cellulose de 95%, une teneur en pentosane de 3,6%, un degré de polymérisation de 1200, une brillance de 88% ISO, une teneur en cendres de 0,015%, une teneur en extrait de DCM de 0,025% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 680.

**[0045] Exemple 6**

**[0046]** La préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire – la cuisson segmentée de Soude/AQ avec addition d'agent auxiliaire - O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>EpP - le traitement collaboratif à base d'enzyme sont adoptés pour traiter la matière première des dalles résiduelles de peuplier, et les dalles résiduelles de peuplier utilisées sont les mêmes que celles dans l'exemple 1. Les deux segments de cuisson dans les étapes (2) et (3) sont combinés à un segment de cuisson. D'alcali, d'hydrate de magnésium, de sulfite de sodium et AQ utilisés dans les deux segments de cuisson sont ajoutés tous ensemble, le rapport de liquide est 1:6, T<sub>max</sub>=100°C±2°C et la durée de maintenance à la température est 60 minutes ; la durée de maintenance à la température de 160°C est 120 minutes, et le reste du processus est le même que celui de l'exemple 1. La pâte à dissoudre de qualité acétate obtenue à partir de dalles résiduelles de peuplier a une teneur en a-cellulose de 96%, une teneur en pentosane de 2,7%, un degré de polymérisation de 1000, une brillance de 89% ISO, une teneur en cendres de 0,01%, une teneur en extrait de DCM de 0,02% et une valeur de réaction d'acétification (valeur PV) de 700.

**[0047]** Les exemples ci-dessus sont des modes de réalisation préférés de l'invention, mais les modes de réalisation dans la description ne sont pas limités par ces exemples, et d'autres modes de substitution équivalents tels que variantes, modifications, combinaisons, substitutions et simplifications apportées sans se départir de l'esprit et du principe de l'invention sont tous inclus dans la portée de protection de l'invention.

## **Revendications**

1. Procédé de production de pâte à dissoudre de qualité acétate à partir de dalles résiduelles de peuplier, caractérisé en ce qui comprend :

- 5 (1) une préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire: le rapport de liquide étant 1: (4~10), la quantité d'agent auxiliaire d'hydrolyse ajouté étant 0,1%~2,0% de la quantité des dalles résiduelles de peuplier sèches, la température d'hydrolyse étant 80~170°C, la durée de maintenance à la température étant 10~180 minutes, l'agent auxiliaire d'hydrolyse étant un mélange obtenu en mélangeant le borate de sodium, le sulfate de magnésium, le phosphate de nonylphénol et de polyoxyéthylène éther et l'iminodisuccinate de tétrasodium dans un rapport
  - 10 massique de 1:1:1:1 ;
  - (2) un segment I de cuisson Soude/AQ ;
  - (3) un segment II de cuisson Soude/AQ ;
  - (4) un blanchiment  $O_P Q_D E_P P$  ;
  - 15 (5) un traitement collaboratif à base d'enzyme : la concentration de pâte étant 2~10%, la température étant 30~50°C, la durée de traitement étant 60 minutes,  $pH=4,0\sim7,0$ , la quantité utilisée d'acide polyaspartique étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-13 étant 0,001~0,01% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-15 étant 0,001~0,01% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée
    - 20 d'enzyme d'incision cellulase étant 0,1~0,61 UI/g de pâte, la quantité utilisée de xylanase étant 2~4 XU/g de pâte et la quantité de pectase étant 0.1~10 UI/g de pâte.

2. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du segment I de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d' $Na_2O$  en tant qu'alcali
 

- 25 étant 5~15% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide étant 1:(3~8), la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 1,0~10,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'AQ étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 80~120°C et la durée de maintenance à la température étant 10~180 minutes.

30

3. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du

segment II de cuisson Soude/AQ sont les suivantes: la quantité utilisée d' $\text{Na}_2\text{O}$  en tant qu'alcali étant 5~25% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 1,0~10,0% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide étant 1:(3~10), la quantité utilisée d'AQ étant 0,05 % de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 140~180°C et la durée de maintenance à la température étant 10~240 minutes.

4. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_\text{P}\text{D}_\text{Q}\text{E}_\text{P}\text{P}$  sont les suivantes : la pression en oxygène du blanchiment  $\text{O}_\text{P}$  étant 0,4~0,6 MPa, la concentration de pâte étant 10%, la quantité utilisée d' $\text{MgSO}_4$  étant 0,6% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{NaOH}$  étant 1,0~3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{H}_2\text{O}_2$  étant 0,5~3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 70~110°C et la durée de maintenance à la température étant 60 minutes.

5. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_\text{P}\text{D}_\text{Q}\text{E}_\text{P}\text{P}$  sont les suivantes : la durée de réaction du processus de blanchiment  $\text{Q}_\text{D}$  étant 10~120 minutes,  $T = 30 \pm 2^\circ\text{C}$ , la concentration de pâte étant 2~8%,  $\text{pH} = 1 \sim 3$ , la quantité utilisée de chlorite de sodium étant 0,2~6,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'IDS étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four.

6. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_\text{P}\text{D}_\text{Q}\text{E}_\text{P}\text{P}$  sont les suivantes : la durée de réaction du processus d'extraction  $\text{E}_\text{P}$  étant 30~180 minutes, la quantité utilisée d' $\text{MgSO}_4$  étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{NaOH}$  étant 0,5~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{H}_2\text{O}_2$  étant 1,0~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'IDS étant 0,01~1,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 8%, et la température étant 70~95°C.

7. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les conditions de processus du blanchiment  $\text{O}_\text{P}\text{D}_\text{Q}\text{E}_\text{P}\text{P}$  sont les suivantes : la durée de réaction du blanchiment  $\text{P}$  étant 60~180 minutes, la quantité utilisée d' $\text{MgSO}_4$  étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la

quantité utilisée d'NaOH étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaAC étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> étant 1,0~5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 10%, et la température étant 80~95°C.

5

8. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le procédé comprend les étapes suivantes :

(1) la préhydrolyse avec addition d'agent auxiliaire: le rapport de liquide étant 1:6, la quantité utilisée d'agent auxiliaire étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 160°C, la durée de maintenance à la température étant 60 minutes ;

(2) le segment I de cuisson Soude/AQ : la quantité utilisée d'alcali étant 5% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide est 1:4, la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium d'alcali étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 5,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'AQ étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four,  $T_{max} = 100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  et la durée de maintenance à la température étant 60 minutes ;

(3) le segment II de cuisson Soude/AQ : la quantité utilisée d'alcali étant 18% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'hydroxyde de magnésium d'alcali étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée de sulfite de sodium étant 3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, le rapport de liquide est 1:7, la quantité utilisée d'AQ étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four, la température maximale étant 160°C et la durée de maintenance à la température étant 120 minutes ;

(4) le blanchiment O<sub>P</sub>D<sub>Q</sub>E<sub>P</sub>P : la pression en oxygène du blanchiment O<sub>P</sub> étant 0,5 MPa, la concentration de pâte étant 10%, la quantité utilisée d'MgSO<sub>4</sub> étant 0,6% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaOH étant 2,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> étant 1,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la température étant 95°C et la durée de maintenance à la température étant 60 minutes ; la durée de réaction du processus de blanchiment Q<sub>D</sub> étant 60 minutes,  $T = 30 \pm 2^{\circ}\text{C}$ , la concentration de pâte étant 4,0%, pH=1,5, la quantité utilisée de chlorite de sodium étant 3,0% de la quantité de la pâte sèche au four et la quantité utilisée d'IDS étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four; la durée de réaction du processus d'extraction E<sub>P</sub> étant 90 minutes, la quantité utilisée d'MgSO<sub>4</sub> étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'NaOH étant 3,0% de la quantité de

la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{H}_2\text{O}_2$  étant 2,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'IDS étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 8% et la température étant de 85°C ; la durée de réaction du blanchiment P étant 120 minutes, la quantité utilisée d' $\text{MgSO}_4$  étant 0,5% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{NaOH}$  étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{NaAC}$  étant 0,4% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d' $\text{H}_2\text{O}_2$  étant 3,0% de la quantité de la pâte sèche au four, la concentration de pâte étant 10% et la température étant 90°C ;

