

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 60143 A1**
- (51) Cl. internationale : **C08B 37/08; C08B 37/003;
C08L 5/08**
- (43) Date de publication : **31.10.2024**
-
- (21) N° Dépôt : **60143**
- (22) Date de Dépôt : **11.04.2023**
- (71) Demandeur(s) : **Université Sidi Mohammed Ben Abdellah, Route d'Immouzer BP 2626, 30000 FES (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **EL KNIDRI Hakima ; IBAGHLIN Hanane ; BELAABED Raja ; ELALAMI Souad ; LAHSINI Ahmed ; ADDAOU Abdellah ; LAAJEB Ali**
- (74) Mandataire : **IBNSOUDA Saad**
-
- (54) Titre : **Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes à partir des carapaces des crustacés**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un nouveau procédé d'extraction de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes, à partir des carapaces des crustacés comme matière première, en utilisant une hydrolyse acide lors de la déminéralisation pour éliminer les carbonates de calcium et un traitement basique pour solubiliser les protéines, la désacétylation de la chitine ainsi obtenue est effectuée en utilisant une solution basique concentrée à des températures élevées.

Titre : Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes à partir des carapaces des crustacés.

Abrégé

L'invention concerne un nouveau procédé d'extraction de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes, à partir des carapaces des crustacés comme matière première, en utilisant une hydrolyse acide lors de la déminéralisation pour éliminer les carbonates de calcium et un traitement basique pour solubiliser les protéines, la désacétylation de la chitine ainsi obtenue est effectuée en utilisant une solution basique concentrée à des températures élevées.

Titre : Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes à partir des carapaces des crustacés.

Description

▪ Domaine technique

La présente invention concerne le domaine de production de la chitine et du chitosane à partir des carapaces des crustacés.

▪ Description de l'état de la technique

Le brevet CN110467690A expose un procédé de préparation de chitosane hydrosoluble de faible poids moléculaire par dégradations sous micro-ondes. La poudre du chitosane est mélangée avec une solution d'acide chlorhydrique ayant une concentration de 25 % à 37 % ; puis le matériau mélangé est placé sous irradiation micro-onde pendant un temps allant de 3 à 15 minutes. A la fin le chitosane de bas poids moléculaire et hydrosoluble est obtenu après séchage sous pression réduite.

L'invention CN102702386A décrit un procédé de dégradation du chitosane par le peroxyde d'hydrogène sous irradiation microondes, le chitosane de haut poids moléculaire est dissout dans un acide dilué pour obtenir une solution de chitosane ; à laquelle est ajouté du peroxyde d'hydrogène avec une quantité de 0,01 % à 1 % de la solution de chitosane, le mélange est chauffé à 40-90°C pendant 5-180min, le chitosane obtenu à la fin a un poids moléculaire compris entre 500-100000Da.

Le brevet CN103073600A expose un procédé de préparation d'un oligosaccharide de chitosane soluble dans l'eau, le chitosane de poids moléculaire élevé est trempée dans de l'eau pure pendant 6 à 12 heures, puis placée dans un générateur de micro-ondes pendant un temps allant de 5 à 180 min avec une température de 50 à 150°C, la dégradation du polymère sous micro-ondes est effectué en continu en présence de peroxyde d'hydrogène avec un rapport volumique e 1 : 2 ~ 1 : 3,5. Le produit obtenu à la fin est un chitosane à faible poids moléculaire.

Le brevet FR2701029A1 décrit un procédé pour l'obtention de la chitine et/ou de chitosane, à partir des exosquelettes de crustacés ou des endosquelettes de céphalopodes, en utilisant un alcool gras, comme agent de surface, dans la phase de déminéralisation, par pulvérisation ou vaporisation à la surface du bain de traitement de déminéralisation.

L'invention EP1412391A1 expose un procédé de préparation de chitosane, le procédé comprend le gonflement de la chitine particulaire avec une solution alcaline aqueuse pendant une période d'au moins 36 heures, puis la réaction de la chitine particulaire gonflée résultante avec une solution d'hydroxyde de sodium NaOH à 18 M à une température élevée, en suite la chitine particulaire gonflée est désacétylée à une température entre 45 à 120°C.

