

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 61004 A1**
- (51) Cl. internationale : **C08B 37/08; C08B 37/003; C08L 5/08**
- (43) Date de publication : **31.12.2024**
-
- (21) N° Dépôt : **61004**
- (22) Date de Dépôt : **09.06.2023**
- (71) Demandeur(s) : **Université Sidi Mohammed Ben Abdellah, Route d'Immouzer BP 2626, 30000 FES (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **EL KNIDRI Hakima ; BELAABED Raja ; LAHSINI Ahmed ; ADDAOU Abdellah ; LAAJEB Ali**
- (74) Mandataire : **IBNSOUDA Saad**
-
- (54) Titre : **Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation microondes**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première pendant plusieurs heures comme suit : La matière première prétraitée est trempée dans une solution acide pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes, pour éliminer les minéraux, principalement, les carbonates de calcium, ensuite la déprotéinisation et la désacétylation sont effectuées simultanément par trempage de la matière déminéralisée dans une solution basique concentrée pendant plusieurs heures suivi d'un traitement par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes pour obtenir directement du chitosane à haut poids moléculaire.

Titre : Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation microondes.

Abrégé

L'invention concerne un nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première pendant plusieurs heures comme suit : La matière première prétraitée est trempée dans une solution acide pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes, pour éliminer les minéraux, principalement, les carbonates de calcium, ensuite la déprotéinisation et la désacétylation sont effectuées simultanément par trempage de la matière déminéralisée dans une solution basique concentrée pendant plusieurs heures suivi d'un traitement par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes pour obtenir directement du chitosane à haut poids moléculaire.

Titre : Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation microondes.

Description

▪ Domaine technique

La présente invention concerne le domaine de la production de la chitine et du chitosane, plus précisément un procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire.

▪ Description de l'état de la technique

L'invention WO2005019272A1 décrit un procédé de production du chitosane de haut poids moléculaire totalement désacétylée. Ledit procédé comprend une ou plusieurs étapes de cuisson d'une suspension de chitine et/ou du chitosane dans une solution de soude concentrée, à des températures vers 100°C, avec un temps compris entre 20 et 30 min, la cuisson a été réalisée en utilisant un réacteur inerte à pression réduite, chaque étape de cuisson a été précédée par une succession d'au moins six cycles de gel-dégel, chacun de ces cycles comprenant les étapes suivantes : immersion du réacteur dans un milieu réfrigérant jusqu'à congélation complète du milieu réactionnel; dégazage du réacteur de façon à obtenir à l'intérieur une pression inférieure à celle atmosphérique et finalement chauffage du réacteur jusqu'à décongélation complète de la suspension. Le chitosane ainsi obtenu est caractérisée par un poids moléculaire important.

Le brevet CA3145855A1 décrit un procédé de production du chitosane à poids moléculaire élevé comprenant le broyage de la chitine et d'un réactif pour produire un mélange chitine/réactif ; et le vieillissement dudit mélange chitine/réactif pour produire un chitosane de poids moléculaire élevé. Le réactif utilisé est une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) avec un rapport chitine sur NaOH est compris entre 1:3 et 1:5 et le vieillissement du mélange chitine/réactif a été effectué dans une chambre humide à une température d'environ 20 à 100 °C pendant une durée entre 3 à 6 jours.

Le brevet WO2019043740A2 décrit un procédé de préparation de chitosane de haut poids moléculaire soluble dans l'eau. Le procédé comprend l'introduction d'un mélange de chitosane (poids moléculaire entre 100 kDa et 600 kDa et degré d'acétylation supérieur à 50%), d'alcool alkylique (éthanol), d'eau et d'acide chlorhydrique dans un récipient de fluide supercritique, le chauffage du mélange dans le récipient de fluide supercritique à une température élevée, l'incubation du mélange à une pression supercritique, le refroidissement du mélange dans le récipient à température ambiante et finalement le recueil d'une poudre comprenant du chitosane de haut poids moléculaire soluble dans l'eau à partir du récipient à fluide supercritique.

L'invention CN100560607C concerne un procédé de préparation du chitosane à haut degré de désacétylation et à haut poids moléculaire, selon l'invention, la chitine est mélangée avec une solution d'hydroxyde de sodium avec une concentration de 40 à 60 % en poids, la réaction a été effectuée à 100-130 °C pendant 0,5 à 10 heures avec une plage de pression de 0,1 à 0,35 MPa.

▪ Exposé de l'invention

Le chitosane est un polysaccharide linéaire formé d'unités de D-glucosamines et de N-acétyl-D-glucosamine liées entre elles par des liaisons glycosidiques, il est obtenu par désacétylation de la chitine, le deuxième biopolymère le plus abondant dans la nature après la cellulose.

