

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
COURBEVOIE

①1 N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

3 146 481

②1 N° d'enregistrement national : **23 02151**

⑤1 Int Cl⁸ : **D 21 C 3/00 (2023.01)**

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②2 Date de dépôt : 08.03.23.

③0 Priorité :

④3 Date de mise à la disposition du public de la demande : 13.09.24 Bulletin 24/37.

⑤6 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

⑦1 Demandeur(s) : *RBX CREATIONS SAS — FR.*

⑦2 Inventeur(s) : *REBOUX Anne et REBOUX Charles.*

⑦3 Titulaire(s) : *RBX CREATIONS SAS.*

⑦4 Mandataire(s) : *ALLICI.*

⑤4 Procédé d'obtention d'au moins deux pulpes cellulosiques présentant des caractéristiques différentes.

⑤7 Procédé d'obtention d'au moins deux pulpes cellulosiques présentant des caractéristiques différentes

L'invention a pour objet un procédé d'obtention de pulpes cellulosiques qui comprend :

une étape de mélange de matières végétales comportant au moins 60% de matière lignocellulosique présentant un taux de lignine supérieur ou égal à 18% ainsi qu'au moins 2% de matière fibreuse présentant un taux de lignine inférieur ou égal à 9%, une étape de cuisson du mélange de matières végétales, une étape de soutirage de la phase liquide afin d'isoler une pulpe cellulosique, une étape de fractionnement de la pulpe cellulosique en au moins deux pulpes cellulosiques présentant chacune au moins une caractéristique de fibres différente l'une de l'autre.

Ainsi, contrairement à l'art antérieur qui sélectionne une partie d'une matière végétale spécifique pour obtenir une pulpe cellulosique donnée, l'invention vise à transformer un mélange de matières végétales moins sélectives pour obtenir une pulpe cellulosique puis à la fractionner afin d'obtenir deux pulpes cellulosiques distinctes.

FR 3 146 481 - A1



Description

Titre de l'invention : Procédé d'obtention d'au moins deux pulpes cellulósiques présentant des caractéristiques différentes

- [0001] La présente demande se rapporte à un procédé d'obtention d'au moins deux pulpes cellulósiques présentant des caractéristiques différentes.
- [0002] Un textile à base de chanvre peut être fabriqué à partir de fibres issues de l'écorce du chanvre. Pour favoriser la qualité des fibres dites libériennes, le chanvre est cultivé selon un protocole agricole dit textile consistant à récolter le chanvre avant la maturation des graines afin d'éviter que les fibres ne s'épaississent et se rigidifient. Ce protocole agricole textile se caractérise par une densité de semis élevée, de l'ordre de 80 kg/ha.
- [0003] Selon un mode opératoire, la matière végétale fauchée est soumise à une première étape de rouissage, consistant à la faire macérer dans un milieu humide ou la laisser rouir sur le champ après fauchage, pour faciliter la séparation des fibres du cœur de la tige (également appelé chènevotte) puis à une deuxième étape de teillage consistant à séparer les fibres du cœur des tiges par broyage et battage. La filasse ainsi obtenue est relativement longue, de l'ordre de 70 à 80 cm, et doit être filée sur des outils spécifiques pour obtenir du fil pour la confection de tissu.
- [0004] En variante, les fibres de chanvre issues du défibrage sont raccourcies et mélangées avec des fibres courtes (comme le coton par exemple) pour que les fibres obtenues puissent être filées sur des outils pour filer le coton, largement utilisés dans l'industrie textile. Toutefois, selon ce deuxième mode opératoire, le matériau textile obtenu comprend au plus 70% de chanvre tout en étant limité en finesse, ce qui réduit le champ des applications.
- [0005] Quel que soit le mode opératoire, le textile de chanvre est généralement obtenu à partir de fibres issues de plantes coupées avant la maturation des graines si bien que le chanvre n'est pas utilisé de manière optimale, ce qui prive les agriculteurs des revenus liés à la récolte des graines. De plus, il est nécessaire de passer par des étapes de rouissage, de teillage ou de défibrage pour traiter ce type de fibres, l'étape de rouissage dégradant la chènevotte, ce qui peut limiter son utilisation au paillage à faible valeur ajoutée.
- [0006] Pour remédier à ces inconvénients, selon un autre protocole agricole dit mixte, le chanvre est cultivé jusqu'à la maturation des graines. Dans ce cas, toute la plante peut être valorisée. Cependant, les fibres de chanvre issues du protocole agricole mixte ne sont généralement pas exploitées pour obtenir des fibres textiles pour l'habillement compte tenu des faibles rendements en fibres libériennes suffisamment fines et de la