H. EL Knidri et al. ont décrit une nouvelle méthode écologique et rapide pour l'extraction de la chitine et du chitosane assisté par microondes à partir des déchets de crevettes, ils ont étudié aussi l'effet des paramètres de l'extraction sur le degré de désacétylation et sur le poids moléculaire du chitosane. Un traitement acide a été utilisé pour éliminer la partie minérale en utilisant l'acide chlorhydrique avec une concentration entre 1 à 3 M, un traitement basique par l'hydroxyde de sodium avec une concentration massique entre 2 à 8 % a été utilisé pendant la déprotéinisation et finalement la chitine obtenue a été désacétylée en utilisant la soude avec une concentration allant de 20 à 50 %. Le chauffage conventionnel a été remplacé par chauffage sous microondes avec une puissance entre 90 à 650 W. Cette méthode écologique a permis de réduire considérablement le temps d'extraction du chitosane à quelques minutes contrairement à la méthode conventionnelle qui nécessite plusieurs heures (El Knidri et al., 2016)(El Knidri et al., 2019).

▪ Exposé de l'invention

La découverte de la chitine et du chitosane date du 18^{ème} siècle, mais ce n'est que dans les années 1970 que ces deux biopolymères ont suscité un réel intérêt (MUZZARELLI, 1977; ROBERTS, 1992). La chitine et le chitosane sont des produits des transformations successives des carapaces des crustacés provenant des déchets des industries de transformation maritimes. Actuellement, il est connu que la chitine et le chitosane, sont des sources renouvelables que l'on peut trouver en abondance dans la nature.

Le chitosane est un polysaccharide linéaire formé d'unités de D-glucosamines liées entre elles par des liaisons glycosidiques et de N-acétyl-D-glucosamine. Le chitosane est obtenu par N-désacétylation de la chitine, qui est le deuxième composant plus abondant dans la nature après la cellulose. Elle est présente principalement dans les coquilles de mollusques, dans les cuticules des insectes et dans l'exosquelette des crustacés. La chitine se trouve également dans la paroi de la plupart des champignons et dans certaines algues chlorophycées, elle est présente aussi dans certaines levures et bactéries et joue un rôle important dans le maintien de la rigidité des cellules. Bien que les sources de la chitine soient très nombreuses, elle est essentiellement produite à partir des carapaces de crevettes.

La chitine et le chitosane ne se différencient que par la fraction molaire d'unités N-acétyl-glucosamine le long de la chaîne moléculaire. Le chitosane est caractérisé par son degré de désacétylation, sa viscosité et son poids moléculaire. Le degré de désacétylation est un paramètre très important car il affecte toutes les propriétés physico-chimiques du chitosane à savoir le poids moléculaire, la viscosité, la solubilité, etc.

Le chitosane est un biopolymères non toxique, biodégradable et biocompatible, soluble dans les acides organiques dilués. En milieu acide dilué, le chitosane se comporte comme un polycationique de forte

densité de charge, en raison de la protonation des groupements $-NH_2$. Le chitosane a donc des propriétés chimiques et biologiques utilisables dans de nombreuses applications industrielles, médicales et environnementales. Plusieurs études ont montré que le chitosane peut être utilisé dans le traitement des eaux usées comme coagulant/floculant cationique naturel et pour l'élimination des métaux lourds.

La production du chitosane comprend trois étapes principales : la déminéralisation, la déprotéinisation et la désacétylation, une étape de prétraitement de la matière première est indispensable pour réduire les risques de la dégradation de la chitine.

La déminéralisation est effectuée par une hydrolyse acide pour éliminer les minéraux, principalement les carbonates de calcium, qui passent en solution sous forme de sels. Les acides les plus utilisés à l'échelle industrielle pour la déminéralisation sont l'acide chlorhydrique, l'acide acétique, l'acide sulfurique ou encore l'acide éthylène-diaminetétraacétique. Pour des raisons économiques, l'acide chlorhydrique est souvent utilisé.

La déprotéinisation est effectuée par un traitement basique pour éliminer les protéines. La structure des exosquelettes des crustacés présente une forte interaction entre les protéines et la chitine. Ceci implique des conditions drastiques pour les séparer. Un traitement basique permet d'éliminer les protéines par solubilisation en utilisant des bases fortes comme l'hydroxyde de potassium et l'hydroxyde de sodium.