La chitine est présente principalement dans les carapaces des crustacées, l'exosquelette des crevettes et des crabes. Mais, elle est présente aussi dans les coquilles de mollusques et dans les cuticules des insectes. La chitine se trouve également dans la paroi de la plupart des champignons et dans certaines algues chlorophycées, au niveau de l'endosquelette des céphalopodes, ainsi que dans la paroi de certaines levures et bactéries. Le meilleur rendement d'extraction est actuellement observé chez les crustacés, crevettes et crabes, qui en constituent la principale source au niveau de la production industrielle.

Le chitosane présente des propriétés physico-chimiques et biologiques exceptionnelles, propriétés qui sont à la fois variées et complémentaires, c'est un biopolymère non toxique, biodégradable, biocompatible et hémostatique. Le chitosane présente l'avantage de réunir également d'autres propriétés très intéressantes, il agit comme un agent bactériostatique et antifongique, il a une activité antimicrobienne face aux différents groupes de microorganismes et un pouvoir antioxydant très important.

Le chitosane a l'exceptionnelle particularité d'être chargé positivement en milieu acide dilué, il se comporte comme un polycationique de forte densité de charge, en raison de la protonation des groupements amines, ce qui lui permet de réagir avec tous les composés biologiques chargés négativement et de les fixer par liaisons ioniques.

Le chitosane est donc un biopolymère d'une importance exponentielle pour l'industrie et qui a des impacts significatifs sur la recherche et le développement dans plusieurs domaines aussi variés que la chimie et la biologie. Il est utilisé dans plusieurs domaines industrielles comme la médecine et la pharmacie, l'environnement et le traitement des eaux, l'agroalimentaire, l'agriculture, le textile, la cosmétique, etc.

La plupart des techniques d'extraction de la chitine et du chitosane reposent sur des processus chimiques d'élimination des matières minérales et d'hydrolyse des protéines. Pour obtenir du

chitosane, une étape supplémentaire de désacétylation est nécessaire, soit par voie chimique à haute température par une base concentrée ou encore par voie enzymatique avec la chitine désacétylase.

Le processus d'extraction comprend trois étapes principales : la déminéralisation par hydrolyse acide pour éliminer les minéraux, principalement les carbonates de calcium, la déprotéinisation par un traitement basique pour éliminer les protéines et la désacétylation de la chitine obtenu. 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. Une étape de décoloration peut être ajoutée pour éliminer les pigments liés à la chitine en utilisant le plus souvent des agents oxydants.

Le chitosane est caractérisé par son degré de désacétylation DD, son poids moléculaire PM et sa solubilité. Plusieurs facteurs peuvent affecter ces paramètres comme la température du traitement, la concentration de l'acide et de la soude ou de la potasse, la durée du traitement, l'atmosphère, 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.

La présente invention concerne un nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire seulement en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première, pendant plusieurs heures, dans une solution acide dans l'étape de déminéralisation et dans une solution basique dans l'étape de déprotéinisation - désacétylation simultanée, comme suit :

- a. Déminéralisation : La matière première prétraitée est trempée dans une solution acide pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation microondes pendant quelques minutes.
- b. Déprotéinisation et désacétylation simultanée : la matière première déminéralisée est trempée dans une solution basique concentrée pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation microondes pendant quelques minutes pour obtenir directement du chitosane à haut poids moléculaire.

Les avantages du procédé objet de la présente invention c'est qu'il est écologique, rapide, économique et permet d'obtenir un chitosane avec un poids moléculaire élevé dépassant 455 KDa et un degré de désacétylation important de l'ordre de 84%.

▪ **Brève description des figures**

La figure 1 présente le spectre infrarouge du chitosane extrait

La figure 2 présente le diffractogramme des rayons X du chitosane extrait

La figure 3 présente les micrographies MEB du chitosane extrait

▪ **Description détaillée de l'invention**

La présente invention concerne un nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire seulement en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première, pendant plusieurs heures, dans une solution acide dans l'étape de déminéralisation et dans une solution basique dans l'étape de déprotéinisation-désacétylation simultanée, selon les étapes suivantes :

- Etape de déminéralisation : la matière première prétraitée est trempée dans une solution acide pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes.
- Etape de déprotéinisation - désacétylation simultanée : la matière première déminéralisée est trempée dans une solution basique concentrée pendant plusieurs heures ensuite placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes pendant quelques minutes pour obtenir directement du chitosane à haut poids moléculaire.

