

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 59018 B1**
- (51) Cl. internationale : **C08B 1/00; C08B 15/00;
C08B 1/00; C08B 15/00**
- (43) Date de publication : **30.09.2024**
-
- (21) N° Dépôt : **59018**
- (22) Date de Dépôt : **30.12.2022**
- (71) Demandeur(s) : **Université Abdelmalek Essaâdi, Quartier M'hannech II, Avenue Palestine, B.P. 2117 TETOUAN (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **Hassan AMHAMDI ; Sara CHAOUF ; Soufian EL BARKANY**
- (74) Mandataire : **Mohamed EL Harzli**
-
- (54) Titre : **Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes pour le développement de flocculants anioniques.**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne une méthode d'extraction de flocculants anioniques à partir de la cellulose contenue dans les mégots de cigarettes pour une utilisation dans le traitement des eaux polluées. Une nouvelle application des mégots de cigarettes comme source de cellulose a été étudiée, la modification de la cellulose extraite par des groupes ioniques a montré une grande efficacité des dérivés résultants à la floculation des systèmes aquatiques. la partie inférieure coupée des mégots "Filtre" a été extraite manuellement (R-mégots), l'éthanol a été utilisé comme solvant pour la purification des R-mégots où la technique considérée est l'extraction par "Soxhlet" pendant 24 h, et après le processus de nettoyage nous avons obtenu alors l'acétate de cellulose purifié (S-mégots).

Abrégé

La présente invention concerne une méthode d'extraction de flocculants anioniques à partir de la cellulose contenue dans les mégots de cigarettes pour une utilisation dans le traitement des eaux polluées.

Une nouvelle application des mégots de cigarettes comme source de cellulose a été étudiée, la modification de la cellulose extraite par des groupes ioniques a montré une grande efficacité des dérivés résultants à la floculation des systèmes aquatiques.

la partie inférieure coupée des mégots "Filtre" a été extraite manuellement (R-mégots), l'éthanol a été utilisé comme solvant pour la purification des R-mégots où la technique considérée est l'extraction par "Soxhlet" pendant 24 h, et après le processus de nettoyage nous avons obtenu alors l'acétate de cellulose purifié (S-mégots).

1 Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes pour le développement de flocculants anioniques

5 Description

Domaine technique

La présente invention a trait à une méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes pour le développement de flocculants anioniques destinés à être utilisés pour le traitement de l'eau polluée.

Cadre général

Le traitement de l'eau polluée est un souci permanent aussi bien au niveau individuel qu'institutionnel, compte tenu de son importance dans la vie au quotidien.

15 Plusieurs techniques et procédés ont été mis au point pour réaliser un traitement de l'eau polluée pouvant assurer un niveau de qualité dépassant le minimum requis par les différentes normes et réglementations.

Le type de traitement et son efficacité dépendent de la taille des particules présentes dans les eaux à traiter. Des grosses particules sont faciles à éliminer avec un décanteur lamellaire par exemple. Des particules plus fines décantent mal mais un filtre à tambour peut aisément les retenir. Cependant, les particules colloïdales et dissoutes ne peuvent pas être correctement traitées par des procédés mécaniques ; des traitements physico-chimiques utilisant des produits chimiques, appelés coagulants et flocculants, permettent leur agglomération pour mieux pouvoir les éliminer.

25 Le traitement physico-chimique est la combinaison de deux étapes que l'on appelle la coagulation-floculation. Il s'agit d'une méthode classique pour séparer les matières en suspension dans les stations de traitement. Généralement, on associe un traitement physico-chimique à des procédés de décantation ou encore à de la filtration.

Après une étape de correction de pH appelée "neutralisation", les eaux sont soumises à une coagulation puis une floculation. Ainsi, les particules s'agglomèrent et forment des "flocs". Enfin, une étape de séparation physique vient séparer les floccs de l'eau traitée.

30 Toutefois, les flocculants peuvent provenir de différentes substances naturelles ou non. Ceci étant, l'obtention des flocculants anioniques se distingue par leur origine et leur procédé d'obtention.

35 La présente invention se démarque par l'extraction de ces flocculants anioniques à partir des mégots de cigarettes en vue d'une valorisation de ceux-ci et également de contribuer à réduire l'impact de leur toxicité sur l'environnement.

État de la technique

40 Le document de brevet n° FR3066128A1 représente l'état de la technique le plus proche au domaine de la présente invention, dans lequel est décrit un procédé de valorisation des mégots de cigarette qui s'applique, en particulier, à la valorisation des déchets toxiques contenus dans les mégots de cigarette et notamment au recyclage de l'acétate de cellulose.

45 Certains procédés de traitement de mégots de cigarette existent et permettent d'obtenir un produit à base de plastique et d'un pourcentage de mégots de cigarette et de plastique. Toutefois, on retrouve des traces de résidus toxiques dans les mégots de cigarette et donc le produit issu de ce type de procédé.

Un des objectifs de l'invention décrite dans le document cité est de fournir un procédé permettant le recyclage des mégots de cigarette afin d'éviter d'avoir des résidus toxiques dans le produit issu du procédé.

50 Un autre but de cette même invention est de créer un procédé simple à mettre en œuvre tout en respectant des contraintes écologiques.

La présente invention s'intéresse plutôt à l'extraction de flocculants anioniques à partir de la cellulose contenue dans les mégots de cigarettes pour l'utilisation dans le traitement des eaux

polluées.

1 Résumé de la description

La présente invention concerne une méthode d'extraction de flocculants anioniques à partir de la cellulose contenue dans les mégots de cigarettes pour une utilisation dans le traitement des eaux polluées.

5 Une nouvelle application des mégots de cigarettes comme source de cellulose a été étudiée, la modification de la cellulose extraite par des groupes ioniques a montré une grande efficacité des dérivés résultants à la floculation des systèmes aquatiques.

la partie inférieure coupée des mégots "Filtre" a été extraite manuellement (R-mégots), l'éthanol a été utilisé comme solvant pour la purification des R-mégots où la technique

10 considérée est l'extraction par "Soxhlet" pendant 24 h, et après le processus de nettoyage nous avons obtenu alors l'acétate de cellulose purifié (S-mégots).

Description détaillée

La présente invention concerne une méthode d'extraction de flocculants anioniques à partir de 15 la cellulose contenue dans les mégots de cigarettes pour une utilisation dans le traitement des eaux polluées.

Une nouvelle application des mégots de cigarettes comme source de cellulose a été étudiée, la modification de la cellulose extraite par des groupes ioniques a montré une grande efficacité des dérivés résultants à la floculation des systèmes aquatiques.

20 la partie inférieure coupée des mégots "Filtre" a été extraite manuellement (R-mégots), l'éthanol a été utilisé comme solvant pour la purification des R-mégots où la technique considérée est l'extraction par "Soxhlet" pendant 24 h, et après le processus de nettoyage nous avons obtenu alors l'acétate de cellulose purifié (S-mégots).

Le microscope optique a été utilisé pour comparer la qualité des fibres d'acétate de cellulose 25 obtenues après purification avec celle des fibres brutes avant purification. La figure-1- montre les images de microscopie optique des mégots R (fibre brute) et des mégots S (fibre purifiée : acétate de cellulose) avec un grossissement de 8.102, 5.102 et 2.102. L'élimination des points noirs (toxines, goudron et autres résidus de combustion) adsorbés sur les fibres de cellulose après purification est clairement remarquée, où les fibres purifiées (S-Mégots) ont montré une 30 surface plus lisse et plus propre par rapport aux fibres brutes (R-Mégots).