Le chitosane est produit par une désacétylation de la chitine obtenu après les deux premières étapes conduisant à un produit final soluble en milieu acide dilué. La désacétylation est généralement effectuée par un traitement à la soude ou à la potasse concentrée à des températures élevées, pendant une longue durée pour enlever certains ou tous les groupements acétyle de la chitine. Plusieurs facteurs peuvent affecter le rendement de la désacétylation comme la température, la concentration de la soude ou de potasse, la durée du traitement, l'atmosphère (air ou azote), la quantité de la chitine par rapport à la solution alcaline, la taille des particules, etc.

La prolongation de la durée du traitement, une température et une solution acide trop élevée conduisent à l'hydrolyse des liaisons glycosidiques et par conséquent à la dépolymérisation de la chaîne de la chitine.

Le principal inconvénient de l'extraction chimique de la chitine et du chitosane reste cependant son impact énergétique et environnemental dû à l'utilisation extensive de solutions acides et basiques concentrées, nécessitant davantage de neutralisation et d'élimination, et des températures et des durées de traitement élevées.

La présente invention concerne un nouveau procédé écologique de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiations micro-ondes à partir des carapaces des crustacés comme matière première selon les étapes suivantes :

- Prétraitement de la matière première
- Déminéralisation
- Déprotéinisation
- Désacétylation

▪ **Brève description des figures**

La figure 1 présente les spectres infrarouges de la chitine (A) et du chitosane (B).

La figure 2 présente les diffractogrammes des rayons X de la chitine (A) et du chitosane (B).

La figure 3 présente les micrographies MEB de la chitine (A) et du chitosane (B).

▪ **Description détaillée de l'invention**

La présente invention concerne un nouveau procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiations micro-ondes selon les étapes suivantes : une étape de déminéralisation pour éliminer les carbonates de calcium, une étape de déprotéinisation pour solubiliser les protéines et finalement une étape de désacétylation de la chitine obtenu après les deux premières étapes. Une étape de prétraitement de la matière première est nécessaire pour éliminer toutes sortes d'impuretés.

Selon l'invention, les étapes de déminéralisation, déprotéinisation et désacétylation dudit procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, ont été initiée dans un bain à ultrason puis complétée sous irradiation micro-ondes.

L'étape de la déminéralisation a été effectuée par hydrolyse acide, pour éliminer les carbonates de calcium, en utilisant une solution d'acide chlorhydrique HCl avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10. La déminéralisation a été initiée dans un bain à ultrason avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 20 à 40 min.

Après avoir initiée dans un bain à ultrasons, la déminéralisation a été complétée sous irradiation micro-ondes en utilisant une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps de contact allant de 5 à 10 min.

Après déminéralisation, le mélange réactionnel a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve.

Selon l'invention, l'étape de la déprotéinisation a été effectuée par un traitement basique dans le but d'éliminer les protéines en utilisant une solution d'hydroxyde de sodium NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse de 5 % et un rapport solide/liquide d'environ 1/10.

L'élimination des protéines a été initiée dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 20 à 40 min, ensuite la déprotéinisation a été complétée sous irradiation micro-ondes en utilisant une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps de contact allant de 5 à 10 min.

Après déprotéinisation, le mélange réactionnel a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve.

Le produit obtenu après les étapes de déminéralisation et de déprotéinisation est désigné par chitine pure. La chitine produite selon la présente invention sera désacétylée pour produire du chitosane.

Selon l'invention, le nouveau procédé de production du chitosane, utilise une désacétylation assistée par ultrasons et sous irradiation microondes en utilisant une solution d'hydroxyde de sodium NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse de 50 % et un rapport solide/liquide entre 1/10 et 1/20.

L'étape de la désacétylation a été initiée dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 20 à 40 min, suivie d'une réaction sous irradiation micro-ondes en utilisant une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps de contact allant de 5 à 20 min. Après désacétylation le mélange réactionnel a été filtré, lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve et le produit ainsi obtenu est désigné par chitosane.

Exemple : Production de la chitine et/ou du chitosane selon le procédé objet de la présente invention à partir des carapaces de crevettes.