difficulté à les exploiter avec des outils de l'industrie textile ou avec les outils spécifiques du chanvre issu du protocole agricole textile.

- [0007] Les documents FR3106600 et WO2021151904 proposent un procédé d'obtention d'une pulpe cellulosique à base de chanvre qui, après des étapes de dilution et/ou dissolution puis de régénération, permet d'obtenir un produit textile comme un filament textile. Ce procédé utilise une matière végétale comprenant en poids au moins 50% de tiges de chanvre récoltées après la floraison, lesdites tiges de chanvre présentant un taux d'au moins 30% de chènevotte et une longueur inférieure à 80 cm. Ce procédé comprend une étape de cuisson de la matière végétale ainsi qu'au moins une étape de raffinage visant à réduire la longueur des fibres et/ou des morceaux contenus dans la matière végétale cuite.
- [0008] Selon une autre application, une pulpe cellulosique peut être utilisée pour la production d'une pâte à papier. Selon un mode opératoire non limitatif, cette pulpe cellulosique est préparée à partir de fibres libériennes provenant d'une matière végétale issue d'un protocole agricole spécifique. Cette matière végétale est soumise à des étapes de prétraitement de type défibrage visant à sélectionner une fraction de la matière végétale, à savoir les fibres libériennes, en retirant notamment le cœur de la tige (ou noyau boisé) de la matière végétale. Ces fibres libériennes sont ensuite transformées en pulpe cellulosique par un procédé de transformation comportant au moins une étape de cuisson.
- [0009] Selon un inconvénient, pour les plantes à fibres libériennes comme le lin, le chanvre, le kénaf et l'ortie, le fait de produire une matière végétale selon un cahier des charges spécifique, contraignant pour les agriculteurs, conduit généralement à limiter la ressource et/ou à réduire la biodiversité. Selon un autre inconvénient, les étapes de prétraitement (défibrage, teillage, ...) de la matière végétale préalables à la production de pulpe, visant à fractionner la matière végétale pour en extraire notamment les fibres libériennes, sont généralement énergivores, exigeantes en termes de propreté des produits à atteindre, ces étapes de prétraitement étant spécifiques aux protocoles agricoles et/ou à la plante.
- [0010] Enfin, les étapes de transformation en pulpe cellulosique de la fraction sélectionnée de la matière végétale sélectionnée sont spécifiques à cette fraction et aboutissent à un seul type de pulpe cellulosique. Ainsi, une même production de pulpe cellulosique réalisée à partir d'une fraction spécifique d'une matière végétale produite selon un cahier des charges spécifique permet d'obtenir une unique pulpe cellulosique présentant des caractéristiques spécifiques.
- [0011] La présente invention vise à remédier à tout ou partie des inconvénients de l'art antérieur.
- [0012] A cet effet, l'invention a pour objet un procédé d'obtention de pulpes cellulosiques

caractérisé en ce qu'il comprend :

- a. Au moins une étape de mélange de matières végétales comportant au moins 60% d'une première matière, dite lignocellulosique, présentant un taux de lignine supérieur ou égal à 18% ainsi qu'au moins 2% d'une deuxième matière, dite fibreuse, présentant un taux de lignine inférieur ou égal à 9%,
- b. au moins une étape de cuisson du mélange de matières végétales avec un liquide de cuisson, à une température supérieure ou égale à 80°C, avec, au moins pendant une partie du temps de cuisson, au moins un agent de délignification,
- c. au moins une étape de soutirage de la phase liquide du mélange de matières végétales cuit afin d'isoler une pulpe cellulosique,
- d. au moins une étape de fractionnement de la pulpe cellulosique en au moins deux pulpes cellulosiques présentant chacune au moins une caractéristique de fibres différente l'une de l'autre.