La cellulose des mégots de cigarettes (D- mégots) a été obtenue après la désacétylation alcaline de l'acétate de cellulose (S-mégots) dans une solution alcoolique (KOH/EtOH) [4]. La cellulose résultante a montré une bonne solubilité dans le système NaOH/Urée/H₂O dans lequel la réaction de greffage d'Acrylamide anionique a été effectuée. Le produit de greffage 35 obtenu a été saponifié pour convertir les fonctions acides en carboxylates (Acryl-mégots) (Figure 2).

Afin d'augmenter la capacité de floculation de l'Acrylate de cellulose, une voie d'augmentation de la densité de charge anionique a été proposée, et ce par greffage des bras d'acide citrique liés à la cellulose par l'acide sébacique. Cependant, la réaction de condensation entre l'acide 40 citrique et le chlorure de sébacoyl a été catalysée par le DMAP en présence de triéthylamine (TEA) pour déplacer l'équilibre d'estérification. Le nouveau flocculant M-CCA se récupère facilement dans l'éthanol.

Les spectres FTIR-ATR des R-mégots, des S-mégots, des D-mégots et des Acryl-mégots sont présentés sur la Figure-3-. Ce dernier montre une augmentation progressive de l'intensité de 45 la bande d'absorption attribuée aux vibrations d'élongation des groupes OH. En comparant le spectre FTIR-ATR des S-Mégots avec celui des Acryl-Mégots traversant les D-Mégots, Cette augmentation d'intensité est inversement proportionnelle aux intensités des bandes d'absorption caractéristiques des vibrations des esters carbonyles (C=O) ester à 1734 cm⁻¹ [5] et celles de l'acétate de méthyle C-CH₃ à 1368 cm⁻¹, où leur disparition totale a été bien 50 remarquée sur le spectre des Acryl-Mégots indiquant ainsi la désacétylation totale des S-Mégots. De plus, l'apparition des nouvelles bandes d'absorption caractéristiques des amides primaires carbonyles à 1674 cm⁻¹ et des carboxylates asymétriques et symétriques à 1564 cm⁻¹ et 1421 cm⁻¹ est une indication forte de la formation de l'Acrylate de cellulose

hydrosoluble.

55 Dans le spectre FTIR du MCCA (Figure 3b), la diminution de l'intensité de la bande d'absorption des groupes hydroxyle est très remarquable. Cependant, une intensification des bandes d'absorption a été observée sur le spectre du M-CCA à 1599 cm^{-1} et 1402 cm^{-1} et qui
1 sont attribuées à la présence d'ion carboxylate [6]. Cette augmentation du rapport d'intensité (OH/COO-) est une indication forte de l'augmentation de la densité de charge négative des fibres cellulosiques, et qui proviennent de l'acide citrique greffé par des bras sébaciques. De plus, de nouveaux pics ont été localisés à 1733 cm^{-1} et 1261 cm^{-1} sont à l'origine des
5 vibrations de la liaison ester carbonyle (C=O) et ester (C-O) [7], respectivement. Ce résultat indique l'approche expérimentale correcte qui consiste à former des bras anioniques d'acide citrique liés à la cellulose par des liaisons ester d'acide sébacique.

La diffraction des rayons X sur poudre est principalement utilisée pour l'identification de phase. C'est une technique largement utilisée pour étudier le comportement cristallin des dérivés
10 cellulosiques et pour obtenir des informations structurales précieuses telles que le polymorphisme cellulosique et la présence de liaisons hydrogène. La figure-4- montre les diffractogramme des R-Mégots, S-Mégots et D-Mégots R-Mégots, S-Mégots et D-Mégots. Les diffractogramme des D-Mégots (Cellulose : fibres désacétylées) montrent clairement la présence de trois pics aux angles de Bragg 2θ ; 12,02°, 20,01° et 21,70° attribués aux plans
15 réticulaires des indices de Miller (hkl) ; (1 $\bar{1}$ 0), (110) et (020) respectivement, indiquant que la cellulose des filtres de cigarettes récupérés est caractérisée par un polymorphisme de type II. Cependant, l'absence de ces plans (hkl) sur les diffractogramme R-mégots et S-mégots indique la prédominance du caractère amorphe. Ces résultats démontrent clairement la transition réussie de l'acétate de cellulose à la cellulose après le processus de désacétylation.

20 La figure-4b- à droite montre le caractère amorphe prédominant de la structure Acryl-Mégots. Après la modification, de nouveaux pics de diffraction sont apparus sur le diffractogramme du M-CCA, montrant la formation des nouveaux plans cristallins et même un caractère cristallin prédominant, indiquant que le processus de greffage s'est terminé avec succès.

Les images MEB du produit M-CCA greffé et saponifié révèlent une forte cristallinité confirmée
25 par les couches (L1, L2, L3) orientées dans la même direction avec une grande surface de contact, une structure en bâtonnets une structure en bâtonnets s'étendant dans une structure matricielle tridimensionnelle et une structure tridimensionnelle [8]. En comparant les spectres EDX de la cellulose non modifiée et du M-CCA, dans lesquels le succès du processus de greffage et de saponification a été démontré par l'augmentation du rapport atomique (O/C) et
30 par l'apparition simultanée du pic de Na sur le spectre de la saponification M-CCA, le tout servant d'indicateur fort du succès de la saponification totale.

Le traitement thermique des composés cellulosiques conduit à une perte de comportement massique, qui se fait généralement subdivisée en deux étapes distinctes. La première étape correspond au départ du solvant et de l'eau adsorbée pour $T < 140$ °C [9], alors que la seconde
35 peut être attribuée à l'élimination dégradante des groupements greffés et à la désintégration de la chaîne principale de la cellulose, qui a généralement lieu vers 300 °C [10], suivie d'une pyrolyse thermique du squelette cellulosique à environ 350 °C. Sur la figure-6-, on peut voir que la désacétylation des S-mégots par l'élimination des groupes acétyle diminue la température de dégradation thermique de 295°C pour les S-mégots à 265°C pour les D-
40 mégots. Cet abaissement de dans la température de dégradation thermique entre S-Mégots et D-mégots implique que la stabilité thermique des S-mégots est supérieure à celle des D-mégots, ce résultat est en parfait accord avec les résultats publiés dans la littérature, en comparant la cellulose et la cellulose acétate ont été comparés [11]. L'étape finale de dégradation au-dessus de 420 °C est simplement liée à la formation de cendres qui se produit
45 normalement dans tous les matériaux polymères organiques [12]. Cependant, une dégradation thermique des Acryl-mégots a été notée à 220°C, suivie d'une perte de masse significative avec une augmentation de la température jusqu'à 300°C. Cette diminution de la stabilité thermique peut être attribuée à la diminution de la densité des liaisons hydrogène et à l'introduction de la forme ionique des fonctions acides carboxyliques (carboxylate de sodium),
50 cette suggestion est une hypothèse concordant bien avec celle confirmée par la plus grande quantité de cendre d'Acrylate de cellulose (37 %) à 600 °C.

La figure-7- illustre l'effet de la concentration du flocculant M-CCA sur la capacité de floculation d'une solution colloïdale de $\text{Fe}(\text{OH})_3$. La transmittance de la solution colloïdale (zone clarifiée) augmente progressivement avec l'augmentation de la dose de flocculant jusqu'à la valeur de transmittance maximale (99%), puis redevient décroissante, dont le volume optimal de flocculant ajouté a été noté à environ 50 μL de la solution polymérique M-CCA (0,1 %). Le phénomène observé pousse à induire la suggestion de la dualité des mécanismes de neutralisation de charge et de pontage. En effet, les groupements carboxylates chargés négativement commencent d'abord à interagir avec les particules colloïdales afin de neutraliser leur charge de surface, puis au fur et à mesure que la concentration en chaînes polymériques augmente, la floculation est optimisée par pontage. Après la valeur optimale, un excès de polymère flocculant peut facilement régénérer une charge opposée de système colloïdal, et par conséquent une stabilité répulsive de système sera retrouvée et ceci s'accompagne d'une repectisation et d'une conséquence avec une chute de transmittance de la solution. Ces mécanismes de coagulation/repectisation avec des flocculants sont bien connus pour se produire dans plusieurs systèmes.