Nouveau procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiations micro-ondes à partir des carapaces des crevettes comme matière première selon les étapes suivantes : déminéralisation, déprotéinisation et désacétylation

La déminéralisation a été effectuée par l'acide chlorhydrique HCl avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10, elle a été initiée dans un bain à ultrason avec une fréquence de 50/60 Hz pendant 30 min, puis sous irradiation micro-ondes à une puissance de 600 W pendant 10 min. Après solubilisation des carbonates de calcium, le mélange réactionnel a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve.

Les protéines ont été éliminées en utilisant une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration en masse de 5 % et un rapport solide/liquide d'environ 1/10. La déprotéinisation a été initiée dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant 30 min, puis complétée sous irradiation micro-ondes à une puissance de 600 W pendant 10 min, en suite, le mélange réactionnel a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à neutralité puis séché dans une étuve. Le produit obtenu après ces deux étapes est désigné par chitine pure.

Le chitosane a été obtenu par désacétylation assistée par ultrasons et sous irradiation microondes, de la chitine ainsi obtenue, en utilisant une solution d'hydroxyde de sodium NaOH avec une concentration en masse de 50 % et un rapport solide/liquide de 1/10. La désacétylation a été activée dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant 30 min, suivie d'une réaction sous irradiation micro-ondes à une puissance de 600 W, pendant 15 min. Après désacétylation le mélange réactionnel a été filtré, lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve et le produit ainsi obtenu est désigné par chitosane.

Les produits obtenus suite au procédé objet de la présente invention ont été caractérisés par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF, Diffraction aux Rayons X et Microscopie Électronique à Balayage MEB.

La figure 1 présente les spectres infrarouges de la chitine (A) et du chitosane (B) obtenus par ce nouveau procédé, les bandes d'absorption infrarouge caractéristiques des groupements spécifiques de la chitine sont les suivantes : larges bandes d'absorption vers 3445 cm^{-1} à 3251 cm^{-1} , qui correspondent aux vibrations de valence des groupements OH de la chitine et les bandes caractéristiques de l'amide I de la chitine à 1659 cm^{-1} et 1623 cm^{-1} . Les bandes observées vers 2920 cm^{-1} et 2873 cm^{-1} correspondent à l'étirement des liaisons CH des groupements CH₃ et CH₂ de la chitine.

D'après le spectre infrarouge du chitosane, toutes les bandes caractéristiques du chitosane sont présentes, les bandes aux environs de 1653 cm^{-1} , 1567 cm^{-1} et 1320 cm^{-1} sont attribuées aux groupements amides I, II et III, respectivement. Tandis que les bandes vers 3355 cm^{-1} et 3303 cm^{-1} indiquent les vibrations des groupements hydroxyles, alors que la bande vers 2873 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation symétrique ou asymétrique du groupement CH.

Les diffractogrammes des rayons X de la chitine (A) et du chitosane (B) obtenus sont représenté dans la figure 2. La chitine obtenue présente deux pics vers $2\theta \approx 9,2^\circ$ et $2\theta \approx 19,2^\circ$, considérés, selon la bibliographie comme des pics caractéristiques de la chitine. D'autres pics de diffraction vers $12,6^\circ$; $23,2^\circ$ et $26,2^\circ$ sont observés, ce sont les pics typiques de la α -chitine.

Le diffractogramme du chitosane montre la présence des pics caractéristiques de ce dernier, ce sont les pics vers $2\theta \approx 9,8^\circ$ et $2\theta \approx 20,3^\circ$. Généralement, les diffractogrammes obtenus sont en bon accord avec ceux présentés par les autres chercheurs dans la bibliographie.

La morphologie de la chitine et du chitosane produits par ce nouveau procédé a été étudiée à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Les micrographies obtenues avec différents grossissements pour la chitine (A) et le chitosane (B) sont illustrées dans la figure 3. En effet, les micrographies présentent une morphologie formée de plusieurs feuilles unies, plus au moins uniformes et de dimension de l'ordre de quelques micromètres, tandis que celles du chitosane présentent une morphologie sous forme de couches de flocons. La caractérisation de la chitine et du chitosane ainsi obtenus montre que ce nouveau procédé de production est très efficace et écologique pour produire de la chitine et du chitosane de bonne qualité.

- **Application industrielle**

Le procédé objet de la présente invention peut être appliqué pour la préparation de la chitine et du chitosane.