[0013] Selon l'invention, on utilise un mélange de matières végétales moins sélectif pour obtenir une pulpe cellulosique qui est ensuite fractionnée pour isoler des pulpes cellulosiques présentant chacune au moins une caractéristique donnée différente d'une pulpe à l'autre.

[0014] Par conséquent, contrairement à l'art antérieur, les cahiers des charges des protocoles agricoles sont moins contraignants, ce qui contribue à augmenter la ressource et à favoriser la biodiversité. L'invention permet une plus grande polyvalence en matière d'approvisionnement de matières agricoles.

[0015] Selon un autre avantage, certaines étapes de fractionnement de la matière végétale afin d'isoler une partie de la matière végétale brute peuvent être supprimées, contribuant ainsi à réduire la consommation énergétique et à faciliter l'adoption de ces plantes comme matière première pour la production de pulpes cellulosiques.

[0016] Enfin, le procédé de l'invention permet d'obtenir, à partir d'une même production, au moins deux pulpes cellulosiques distinctes.

[0017] D'autres caractéristiques et avantages ressortiront de la description détaillée de l'invention qui va suivre.

[0018] Selon un mode opératoire, un procédé d'obtention de pulpes cellulosiques comprend au moins une étape de mélange de matières végétales comportant au moins 60% d'une première matière, dite lignocellulosique, présentant un taux de lignine supérieur ou égal à 18% ainsi qu'au moins 2 % d'une deuxième matière, dite fibreuse, présentant un taux de lignine inférieur ou égal à 9%.

[0019] Pour la présente demande, les pourcentages correspondent à des pourcentages en poids de matière sèche.

[0020] Selon une configuration, le mélange de matières végétales comprend au plus 98% de

matière lignocellulosique. De préférence, le mélange de matières végétales comprend entre 70 et 90% de matière lignocellulosique.

- [0021] Par matière lignocellulosique, on entend une matière lignocellulosique ou un mélange de matières lignocellulosiques. La matière lignocellulosique est choisie parmi les plantes annuelles ou les parties de plante annuelle telles que l'anas de lin, la chènevotte de chanvre, le noyau boisé de kenaf, le noyau boisé d'ortie, le miscanthus, le roseau, le bambou, la bagasse, certaines pailles de céréales, des péricarpes ou des tiges de fleurs. Cette liste n'est pas exhaustive.
- [0022] La matière lignocellulosique se présente sous la forme de copeaux qui ont une longueur inférieure à 8 cm, de préférence inférieure à 4 cm.
- [0023] Selon une configuration, le mélange de matières végétales comprend au plus 40% de matière fibreuse. De préférence, le mélange de matières végétales comprend entre 10 et 30% de matière fibreuse.
- [0024] Par matière fibreuse, on entend une matière fibreuse ou un mélange de matières fibreuses. La matière fibreuse est choisie parmi les fibres libériennes comme les fibres de chanvre, les fibres de lin, les fibres de jute, les fibres de kenaf, les fibres d'ortie ou les fibres de ramie par exemple ; les fibres de pseudo-tronc comme les fibres de bananier par exemple ; les fibres de feuille comme les fibres d'abaca ou les fibres de sisal par exemple ; les fibres de coton ; ou les fibres de kapok. Cette liste n'est pas exhaustive. La matière fibreuse est plus souple par opposition à une matière lignocellulosique, plus rigide et/ou cassante.
- [0025] Les fibres de matière fibreuse ont une longueur inférieure à 80 cm, de préférence inférieure ou égale à 8 cm.
- [0026] Le mélange de matières végétales comprend plusieurs espèces végétales différentes et/ou différentes fractions d'une même espèce végétale contenant des fibres libériennes.
- [0027] Le procédé d'obtention de pulpes cellulósiques comprend au moins une étape de cuisson du mélange de matières végétales avec un liquide de cuisson, à une température supérieure ou égale à 80°C, de préférence supérieure à 140°C. Selon un mode opératoire, la température de cuisson est inférieure ou égale à 190°C.
- [0028] Selon une configuration, le liquide de cuisson est de l'eau sous forme liquide et/ou gazeuse. Le ratio liquide/solide est supérieur ou égal à 2, de préférence supérieure à 3,5.
- [0029] Une étape de cuisson est opérée pendant une durée, à température maximale, inférieure ou égale à 480 min, de préférence inférieure à 300 min.
- [0030] Selon un mode opératoire, l'étape de cuisson comprend au moins des première et deuxième phases successives, la première phase consistant à cuire le mélange de matières végétales sans agent de délignification, à une température supérieure ou égale