La comparaison de la capacité de floculation entre l'Acrylate de cellulose (0,4) élaboré dans la première partie et le M-CCA à base de mégots de cigarettes a montré une très forte amélioration, qui atteint une augmentation de 15 fois pour la capacité du M-CCA par rapport à celle du M-CCA par rapport à celle de la capacité d'Acrylate de cellulose (0,4). En effet, exprimé en chiffres, le volume optimal de la solution de floculation est passé de 75 μL pour la solution 1% Cac à 50 μL pour la solution 0,1% M-CCA. Par conséquent, la non-toxicité, le faible coût et la biodégradabilité des produits à base de cellulose ont permis au M-CCA d'être un candidat prometteur avec d'excellentes propriétés de floculation pour les procédés industriels.

Le pH a un rôle clé dans les processus de coagulation/floculation où il affecte plusieurs phénomènes dont la distribution des espèces ioniques et la distribution de la charge électrostatique des particules colloïdales ainsi que l'état d'ionisation du flocculant. Dans ce chapitre, l'effet du pH sur la capacité de floculation a été étudié à température ambiante en faisant varier le pH de 2 à 9 avec une concentration en flocculant de 50 μL de M-CCA aqueux.

La figure-8- montre une transmittance maximale (99%) dans la plage de pH 5-9 indiquant que les groupes sont ceux qui régissent le phénomène de floculation. En effet, les acides carboxyliques sont généralement caractérisés par un pK_a proche de la valeur 6, et par conséquent la charge anionique (carboxylate) est fortement neutralisée par la compétition protonique (une transmittance quasi nulle). La conversion des fonctions carboxyliques en carboxylates augmente à mesure que le pH augmente, au-dessus de 5 le système acquiert une charge anionique suffisante pour flocculer le système colloïdal, où la transmittance atteint une valeur de 99,45 % à pH 8.

Les résultats ont montré que la cellulose extraite des filtres de cigarettes est caractérisée par un polymorphisme de type II. Cependant, la valorisation des mégots de cigarettes a été réalisée par floculation des systèmes colloïdaux et des métaux lourds. L'Acrylation à faible valeur DS de la cellulose, résultant de la purification et de la saponification des mégots de cigarettes, a été utilisée comme stratégie pour faire face au problème de solubilité délicate de la cellulose. Après l'obtention réussie d'Acryl-Mégots, le greffage des bras d'acide citrique, liés par l'acide sébacique à l'Acrylate de cellulose à jonctions ester (M-CCA), a permis une amélioration très importante en augmentant de 15 fois la capacité de floculation du cationique les systèmes colloïdaux, notamment exemplifiés pour le système colloïdal constitué par l'hydroxyde ferreux $\text{Fe}(\text{OH})_3$. Il est important de noter que le pH joue un rôle crucial dans les équilibres (protonation \leftrightarrow déprotonation) qui affectent la répartition des espèces ioniques dans la solution et les phénomènes de surface associée impliqués dans les processus de coagulation. A ce niveau, et puisque les carboxylates (dans le cas du Cac et du M-CCA) sont la forme fonctionnelle responsable de la floculation des systèmes étudiés, la capacité de floculation est plus attendue pour être plus importante au-delà de pH 6 (6-8).

50 Description des figures

La Figure-1- montre les images de microscopie optique des mégots R (fibre brute) et des mégots S (fibre purifiée : acétate de cellulose) avec un grossissement de 8.102, 5.102 et 2.102.

La Figure-2- montre que le produit de greffage obtenu a été saponifié pour convertir les fonctions acides en carboxylates (Acryl-mégots).

La Figure-3- présente les spectres FTIR-ATR des R-mégots, des S-mégots, des D-mégots et des Acryl-mégots.

La Figure-4- montre les diffractogramme des R-Mégots, S-Mégots et D-Mégots R-Mégots, S-Mégots et D-Mégots.

La Figure-5- illustre des images MEB et spectre EDX de M-CCA.

La Figure-6- montre que la désacétylation des S-mégots par l'élimination des groupes acétyle diminue la température de dégradation thermique de 295°C pour les S-mégots à 265°C pour les D-mégots.

La Figure-7- illustre l'effet de la concentration du flocculant M-CCA sur la capacité de floculation d'une solution colloïdale de Fe(OH)₃.

La Figure-8- montre une transmittance maximale (99%) dans la plage de pH 5-9 indiquant que les groupes sont ceux qui régissent le phénomène de floculation.

Références

- [1] D. Thorne et al., "A comparative assessment of cigarette smoke aerosols using an in vitro air – liquid interface cytotoxicity test air – liquid interface cytotoxicity test," vol. 8378, no. March 2017, 2015, doi: 10.3109/08958378.2015.1080773.
- [2] M. Betânia et al., "Process development for cigarette butts recycling into cellulose pulp," vol. 2010, 2016, doi: 10.1016/j.wasman.2016.10.013.
- [3] M. Lee, G. Kim, H. D. Song, and S. Park, "Preparation of energy storage material derived from a used cigarette filter for a supercapacitor electrode," vol. 345601, doi: 10.1088/0957-4484/25/34/345601.
- [4] I. Jilal et al., "New quaternized cellulose based on hydroxyethyl cellulose (HEC) grafted EDTA: Synthesis, characterization and application for Pb (II) and Cu (II) removal," *Carbohydr. Polym.*, vol. 180, no. li, pp. 156–167, 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.10.012.
- [5] I. Jilal et al., "Unconventional synthesis , characterization and theoretical study (HF and DFT computations) of new cellulosic copper complex : benzyloxyethyl cellulose copper (CuBEC)," *Cellulose*, 2018, doi: 10.1007/s10570-018-1909-x.
- [6] Z. Zhang, "Surface modification of cellulose nanocrystals by esterification and ATRP reactions for advanced To cite this version: HAL Id: tel-01685016 DOCTEUR DE L ' UNIVERSITÉ DE BORDEAUX," 2018.
- [7] B. Wassila, "EXTRACTION ET MODIFICATION DE LA CELLULOSE PAR ESTERIFICATION EN PRESENCE DE L'ACIDE CITRIQUE," 2009.
- [8] M. Rechache, "Synthèses et caractérisation d'un nouveau matériau composite à base de polymères," 2019.
- [9] D. A. Fort, R. C. Remsing, R. P. Swatloski, P. Moyna, and R. D. Rogers, "Can ionic liquids dissolve wood? Processing and analysis of lignocellulosic materials with 1- n -butyl-3-methylimidazolium chloride," pp. 63–69, 2007, doi: 10.1039/b607614a.
- [10] D. K. Shen and S. Gu, "Bioresource Technology The mechanism for thermal decomposition of cellulose and its main products," *Bioresour. Technol.*, vol. 100, no. 24, pp. 6496–6504, 2009, doi: 10.1016/j.biortech.2009.06.095.
- [11] K. Azzaoui et al., "Structure and properties of hydroxyapatite/hydroxyethyl cellulose acetate composite films," *Carbohydr. Polym.*, vol. 115, pp. 170–176, 2015, doi: 10.1016/j.carbpol.2014.08.089.
- [12] S. A. Paul, C. Oommen, K. Joseph, G. Mathew, and S. Thomas, "The Role of Interface Modification on Thermal Degradation and Crystallization Behavior of Composites from Commingled Polypropylene Fiber and Banana Fiber," 2010, doi: 10.1002/pc.