Revendications

1. Nouveau procédé de production de la chitine et/ou du chitosane caractérisé en ce qu'il est assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes, à partir des carapaces des crustacés, selon les étapes suivantes :
 - a. Prétraitement de la matière première ;
 - b. Déminéralisation ;
 - c. Déprotéinisation ; et
 - d. Désacétylation.
2. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon les revendications 1, caractérisé en ce que les étapes de déminéralisation, déprotéinisation et désacétylation ont été initiées dans un bain à ultrason puis complétées sous irradiation micro-ondes.
3. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon la revendication 1 et 2, caractérisé en ce que la déminéralisation est effectuée par hydrolyse acide en utilisant une solution d'acide chlorhydrique HCl avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10.
4. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon les revendications précédentes, caractérisé en ce que la déminéralisation est initiée dans un bain à ultrason avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 20 à 40 min, puis complétée sous irradiation micro-ondes avec une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps allant de 5 à 10 min.
5. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la déprotéinisation est effectuée par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse de 5 % et un rapport solide/liquide d'environ 1/10.
6. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon l'une quelconque des revendications, caractérisé en ce que la déprotéinisation est initiée dans un bain à ultrason avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 20 à 40 min.
7. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon l'une quelconque des revendications, caractérisé en ce que la déprotéinisation est complétée sous irradiation micro-ondes en utilisant une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps de contact allant de 5 à 10 min.
8. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon les revendications 1, 2, caractérisé en ce que la désacétylation est effectuée par une solution d'hydroxyde de sodium

NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse de 50 % et un rapport solide/liquide entre 1/10 et 1/20.

9. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon les revendications 1, 2, et 8, caractérisé en ce que la désacétylation est initiée dans un bain à ultrason avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps de contact allant de 20 à 40 min.
10. Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane, selon l'une quelconque des revendications, caractérisé en ce que la désacétylation est achevée sous irradiation micro-ondes en utilisant une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps de contact allant de 5 à 20 min.

Dessins

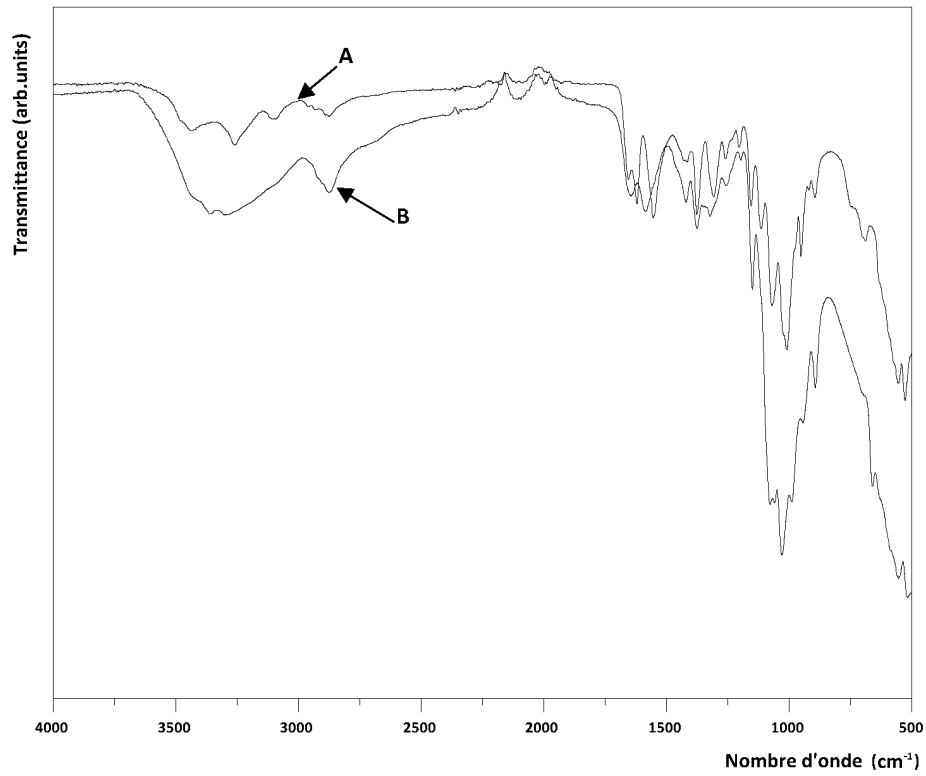


Figure 1 : Spectres infrarouges de la chitine (A) et du chitosane (B)