à 80°C, suivie d'un retrait d'au moins une partie de la phase liquide du mélange de matières végétales cuit à l'issue de la première phase de l'étape de cuisson, la deuxième phase de l'étape de cuisson consistant à cuire le reste du mélange en présence d'au moins un agent de délignification, à une température supérieure ou égale à 80°C.

- [0031] Lors de la première phase de l'étape de cuisson, le mélange devient progressivement acide. Dès que le pH du mélange est inférieur à une valeur seuil donnée correspondant à un pH acide, de préférence de l'ordre de 3 à 5, la première phase est arrêtée. Ainsi, la première phase est arrêtée lorsque la phase liquide contient au minimum 10% des hémicelluloses présents dans la matière de départ. Ces hémicelluloses présentent généralement un taux de xylanes d'au moins 50%, la quantité de xylanes étant plus importante que celle de mannanes.
- [0032] A l'issue de la première phase de l'étape de cuisson, la phase liquide, contenant notamment des hémicelluloses, des polysaccharides ou tout autre sous-produit valorisable tel que le furfural et l'acide acétique, est séparée de la phase solide du mélange.
- [0033] La deuxième phase de l'étape de cuisson est réalisée à une température supérieure ou égale à 80°C, la phase solide du mélange issue de la première phase de l'étape de cuisson étant remélangée avec de l'eau et au moins un agent de délignification.
- [0034] Selon un mode opératoire simplifié, la cuisson ne comprend qu'une seule phase, l'étape de cuisson étant réalisée dès le début avec au moins un agent de délignification.
- [0035] Toutefois, le fait de réaliser l'étape de cuisson en deux phases favorise la délignification et permet d'obtenir une pulpe cellulosique plus pure.
- [0036] Par agent de délignification, on entend un agent de délignification ou un mélange d'agents de délignification.
- [0037] A titre d'exemple, l'agent de délignification est de l'hydroxyde de sodium, un sulfite ou un solvant eutectique profond.
- [0038] Après l'étape de cuisson, le procédé d'obtention comprend au moins une étape de soutirage de la phase liquide du mélange de matières végétales cuit, également appelé liqueur et qui contient notamment des lignines, afin d'isoler une pulpe cellulosique. Ce sous-produit contenant des lignines est utilisable par exemple pour générer de l'énergie. Ces lignines peuvent également être extraites de la liqueur pour obtenir des produits dans les domaines de la cosmétique, des colles, des résines ou des fibres de carbone. Elles présentent un taux de matières minérales inférieur à 10%, généralement inférieur à 5%; une valeur de CE50 (pouvoir anti-oxydant) généralement entre 0,15 et 0,7 mg/mL ainsi qu'une teneur en groupements carboxyliques généralement entre 0,7 et 1,6 mmol/g.
- [0039] A la fin de cette étape de soutirage, généralement au moins 80% en poids des

lignines contenues dans le mélange initial de matières végétales ont été retirées.

[0040] Enfin, le procédé d'obtention de pulpes cellulósiques comprend au moins une étape de fractionnement de la pulpe cellulósique en au moins deux pulpes cellulósiques présentant chacune au moins une caractéristique de fibres différente l'une de l'autre.