Selon l'invention, et dans l'étape de déminéralisation, la matière première prétraitée a été trempée dans une solution d'acide chlorhydrique avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10 pendant un temps compris entre 6h et 12h à température ambiante avec ou sans agitation.

Ensuite, le mélange réactionnel, après trempage, est placé dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 10 à 15 min, suivi d'un traitement sous irradiation micro-ondes avec une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps 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.

Les étapes de déprotéinisation et de désacétylation ont été effectuées simultanément par trempage de la matière déminéralisée précédemment dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse allant de 50 % à 60 % et un rapport solide/liquide compris entre 1/10 et 1/20. Dans cette étape, la matière déminéralisée a été trempée pendant une période allant de 6h à 24h à température ambiante avec ou sans agitation. Ensuite, le mélange obtenu a été récupéré et placé dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz

pendant un temps allant de 10 à 15 min, suivi d'un traitement sous irradiation microondes avec une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps allant de 10 à 30 min.

Après cette étape, le mélange réactionnel a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve pendant une nuitée. Le produit ainsi obtenu est désigné par chitosane et le poids moléculaire a été déterminé par viscosimétrie.

Ce procédé de production du chitosane est valable pour tous types de matière première, les carapaces des crustacés, crevettes et/ou crabes, carapaces des homards, cuticules des insectes, champignons ou algues chlorophycées.

Un autre volet de l'invention concerne le chitosane obtenu par le procédé objet de la présente invention. Ledit chitosane possède un poids moléculaire élevé dépassant 455 KDa et un degré de désacétylation important de l'ordre de 84%.

Exemple 1 : Production et caractérisation du chitosane à haut poids moléculaire selon le procédé objet de la présente invention, à partir des carapaces des crevettes.

Nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire seulement en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première, pendant plusieurs heures, dans une solution acide dans l'étape de déminéralisation et dans une solution basique dans l'étape de déprotéinisation-désacétylation simultanée. Les carapaces des crevettes ont été utilisées comme matière première.

Pour la déminéralisation, la matière première prétraitée a été trempée dans une solution d'acide chlorhydrique avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10 pendant 6h à température ambiante avec ou sans agitation.

Ensuite, le mélange est placé dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant 10 min, suivi d'un traitement sous irradiation micro-ondes avec une puissance de 600 W pendant 5 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.

Les étapes de déprotéinisation et de désacétylation ont été effectuées simultanément par trempage de la matière déminéralisée précédemment dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH avec une concentration en masse de 60 % et un rapport solide/liquide de 1/20. Dans cette étape, la matière déminéralisée a été trempée pendant une période de 24h à température ambiante avec ou sans agitation. Ensuite, le mélange obtenu a été récupéré et placé dans un bain à ultrasons avec une

fréquence de 50/60 Hz pendant un temps de 15 min, suivi d'un traitement sous irradiation microondes avec une puissance de 600 W pendant un temps de 20 min.

Après cette étape, le mélange a été filtré et lavé avec de l'eau distillée jusqu'à pH neutre puis séché dans une étuve pendant une nuitée. Le produit ainsi obtenu, désigné par chitosane, est caractérisé par la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier IRTF, la Diffraction aux Rayons X DRX et la Microscopie Electronique à Balayage MEB. Le poids moléculaire a été déterminé par viscosimétrie.

La figure 1 présente le spectre infrarouge du chitosane obtenu par ce nouveau procédé, les bandes d'absorption infrarouge caractéristiques des groupements spécifiques du chitosane sont les suivantes : les bandes d'absorption aux environs de 1643 cm^{-1} , 1587 cm^{-1} et 1322 cm^{-1} qui sont attribuées aux groupements amides I, II et III, respectivement, larges bandes d'absorption vers 3361 cm^{-1} et 3289 cm^{-1} qui indiquent les vibrations des groupements hydroxyles, et la bande d'absorption vers 2879 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation symétrique ou asymétrique du groupement CH.

La spectroscopie infrarouge a été utilisée pour déterminer le degré de désacétylation DD du chitosane, plusieurs bandes d'adsorption ont été utilisées par différents chercheurs.

Le degré d'acétylation DA a été déterminé en utilisant les bandes d'adsorptions à 1420 cm^{-1} ($-\text{CH}_2$) comme bande de référence et la bande d'amide III à 1320 cm^{-1} selon l'équation suivante (Miranda-castro et al., 2023) : $A_{1320}/A_{1420} = 0.3822 + 0.0313\text{ DA}$ avec $\text{DD} = 100 - \text{DA}$.

Le degré de désacétylation DD du chitosane est de l'ordre de $\text{DD} \approx 84\%$.