(5) le traitement collaboratif à base d'enzyme: la concentration de pâte étant 5%, la température étant 40°C, la durée de traitement étant 60 minutes, pH=5,0, la quantité utilisée d'acide polyaspartique étant 0,05% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-13 étant 0,005% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'OP-15 étant 0,005% de la quantité de la pâte sèche au four, la quantité utilisée d'enzyme d'incision cellulase étant 0,2 UI/g de pâte, la quantité utilisée de xylanase étant 3 XU/g de pâte et la quantité utilisée de pectase étant 3 UI/g de pâte.

9. Le procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que les dalles résiduelles de peuplier ont une longueur de 10~30mm, la teneur en polypentose est 22,3~24,3% et la teneur en  $\alpha$ -cellulose est 43,0~45,0%.

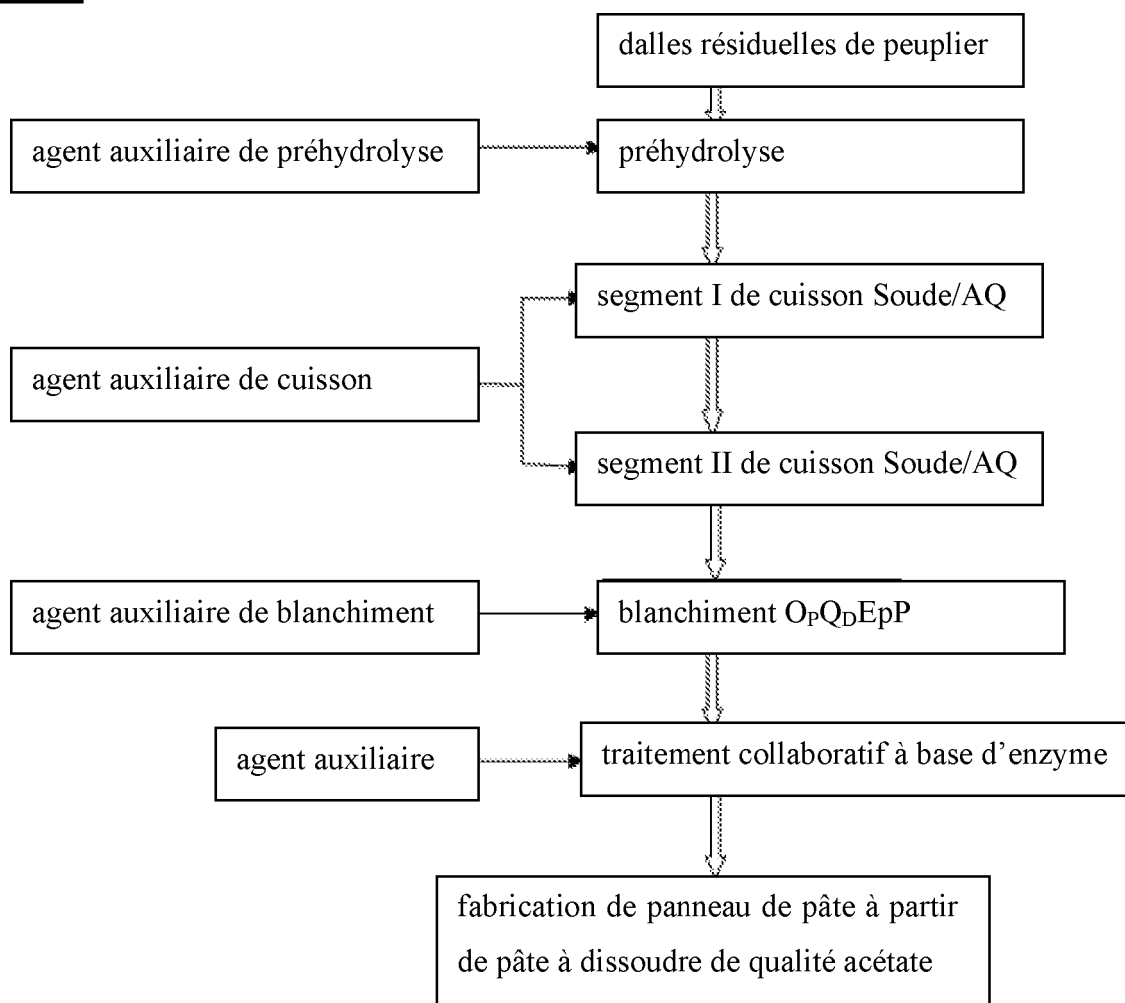
**Figures**

Figure 1

# TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

## RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ÉTABLI EN VERTU DE L'ARTICLE XI.23., §10 DU CODE DE DROIT ÉCONOMIQUE BELGE

|                                                                                                                                                                       |  |                                                                                                                                |  |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|
| IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE                                                                                                                           |  | REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE                                                                                         |  |
|                                                                                                                                                                       |  | <b>QUOT-004-BE</b>                                                                                                             |  |
| Demande nationale belge n°                                                                                                                                            |  | Date du dépôt                                                                                                                  |  |
| <b>201905709</b>                                                                                                                                                      |  | <b>17-10-2019</b>                                                                                                              |  |
|                                                                                                                                                                       |  | Date de priorité revendiquée                                                                                                   |  |
|                                                                                                                                                                       |  | <b>22-10-2018</b>                                                                                                              |  |
| Déposant (Nom)                                                                                                                                                        |  |                                                                                                                                |  |
| <b>QILU UNIVERSITY OF TECHNOLOGY</b>                                                                                                                                  |  |                                                                                                                                |  |
| Date de la requête d'une recherche de type international                                                                                                              |  | Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international |  |