[0041] De préférence, l'étape de fractionnement permet de séparer la pulpe cellulósique issue de cuisson en au moins deux pulpes cellulósiques présentant chacune au moins deux caractéristiques de fibres différentes l'une de l'autre parmi notamment la longueur des fibres, le degré de polymérisation, l'indice kappa, la pureté en cellulose, la blancheur et le taux de cendres, les pulpes cellulósiques étant utilisées pour des applications différenciées.

[0042] Ainsi, contrairement à l'art antérieur qui prévoit des étapes de fractionnement d'une matière végétale spécifique préalablement à l'obtention de la pulpe cellulósique pour obtenir une pulpe cellulósique présentant des fibres avec des caractéristiques données, l'invention utilise un mélange de matières végétales moins sélectif pour obtenir une pulpe cellulósique qui est ensuite fractionnée pour isoler des pulpes cellulósiques présentant chacune au moins une caractéristique donnée différente d'une pulpe à l'autre. Par conséquent, les cahiers des charges des protocoles agricoles sont moins contraignants, ce qui contribue à augmenter la ressource et à favoriser la biodiversité.

[0043] Être en capacité d'éviter les étapes de prétraitement tels que le rouissage, le défibrage, le teillage, ... , qui visent à sélectionner une partie de la matière végétale avant l'obtention d'une pulpe cellulósique, contribue à faciliter l'intégration de biomasses agricoles dans les pulpes cellulósiques et réduire la consommation énergétique du procédé d'obtention de pulpes cellulósiques.

[0044] Enfin, le fait de moins sélectionner la matière végétale soumise à l'étape de cuisson permet de retirer des volumes de sous-produits plus importants, favorisant leur valorisation.

[0045] Selon un mode opératoire, la pulpe cellulósique est fractionnée de manière à la scinder en une première pulpe cellulósique présentant des fibres courtes, de longueur moyenne inférieure à une valeur donnée, et une deuxième pulpe cellulósique présentant des fibres longues de longueur moyenne supérieure ou égale à la valeur donnée. Selon une configuration, la valeur donnée est de l'ordre de 300 à 800 μm , de préférence de l'ordre de 400 à 600 μm .

[0046] A titre d'exemple, pour réaliser cette étape de fractionnement, la pulpe cellulósique est séparée par tamisage en passant au travers d'un tamis présentant des fentes comprises entre 0,2 mm et 0,5 mm., Le taux de passage des fibres libériennes selon leur longueur est étroitement lié aux dimensions des ouvertures du tamis. Le rendement par type de pulpe cellulósique est notamment fonction des dimensions des ouvertures du tamis ainsi que du taux initial de matière fibreuse.

- [0047] Bien entendu, l'invention n'est pas limitée à ce mode opératoire pour l'étape de fractionnement. Ainsi, la pulpe cellulosique issue de l'étape de cuisson peut être fractionnée en utilisant un procédé de centrifugation.
- [0048] La première pulpe est constituée de fibres qui sont passées au travers du tamis, ce qui permet d'assurer une qualité de pulpe cellulosique homogène en termes de longueur (et largeur) de fibres et un degré de polymérisation plus faible. Cette première pulpe cellulosique peut être utilisée telle quelle ou subir des traitements supplémentaires.
- [0049] Selon une application, la première pulpe cellulosique peut être utilisée en tant que pâte à dissoudre. Dans ce cas, la pulpe cellulosique est généralement soumise à une étape de blanchiment et/ou de purification afin notamment de réduire le taux de la lignine résiduelle, d'ajuster le degré de polymérisation et/ou de réduire le taux de cendres.
- [0050] La deuxième pulpe est constituée de fibres ayant des dimensions supérieures aux dimensions des fentes du tamis. Cette deuxième pulpe cellulosique comprend des fibres avec une longueur moyenne de fibres plus élevée que celle de la première pulpe cellulosique, plus hétérogènes en termes de longueur de fibres. Ce mélange de fibres présente une meilleure résistance et les fibres sont davantage délignifiées. Cette deuxième pulpe cellulosique convient notamment pour des applications de packaging ou de moulage d'objets qui ont une bonne résistance, en particulier grâce à la cohésion de ses fibres.
- [0051] Bien entendu, l'invention n'est pas limitée à la longueur des fibres comme caractéristique pour l'étape de fractionnement de la pulpe cellulosique. D'autres caractéristiques sont envisageables, comme la distribution des fibres, le degré de polymérisation, la blancheur, l'indice kappa, la pureté en cellulose ou le taux de cendres. Cette liste n'est pas exhaustive.
- [0052] De plus, le procédé d'obtention de pulpes cellulosiques peut comprendre plusieurs étapes de fractionnement successives.
- [0053] Chaque pulpe cellulosique obtenue à partir du procédé de l'invention peut être mélangée avec au moins une autre pulpe cellulosique.
- [0054] Au moins une des pulpes cellulosiques obtenues à partir du procédé de l'invention peut être utilisée pour l'obtention de produits, comme une pâte à dissoudre, un produit textile (comme des filaments obtenus par dissolution puis filage par exemple), une membrane, un objet moulé, un emballage ou tout autre produit obtenu à partir de la pulpe cellulosique obtenue seule selon le procédé de l'invention seule ou mélangée avec au moins une autre pulpe cellulosique.
- [0055] L'invention est maintenant décrite au travers d'un exemple.
- [0056] Le mélange de matières végétales comprend 50 % de chènevotte fibrée (dans laquelle il reste 20 à 40% de fibres libériennes), 40% de miscanthus et 10% d'anas de lin.