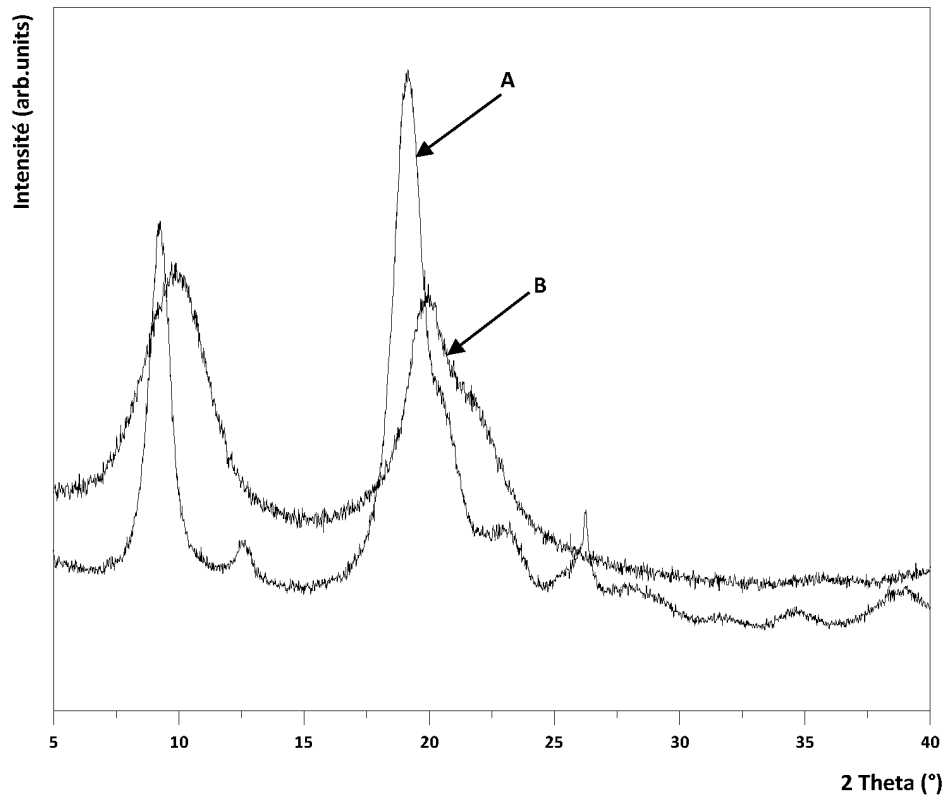


Figure 2 : Diffractogrammes des rayons X de la chitine (A) et du chitosane (B)