Revendications

- 50 1. Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes et développement de floculants anioniques comprenant :
- Extraction de la partie cotonnée constituant le filtre du mégot de cigarette dite R-Mégot ;
 - 55 - Purification des dits R-Mégots et obtention de l'acétate de cellulose purifié dit S-Mégot ;
 - Déacetylation alcoolique par l'hydroxyde de potassium (KOH/Ethanol) des dits S-Mégot pour avoir de la cellulose pure.
 - 1 - Ajout et mélange de 1,3 g d'acrylamide à 1g de cellulose traitée dans une solution aqueuse de NaOH/Urea ;
 - 5 - Chauffage dudit mélange à 80°C sous agitation à reflux pendant 2 heures ;
 - Neutralisation de la solution résultante au moyen de l'acide acétique ;
 - Récupération de l'acrylate de cellulose par précipitation dans de l'éthanol froid ;
 - Filtration sous vide et séchage dudit acrylate de cellulose récupéré pendant une semaine dans un dessiccateur ;
 - 10 - Ajout d'une solution composée de 2g d'acide citrique dissout dans 10 ml de THF (tétrahydrofurane) avec 1,3 ml de TEA (La triéthanolamine) en présence de DMAP (4-diméthylaminopyridine) comme catalyseur à 2,1 ml de sébacoylène dans 10 ml de THF ;
 - 15 - Agitation à 80°C du mélange réactionnel pendant 2 heures ;
 - Élimination du THF contenu dans ledit mélange réactionnel par concentration dans un évaporateur rotatif ;
 - 20 - Ajout d'une solution composée de 0.7g d'Acryl-Mégot dissoute dans 15 ml d'une solution de l'hydroxyde de Sodium NaOH (1N) ;
 - Chauffage dudit mélange à 60°C sous agitation à reflux pendant 4 heures ;
 - Obtention d'un produit blanc ;
 - Refroidissement du mélange réactionnel ;
 - 25 - Précipitation du mélange réactionnel dans de l'éthanol ;
 - Filtrage sous vide dudit mélange réactionnel ;
 - Lavage dudit mélange réactionnel par de l'éther ;
 - Séchage dudit mélange réactionnel dans un dessiccateur pendant 48 heures ;
 - 30
- 35 2. Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes et développement de floculants anioniques, selon la revendication 1, caractérisée en ce que ladite purification des dits R-Mégots a lieu par la méthode d'extraction Soxhlet pendant 24 heures au moyen de l'éthanol pris comme solvant ;
- 40
- 45

50 3. Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes et développement de flocculants anioniques, selon les revendications 1 et 2, caractérisée en ce que ledit mélange réactionnel obtenu constitue des flocculants anioniques destinés au traitement de l'eau.