- [0057] Concernant le chanvre, ce dernier comprend généralement 50% de chènevotte, 27% de fibres libériennes et 23% de poussières. La chènevotte présente la composition chimique suivante : environ 46% de cellulose, 24% de lignine et 18% d'hémicellulose. Les fibres libériennes présentent la composition chimique suivante : plus de 70% de cellulose, environ 5% de lignine et 10 à 15% d'hémicellulose.
- [0058] Dans le cas présent, la paille de chanvre est dépoussiérée et raccourcie pour avoir une longueur inférieure à 10 cm et de préférence inférieure à 5 cm. Le chanvre ne subit aucune étape de défibrage ou teillage.
- [0059] Concernant le miscanthus, il présente la composition chimique suivante : environ 40 à 45% de cellulose, 25% de lignine et 25 à 28 % d'hémicellulose.
- [0060] Concernant l'anas de lin, il présente la composition chimique suivante : environ 43% de cellulose, 25% de lignine et 27% d'hémicellulose. L'anas de lin peut provenir du teillage du lin.
- [0061] Ce mélange de matières végétales est introduit dans un réacteur dans lequel de l'eau est ajoutée de manière à obtenir un ratio liquide/solide de l'ordre de 3,5 à 7,5.
- [0062] En suivant, ce mélange de matières végétales et d'eau est soumis à une étape de cuisson en deux phases.
- [0063] Lors de la première phase, le mélange est porté à une température de l'ordre de 120°C à 200°C pendant une durée maximale de 150 min. Lorsque le pH devient acide, le filtrat est extrait. Ce dernier contient notamment une partie des hémicelluloses (plus de 10% en poids).
- [0064] Lors de la deuxième phase, la matière hydrolysée est réintroduite dans le réacteur. En suivant, un agent de délignification et de l'eau sont ajoutés. A titre d'exemple, l'agent de délignification est une liqueur Kraft ou un solvant eutectique profond. Le ratio liquide/solide est de l'ordre de 3,5 à 7,5. Le mélange est porté à une température de l'ordre de 100°C à 170°C pendant une durée maximale de 60 à 300 min.
- [0065] A l'issue de la deuxième phase de l'étape de cuisson, la liqueur de cuisson est soutirée. Cette dernière comprend notamment une partie des lignines (plus de 60% en poids).
- [0066] Après l'étape de soutirage, la pulpe cellulosique est rincée, remise en suspension puis passée au travers d'un tamis pour réaliser l'étape de fractionnement. A titre d'exemple, le tamis présente des fentes mesurant de 0,2 à 0,5 mm.
- [0067] La pulpe cellulosique passant à travers le tamis correspond à la première pulpe cellulosique et celle restant au-dessus du tamis correspond à la deuxième pulpe cellulosique. La deuxième pulpe cellulosique représente 10 à 25% de l'ensemble de la pulpe cellulosique avant l'étape de fractionnement.
- [0068] La première pulpe cellulosique est homogène et présente un indice kappa de l'ordre de 12 à 25 ainsi qu'un degré de polymérisation compris entre 800 et 1300. Cette