| <b>07-12-2019</b>                                                                                                                                                     |  | <b>SN74991</b>                                                                                                                 |  |
| <b>I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous)                                                  |  |                                                                                                                                |  |
| Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB                                                     |  |                                                                                                                                |  |
| <b>Voir rapport de recherche</b>                                                                                                                                      |  |                                                                                                                                |  |
| <b>II. DOMAINES RECHERCHES</b>                                                                                                                                        |  |                                                                                                                                |  |
| Documentation minimale consultée                                                                                                                                      |  |                                                                                                                                |  |
| Système de classification                                                                                                                                             |  | Symboles de la classification                                                                                                  |  |
| <b>IPC</b>                                                                                                                                                            |  | <b>Voir rapport de recherche</b>                                                                                               |  |
| Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés                                        |  |                                                                                                                                |  |
|                                                                                                                                                                       |  |                                                                                                                                |  |
| III. <input type="checkbox"/> IL A ÉTÉ ESTIMÉ QUE CERTAINES REVENDICATIONS<br>NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire) |  |                                                                                                                                |  |
| IV. <input type="checkbox"/> ABSENCE D'UNITÉ DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION<br>RELATIVE À L'ÉTENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)   |  |                                                                                                                                |  |

# RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No

BE 201905709

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
INV. D21C3/22 D21C5/00  
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)  
D21C

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)  
EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

| Catégorie ° | Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents                                          | no. des revendications visées |
|-------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------|
| A           | US 2014/202646 A1 (JENKINS DONALD G [US]<br>ET AL) 24 juillet 2014 (2014-07-24)<br>* revendications 15-23 *<br>----- | 1-9                           |



Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents



Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent  
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date  
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)  
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens  
"P" document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

"T" document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

"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

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

16 mars 2020

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Ponsaud, Philippe

## RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

### Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n°

BE 201905709

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |            |
|-------------------------------------------------|------------------------|-----------------------------------------|------------------------|------------|
| US 2014202646                                   | A1                     | 24-07-2014                              | US 2014202646 A1       | 24-07-2014 |
|                                                 |                        |                                         | WO 2014116468 A1       | 31-07-2014 |
| -----                                           |                        |                                         |                        |            |



## OPINION ÉCRITE

|                                                                           |                                              |                                                  |                           |
|---------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|--------------------------------------------------|---------------------------|
| Dossier N°<br>SN74991                                                     | Date du dépôt(jour/mois/année)<br>17.10.2019 | Date de priorité (jour/mois/année)<br>22.10.2018 | Demande n°<br>BE201905709 |
| Classification internationale des brevets (CIB)<br>INV. D21C3/22 D21C5/00 |                                              |                                                  |                           |
| Déposant<br>QILU UNIVERSITY OF TECHNOLOGY                                 |                                              |                                                  |                           |

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☐ Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- ☒ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

|                                                          |                                |
|----------------------------------------------------------|--------------------------------|
| Formulaire BE237A (feuille de couverture) (Janvier 2007) | Examineur<br>Ponsaud, Philippe |
|----------------------------------------------------------|--------------------------------|

## OPINION ÉCRITE

Demande n°  
BE201905709

---

### Cadre n° I Base de l'opinion

---

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
  - a. Nature de l'élément:
    - ☐ un listage de la ou des séquences
    - ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
  - b. Type de support:
    - ☐ sur papier
    - ☐ sous forme électronique
  - c. Moment du dépôt ou de la remise:
    - ☐ contenu(s) dans la demande telle que déposée
    - ☐ déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
    - ☐ remis ultérieurement
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

## OPINION ÉCRITE

Demande n°  
BE201905709

---

**Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

---

1. Déclaration

|                                        |                      |     |
|----------------------------------------|----------------------|-----|
| Nouveauté                              | Oui : Revendications | 1-9 |
|                                        | Non : Revendications |     |
| Activité inventive                     | Oui : Revendications | 1-9 |
|                                        | Non : Revendications |     |
| Possibilité d'application industrielle | Oui : Revendications | 1-9 |
|                                        | Non : Revendications |     |

2. Citations et explications

**voir feuille séparée**

---

**Cadre n° VIII Observations relatives à la demande**

---

**voir feuille séparée**

**Point VIII**

- 1 Dans la revendication 1, les abréviations AQ, O<sub>P</sub>Q<sub>D</sub>E<sub>P</sub>P ne sont pas claires car l'homme du métier ne sait pas à quoi elles correspondent. Elles donc être définies clairement dans la revendication. Il en va de même dans les revendications dépendantes.

**Point V**

- 2 Il est fait référence aux documents suivants:
- D1 US 2014/202646 A1 (JENKINS DONALD G [US] ET AL) 24 juillet 2014 (2014-07-24)

- 3 Revendication indépendante 1 de procédé
- D1 ne se rapporte pas au traitement de peuplier en particulier.
- D1 ne divulgue non plus au moins l'agent auxiliaire utilisé lors de la préhydrolyse, ni sa concentration.

Le procédé de la revendication 1 propose un traitement efficace de résidus de peuplier afin de produire de la pâte à dissoudre.

D1 ne concerne spécifiquement la fabrication de pâte à dissoudre à partir de peuplier et ne divulgue encore moins un agent auxiliaire défini comme le mélange de quatre composants tel que défini dans la revendication 1. Il n'est pas non plus divulgué ni suggérer de combiner ce pré-traitement avec les étapes (2) à (5) de la revendication 1.

La revendication 1 est donc nouvelle et inventive.

- 4 Pour les mêmes raisons les revendications dépendantes sont également nouvelles et inventives.