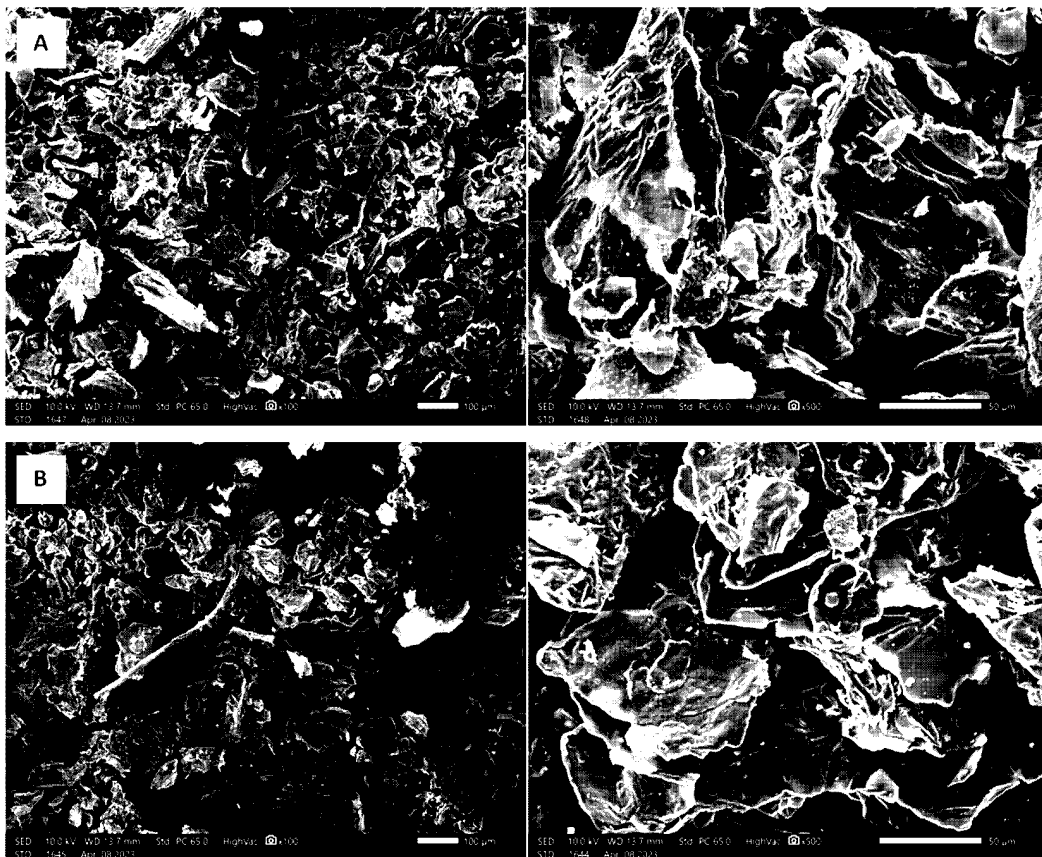


Figure 3 : Micrographies MEB de la chitine (A) et du chitosane (B)

**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 : 60143	Date de dépôt : 11/04/2023
Déposant : Université Sidi Mohammed Ben Abdellah	
Intitulé de l'invention : Procédé de production de la chitine et/ou du chitosane assisté par ultrasons et sous irradiation micro-ondes à partir des carapaces des crustacés	
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 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 : Meslohi Hicham	Date d'établissement du rapport : 10/05/2023
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
7 Pages
- Revendications
10
- Planches de dessin
2 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C08B37/08, C08L 5/08

CPC : C08B37/003

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	WO2009117499 A1, AGRATECH INTERNATIONAL INC et al, 24/09/2009	1-10
A	BR102019020892 A2, GALBA MARIA DE CAMPOS TAKAKI et al, 20/04/2021	1-10

***Catégories spéciales de documents cités :**

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

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

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

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

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

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

Nouveauté	Revendications 1-10	Oui
	Revendications Aucune	Non
Activité inventive	Revendications 1-10	Oui
	Revendications Aucune	Non
Application Industrielle	Revendications 1-10	Oui
	Revendications Aucune	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 : WO2009117499 A1

1. Nouveauté

Aucun des documents cités ci-dessus ne divulgue l'ensemble des caractéristiques techniques de la revendication 1, d'où l'objet de ladite revendication est nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Par la suite les revendications 2-10 dépendantes sont aussi nouvelles.

2. Activité inventive

Le document D1 qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 décrit un procédé de production du chitosane à partir d'une matière première naturelle contenant de la chitine, telle que les carapaces de crustacés.

Ledit procédé comprend une étape de prétraitement pour éliminer la matière organique (pauvre en chitine), suivi d'une étape de déminéralisation utilisant une solution douce d'acide chlorhydrique et d'une étape de déprotéinisation utilisant une solution douce d'hydroxyde de sodium. L'étape de déprotéinisation est suivie d'une étape de désacétylation pour éliminer le groupe acétyle de la N-acétylglucosamine. Chaque étape est suivie d'une étape de lavage et le produit est séché, de préférence à une température ne dépassant pas 65°C.

La différence entre l'objet de la revendication 1 et le document D1 réside en ce que chaque étape est effectué sous un bain à ultrason puis complétée par une irradiation micro-ondes.

L'effet technique lié à cette différence est que le procédé de production est très efficace pour produire du chitosane de bonne qualité.

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut-être considéré comme la fourniture d'un autre procédé de production de chitosane à partir des carapaces des crustacés.

La solution proposée dans la présente demande implique une activité inventive. En effet, il n'existe pas d'incitations dans le document D1 pour que l'homme du métier puisse arriver à l'objet de la présente revendication sans faire preuve d'inventivité.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-10 dépendent de la première revendication dont l'objet est considéré inventif pour les raisons énoncées ci-dessus. Ainsi, elles satisfont également, en tant que telles, aux exigences de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 concernant l'activité inventive.

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.