55

Dessins



Figure-1-

MA

59018B1

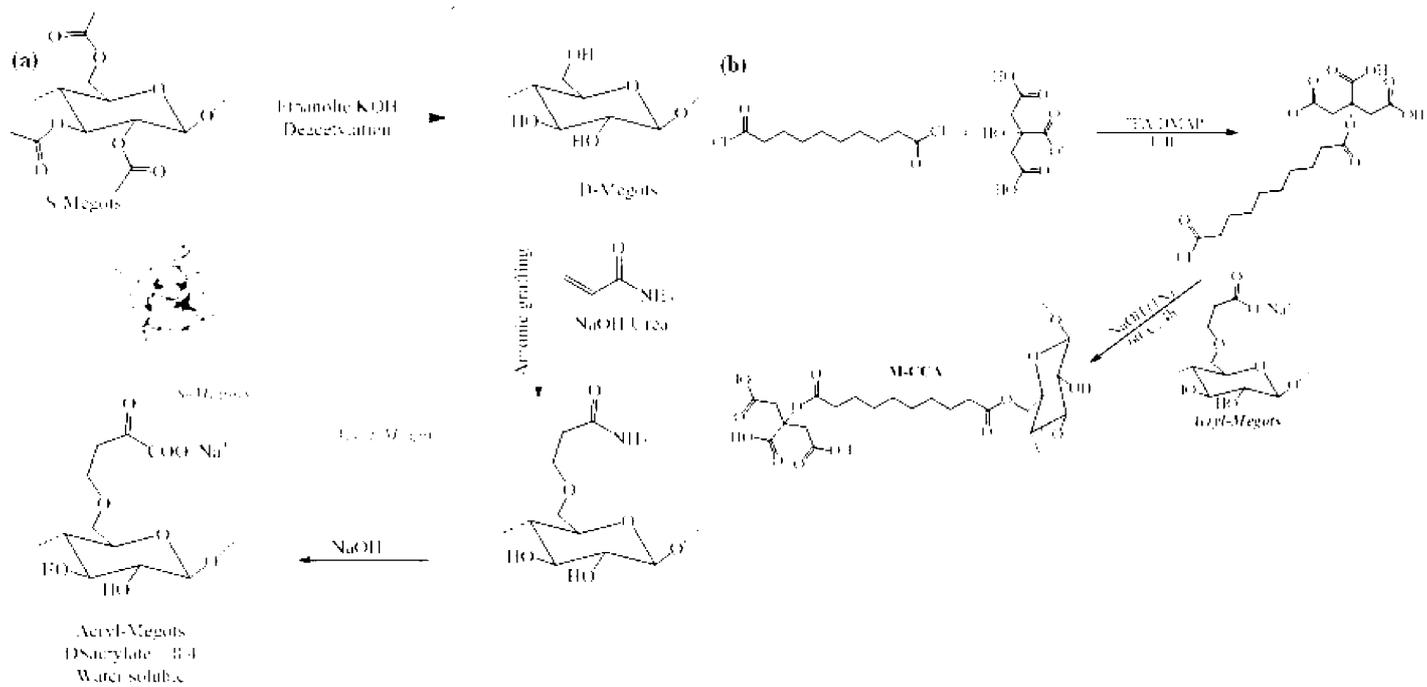


Figure-2-

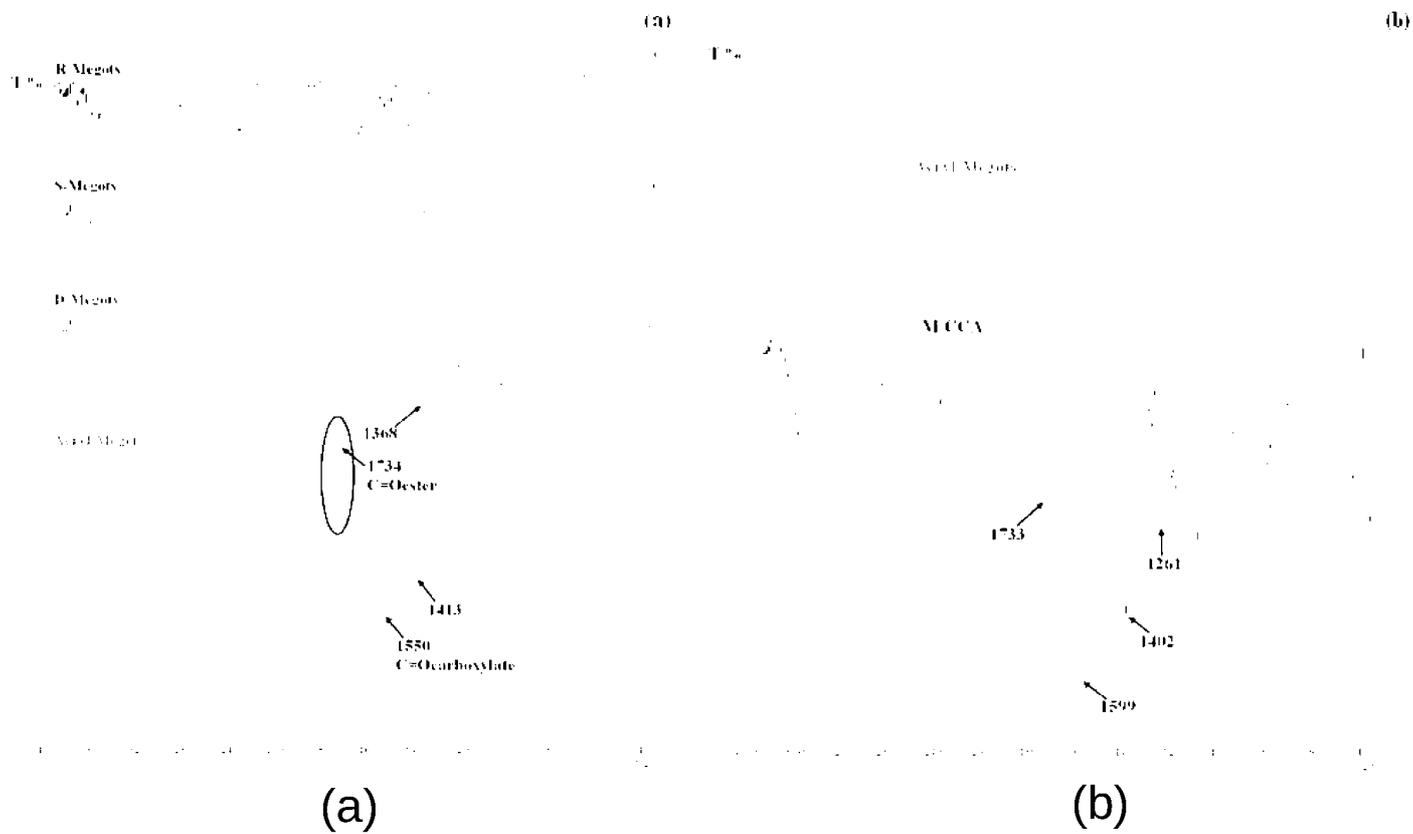


Figure-3-

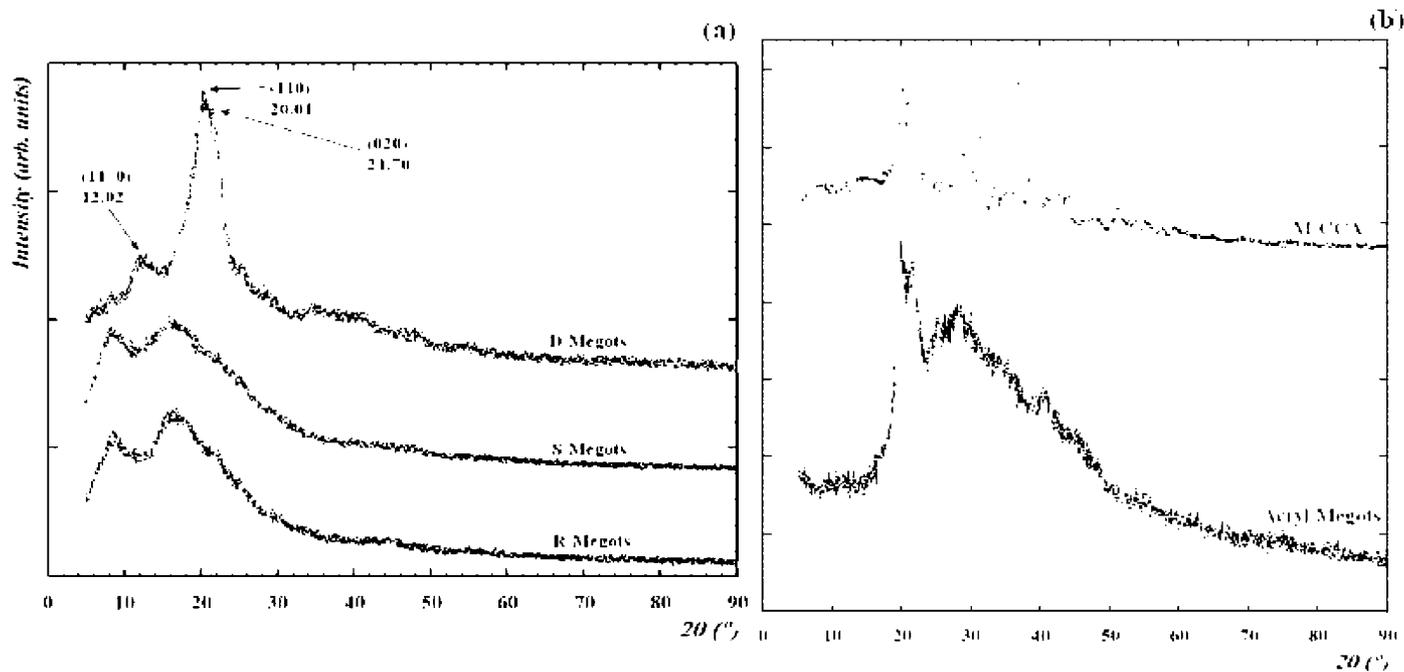