première pulpe cellulosique peut être soumise à au moins une étape supplémentaire comme un blanchiment pour ajuster son degré de polymérisation et/ou augmenter sa pureté. Cette première pulpe cellulosique peut être utilisée en tant que pâte à dissoudre.

[0069] La deuxième pulpe cellulosique est plus hétérogène en termes de longueur de fibres et présente un indice kappa inférieur d'au moins 2 points par rapport à celui de la première pulpe. Cette deuxième pulpe cellulosique peut être utilisée en tant que pâte à mouler et/ou papiers spéciaux.

Revendications

- [Revendication 1] Procédé d'obtention de pulpes cellulosiques caractérisé en ce qu'il comprend :
- a. Au moins une étape de mélange de matières végétales comportant au moins 60% d'une première matière, dite lignocellulosique, présentant un taux de lignine supérieur ou égal à 18% ainsi qu'au moins 2% d'une deuxième matière, dite fibreuse, présentant un taux de lignine inférieur ou égal à 9%,
 - b. Au moins une étape de cuisson du mélange de matières végétales avec un liquide de cuisson, à une température supérieure ou égale à 80°C avec, au moins pendant une partie du temps de cuisson, au moins un agent de délignification,
 - c. Au moins une étape de soutirage de la phase liquide du mélange de matières végétales cuit afin d'isoler une pulpe cellulosique,
 - d. Au moins une étape de fractionnement de la pulpe cellulosique en au moins deux pulpes cellulosiques présentant chacune au moins une caractéristique de fibres différente l'une de l'autre.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'étape de cuisson comprend des première et deuxième phases successives, la première phase consistant à cuire le mélange de matières végétales sans agent de délignification après un retrait d'au moins une partie de la phase liquide du mélange de matières végétales cuit à l'issue de la première phase de l'étape de cuisson, la deuxième phase de l'étape de cuisson consistant à cuire le reste du mélange en présence d'au moins un agent de délignification.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la première phase de l'étape de cuisson est arrêtée dès que le pH du mélange est inférieur à une valeur seuil correspondant à un pH acide, de préférence de l'ordre de 3 à 5.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une des revendication précédente, caractérisé en ce que la température de cuisson est comprise entre 140 et 190 °C.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le mélange de matières végétales comprend entre 70 et 90% de matière lignocellulosique et entre 10 et 30% de matière fibreuse.

- [Revendication 6] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la matière lignocellulosique se présente sous la forme de copeaux qui ont une longueur inférieure à 8 cm, de préférence inférieure à 4 cm.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les fibres de la matière fibreuse ont une longueur inférieure à 80 cm, de préférence inférieure à 8 cm.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'étape de fractionnement est configurée pour permettre de séparer la pulpe cellulosique issue de la cuisson en au moins deux pulpes celluloses présentant chacune au moins deux caractéristiques de fibres différentes l'une de l'autre parmi notamment la longueur des fibres, la distribution des fibres, le degré de polymérisation, l'indice kappa, la pureté en cellulose, la blancheur et le taux de cendres.
- [Revendication 9] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la pulpe cellulosique est fractionnée de manière à la scinder en une première pulpe cellulosique présentant des fibres courtes, de longueur moyenne inférieure à une valeur donnée, et une deuxième pulpe cellulosique présentant des fibres longues, de longueur moyenne supérieure ou égale à la valeur donnée.
- [Revendication 10] Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que les pulpes celluloses sont séparées par tamisage ou centrifugation.
- [Revendication 11] Procédé selon la revendication précédente, caractérisé en ce que la pulpe cellulosique est fractionnée en la faisant passer à travers un tamis présentant des fentes comprises entre 0,2 mm et 0,5 mm, la pulpe cellulosique passant à travers le tamis correspondant à la première pulpe cellulosique, celle restant au-dessus du tamis correspondant à la deuxième pulpe cellulosique.
- [Revendication 12] Pulpes celluloses obtenues à partir du procédé selon l'une des revendications précédentes.
- [Revendication 13] Produit obtenu à partir d'au moins une des pulpes celluloses selon la revendication 10.
- [Revendication 14] Lignines obtenues lors d'une étape de soutirage d'un procédé selon l'une des revendications 1 à 11 et présentant un taux de matières minérales inférieur à 10%.
- [Revendication 15] Produit obtenu à partir des lignines selon la revendication 14.
- [Revendication 16] Hémicelluloses obtenues lors d'une étape de cuisson d'un procédé selon l'une des revendications 1 à 11 et présentant un taux de xylanes d'au

moins 50%.



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 916995
FR 2302151

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS | | Revendication(s) concernée(s) | Classement attribué à l'invention par l'INPI |
|---|--|--|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | | |
| X | WO 2017/035535 A1 (API IP HOLDINGS LLC [US]) 2 mars 2017 (2017-03-02) * revendications 1-20; figure 1 * ----- | 1-16 | D21C 3/00 |
| X | EP 1 180 171 A1 (CIE IND DES MATIERES VEGETALES [FR]) 20 février 2002 (2002-02-20) * revendication 1 * ----- | 12 | |
| X | CA 2 902 377 A1 (BIO SEP LTD [GB]) 4 septembre 2014 (2014-09-04) * revendication 1 * ----- | 12,14 | |
| | | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) |
| | | | D21C |
| Date d'achèvement de la recherche | | Examineur | |
| 28 août 2023 | | Ponsaud, Philippe | |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS | | T : théorie ou principe à la base de l'invention | |
| X : particulièrement pertinent à lui seul | | E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure | |
| Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un | | à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date | |
| autre document de la même catégorie | | de dépôt ou qu'à une date postérieure. | |
| A : arrière-plan technologique | | D : cité dans la demande | |
| O : divulgation non-écrite | | L : cité pour d'autres raisons | |
| P : document intercalaire | | | |
| | | & : membre de la même famille, document correspondant | |

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2302151 FA 916995**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **28-08-2023**
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

| Document brevet cité au rapport de recherche | Date de publication | Membre(s) de la famille de brevet(s) | Date de publication |
|--|---------------------|--------------------------------------|---------------------|
| WO 2017035535 A1 | 02-03-2017 | CA 2996423 A1 | 02-03-2017 |
| | | EP 3341416 A1 | 04-07-2018 |
| | | JP 2018526508 A | 13-09-2018 |
| | | JP 2022169601 A | 09-11-2022 |
| | | US 2018251941 A1 | 06-09-2018 |
| | | US 2021340706 A1 | 04-11-2021 |
| | | WO 2017035535 A1 | 02-03-2017 |
| ----- | | | |
| EP 1180171 A1 | 20-02-2002 | AT 251689 T | 15-10-2003 |
| | | AU 3528699 A | 21-11-2000 |
| | | DE 69912007 T2 | 24-06-2004 |
| | | DK 1180171 T3 | 16-02-2004 |
| | | EP 1180171 A1 | 20-02-2002 |
| | | ES 2209424 T3 | 16-06-2004 |
| | | US 7402224 B1 | 22-07-2008 |
| | | WO 0068494 A1 | 16-11-2000 |
| ----- | | | |
| CA 2902377 A1 | 04-09-2014 | AU 2014222493 A1 | 15-10-2015 |
| | | BR 112015020779 A2 | 18-07-2017 |
| | | CA 2902377 A1 | 04-09-2014 |
| | | CN 105358581 A | 24-02-2016 |
| | | NZ 712568 A | 22-02-2019 |
| | | US 2016002851 A1 | 07-01-2016 |
| | | WO 2014132056 A1 | 04-09-2014 |
| ----- | | | |