Figure-4-

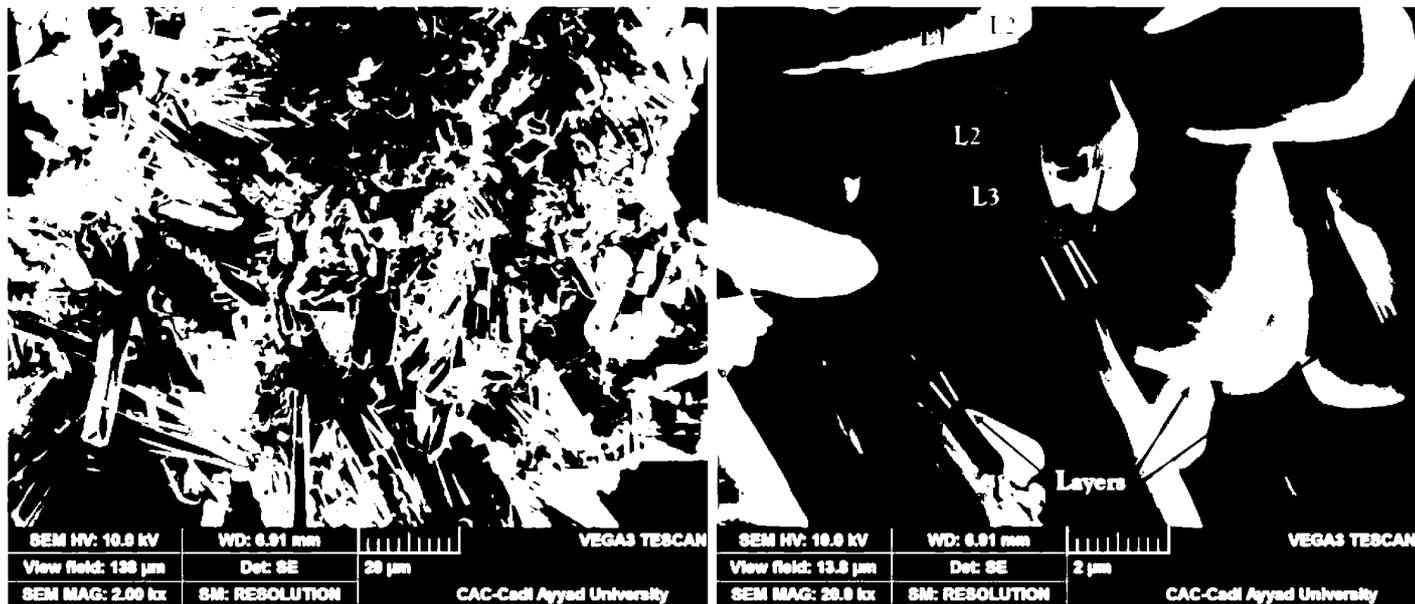


Figure-5a-

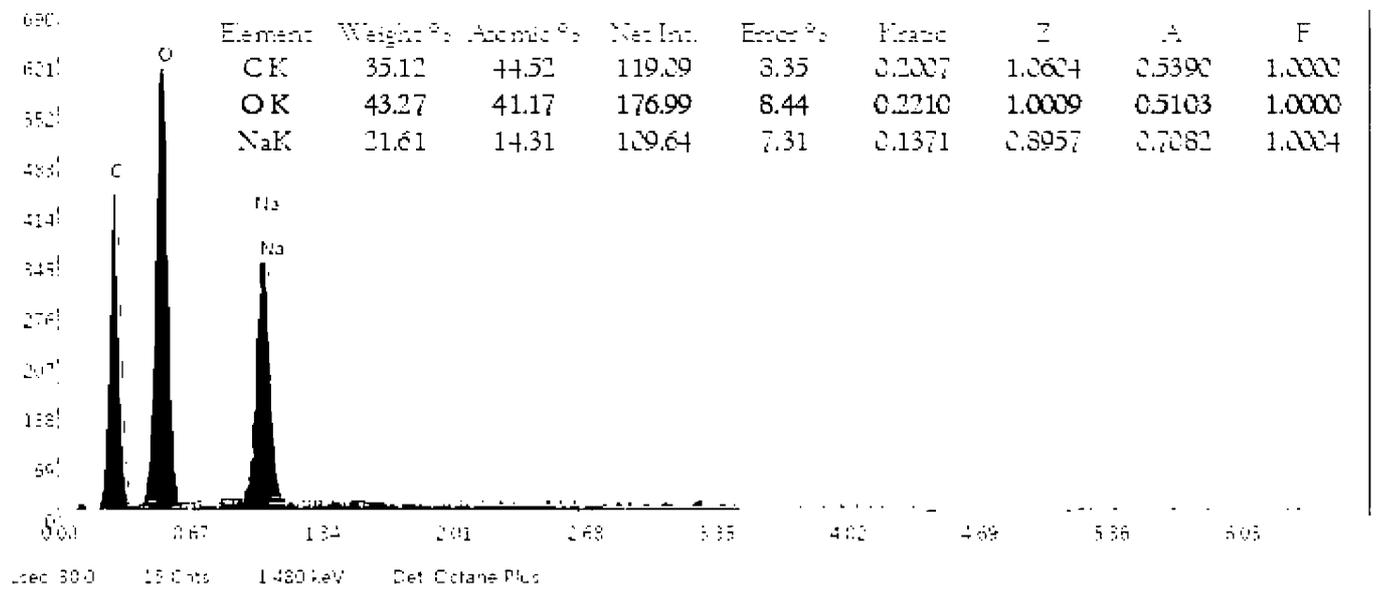
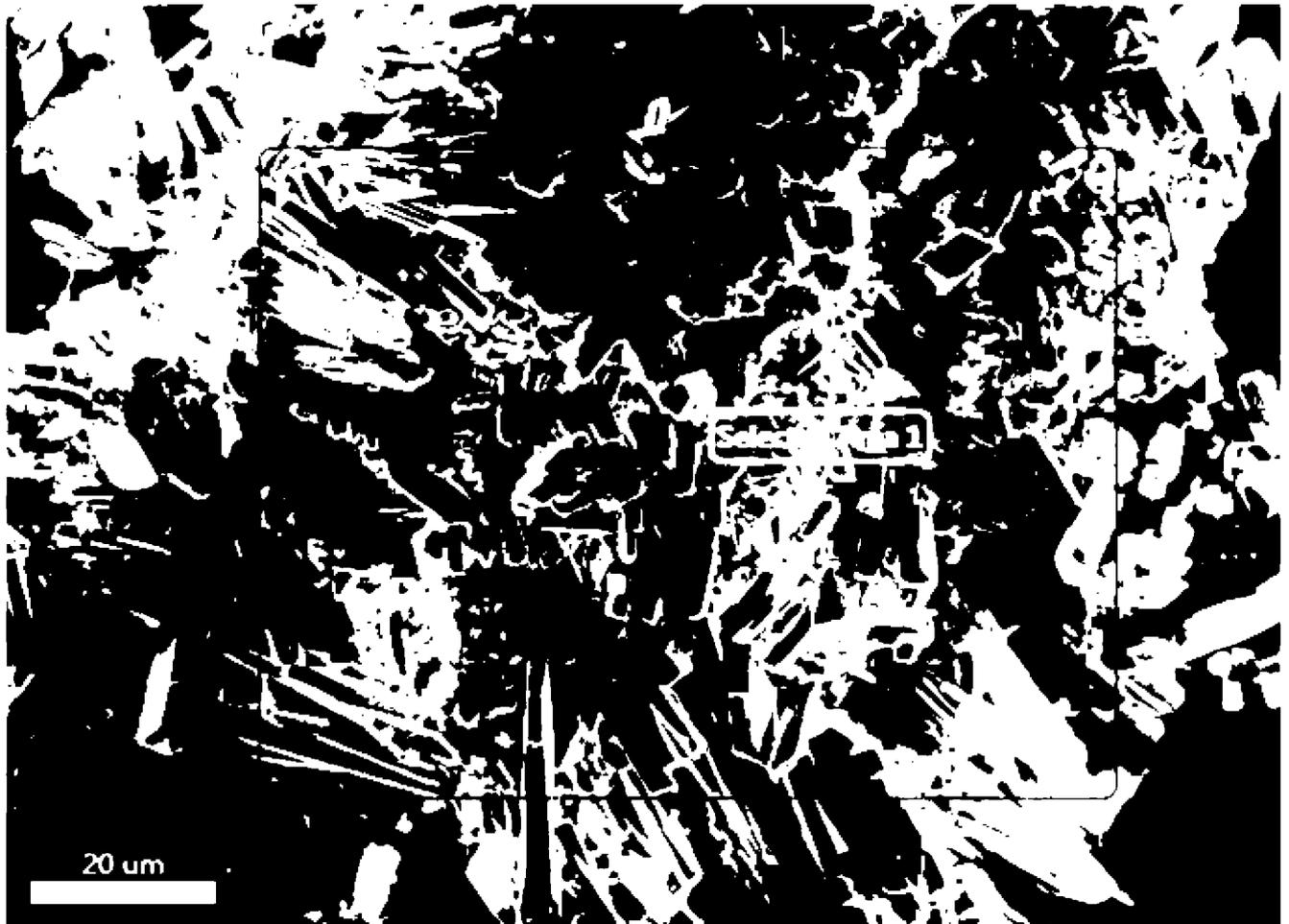


Figure-5b-

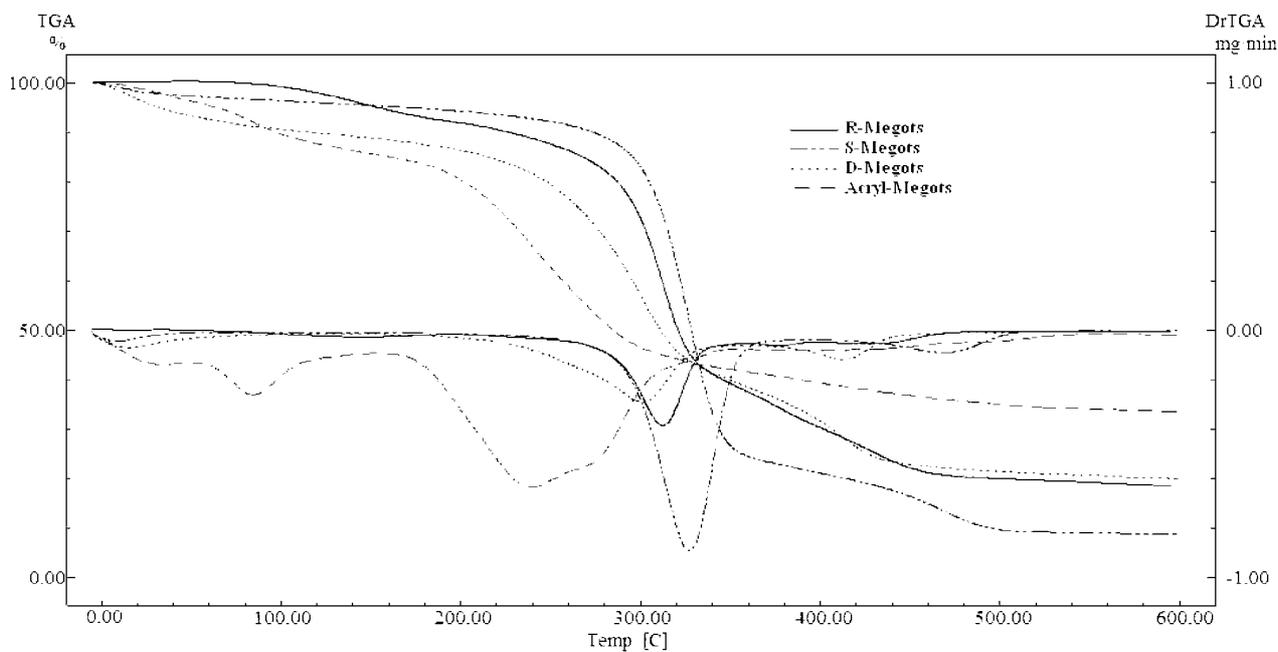


Figure-6-

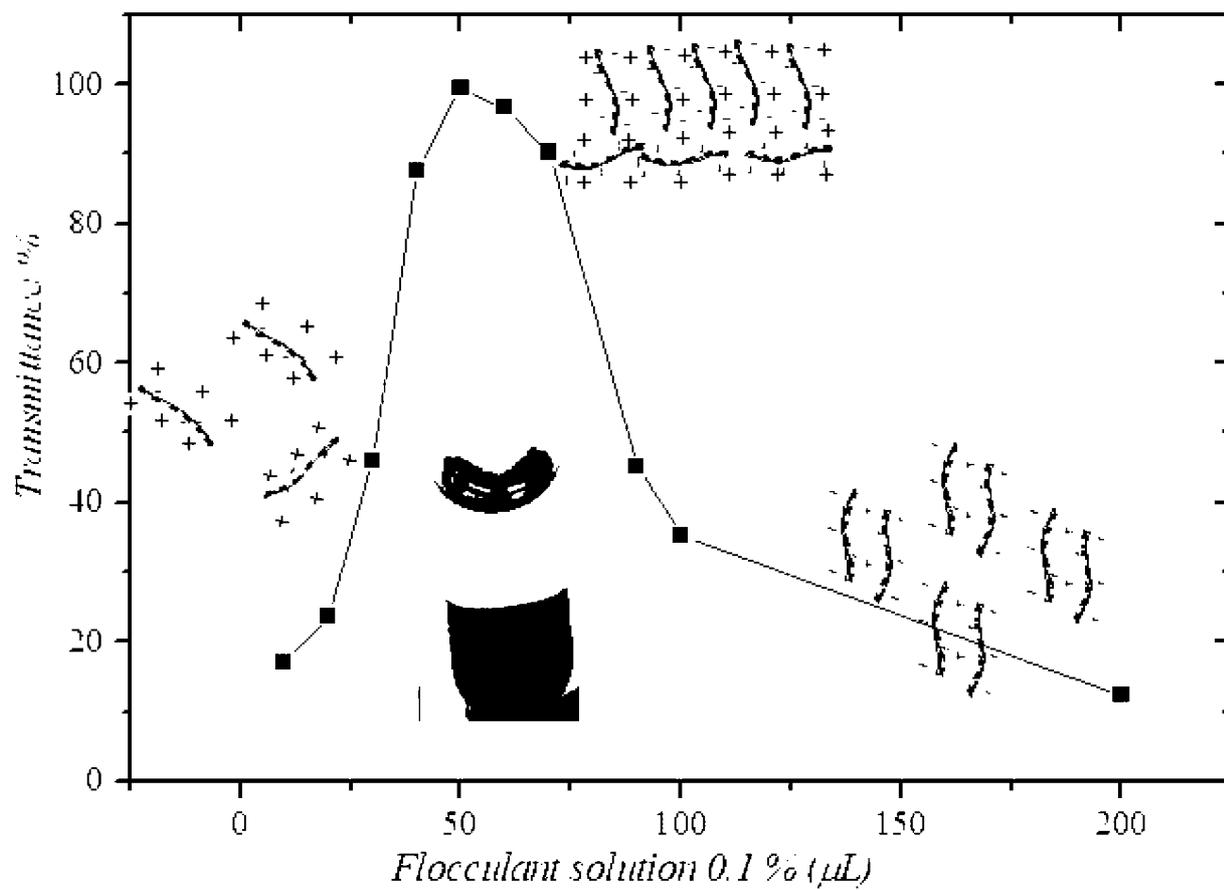


Figure-7-

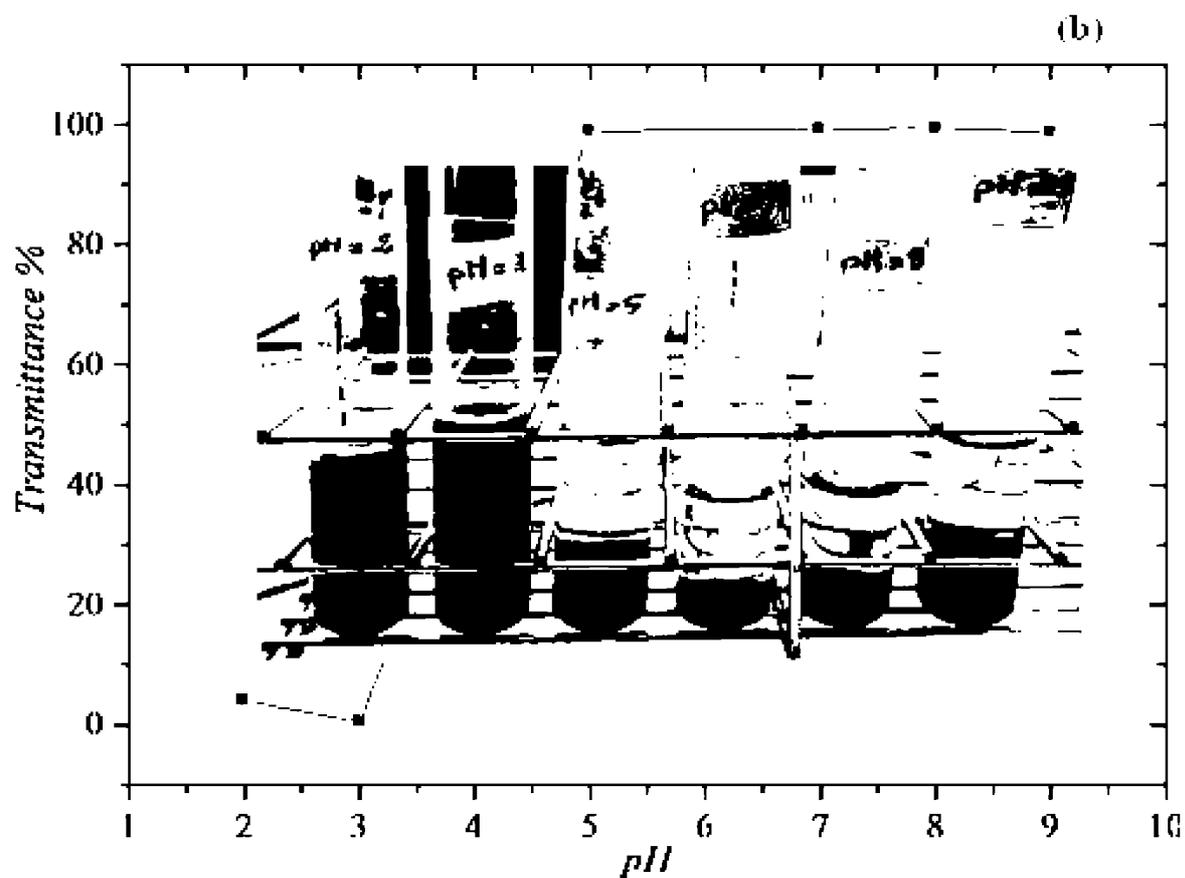
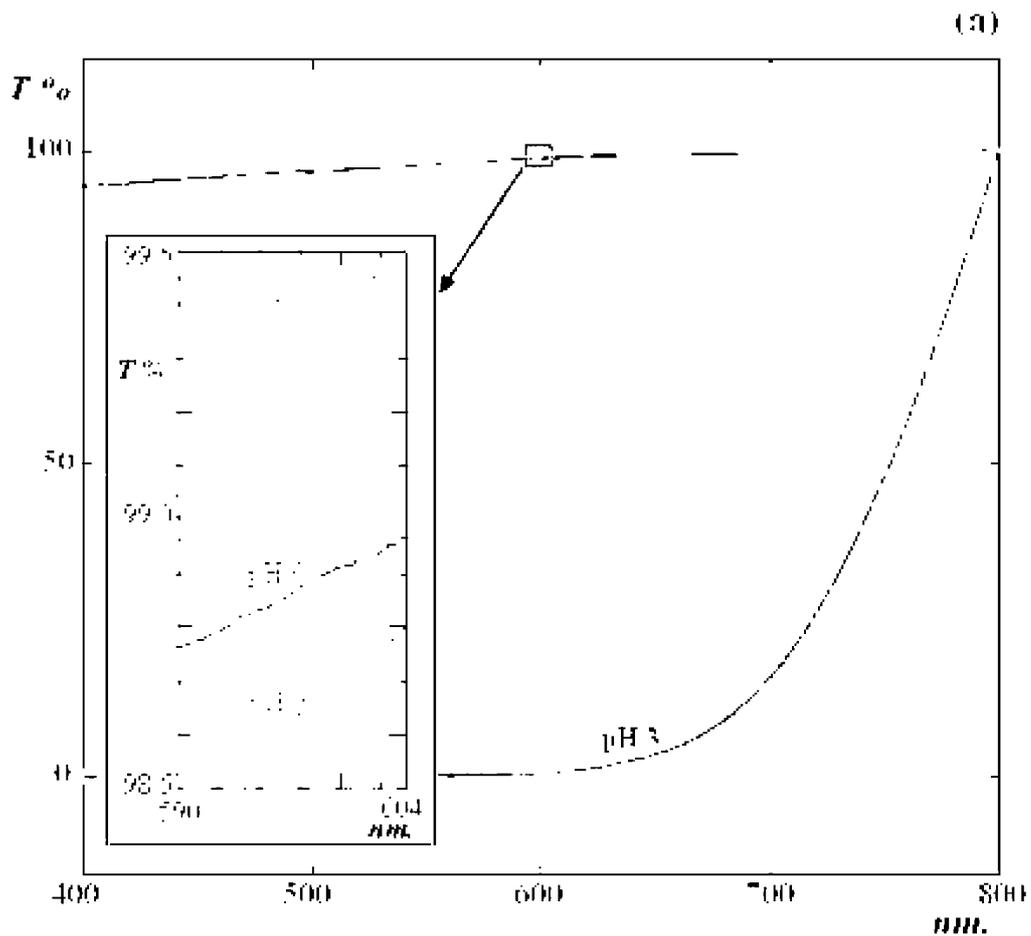


Figure-8-

**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 : 59018	Date de dépôt : 30/12/2022
Déposant : Université Abdelmalek Essaâdi	
Intitulé de l'invention : Méthode d'extraction de la cellulose des mégots de cigarettes pour le développement de flocculants anioniques.	
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.	
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.	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur: Abdelfettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 14/04/2023
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
5 Pages
- Revendications
1-3
- Planches de dessin
6 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C08B1/00, C08B15/00

CPC : C08B1/00, C08B15/00

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
A	« Process development for cigarette butts recycling into cellulose pulp » Maria Betânia d'Henri Teixeira a et AL a Laboratório de Materiais e Combustíveis, Instituto de Química, Universidade de Brasília, Cx. Postal 04478, CEP 70904-970 Brasília/DF, Brazil b Laboratório de Materiais Expressivos, Instituto de Artes, Universidade de Brasília, CEP 70904-970 Brasília/DF, Brazil	1-3
A	FR3066128A1 (B1) • 2018-11-16 • MEGO! [FR]	1-3

***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 4 : Remarques de forme et de clarté***- Remarques de clarté*

Il semble que l'objet de la revendication 1 se rapporte à un seul mode de réalisation de l'invention (un exemple) au lieu de définir l'invention d'une manière plus large qui protège plusieurs modes de réalisations. Le demandeur est invité à rédiger la revendication 1 d'une manière plus large tout en prenant en compte la demande telle que déposée et l'état de la technique disponible.

L'objet de la revendication 3 n'est pas conforme à l'article 35 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13. Il semble que la revendication concerne une utilisation de la cellulose extraite comme floculant pour le traitement de l'eau. Le demandeur est invité à rédiger la revendication 3 dans la catégorie d'utilisation.

Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-3 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 : Process development for cigarette butts recycling into cellulose pulp

D2 : FR3066128A1

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-3. Par conséquent, l'objet des revendications 1-3 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 D1, considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue une méthode d'extraction de la cellulose à partir de mégots de cigarette comprenant la fourniture d'un mélange réactionnel à base de mégots, de l'eau et la NAOH, et de l'acide acétique dans un réacteur de mise en pâte.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 au moins par :

- L'étape de déacetylation alcoolique par KOH/Ethanol ;
- L'ajout d'une quantité d'acide citrique dissout dans THF, TEA, DMAP ;

Le problème technique objectif est la fourniture d'une méthode alternative d'extraction de la cellulose à partir de mégots de cigarette.

L'homme du métier ne trouve aucune incitation dans D1 et/ou D2 seuls ou combinés, lui permettant de prévoir l'étape de de déacetylation alcoolique par KOH/Ethanol, ni l'étape de l'ajout d'une quantité d'acide citrique dissout dans THF, TEA, DMAP, dans le procédé de D1 pour arriver à l'objet de la revendication 1 sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet des revendications 1-3 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.