Le poids moléculaire a été déterminé par viscosimétrie selon la relation de Mark-Houwink (Zhu et al., 2023) : $[\eta] = K \cdot M^\alpha$

Où $[\eta]$ est la viscosité intrinsèque, K et α sont des constantes caractéristiques du couple polymère solvant à une température donnée, M est le poids moléculaire du polymère.

Après détermination de la viscosité intrinsèque, le poids moléculaire du chitosane produit par ce nouveau procédé est de l'ordre de 455,26 KDa.

La caractérisation du chitosane obtenu par la diffraction aux rayons X a permis de révéler la présence des pics caractéristiques de ce biopolymère, le diffractogramme des rayons X du chitosane est représenté dans la figure 2. Le chitosane obtenu présente deux pics principaux vers $2\theta \approx 9,8^\circ$ et $2\theta \approx 19,9^\circ$, considérés, selon la bibliographie comme les pics caractéristiques de ce biopolymère. Généralement, le diffractogramme obtenu est en bon accord avec ceux présentés par les autres chercheurs dans la bibliographie.

La morphologie du chitosane produit par ce nouveau procédé a été étudiée à l'aide d'un microscope électronique à balayage. Les micrographies du chitosane obtenu, avec différents grossissements, sont illustrées dans la figure 3. En effet, les micrographies du chitosane présentent une morphologie similaire des chitosane extraient dans la littérature, généralement sous forme de feuillet ou couche de flocon.

La caractérisation du chitosane obtenu ainsi que la détermination du degré de désacétylation et du poids moléculaire ont montré que ce nouveau procédé de production est très efficace pour produire du chitosane de bonne qualité avec un degré de désacétylation et un poids moléculaire élevé.

- **Application industrielle**

Le procédé objet de la présente invention peut être appliqué pour la préparation du chitosane à haut poids moléculaire et du chitosane hautement désacétylé.

Revendications

1. Nouveau procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire caractérisé en ce qu'il se fait en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation micro-ondes précédé d'un trempage de la matière première pendant plusieurs heures, comme suit :
 - a. Déminéralisation : La matière première prétraitée est trempée dans une solution acide pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation microondes pendant quelques minutes.
 - b. Déprotéinisation et désacétylation simultanée : la matière première déminéralisée est trempée dans une solution basique concentrée pendant plusieurs heures puis placée dans un bain à ultrasons et/ou sous irradiation microondes pendant quelques minutes pour obtenir directement du chitosane à haut poids moléculaire.
2. Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire, selon la revendication 1, caractérisé en ce que durant l'étape de déminéralisation, la matière première est trempée dans une solution d'acide chlorhydrique avec une concentration de 2M et un rapport solide/liquide d'environ 1/10 pendant un temps allant de 6h à 12h à température ambiante avec ou sans agitation.
3. Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que le mélange réactionnel, après trempage, est placé dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 10 à 15 min, suivi d'un traitement sous irradiation micro-ondes avec une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps allant de 5 à 10 min.
4. Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire, selon la revendication 1, caractérisé en ce que les étapes de déprotéinisation et de désacétylation sont effectuées simultanément par trempage de la matière déminéralisée dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH et/ou d'hydroxyde de potassium KOH avec une concentration en masse allant de 50 % à 60 % et un rapport solide/liquide entre 1/10 et 1/20.
5. Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire, selon les revendications 1 et 4, caractérisé en ce que l'étape de déprotéinisation - désacétylation simultanée est effectuée par trempage de la matière déminéralisée pendant un temps allant de 6h à 24h à température ambiante avec ou sans agitation.

6. Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire, selon les revendications 1,4 et 5, caractérisé en ce que le mélange obtenu après trempage est placé dans un bain à ultrasons avec une fréquence de 50/60 Hz pendant un temps allant de 10 à 15 min, suivi d'un traitement sous irradiation microondes avec une puissance allant de 400 à 600 W, pendant un temps compris entre 10 et 30 min.
7. Procédé de production du chitosane, selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que la matière première peut être des carapaces des crustacés, crevettes et/ou crabes, carapaces des homards, cuticules des insectes, champignons ou algues chlorophycées.
8. Chitosane obtenu par le procédé objet de l'une des revendications précédentes caractérisé en ce qu'il a un poids moléculaire élevé dépassant 455 KDa.
9. Chitosane, selon la revendication 8, caractérisé en ce qu'il a un degré de désacétylation important de l'ordre de 84%.
10. Chitosane, selon les revendications 8 et 9, caractérisé en ce qu'il présente, dans son spectre Infrarouge, des bandes d'absorption suivantes :
 - a. Aux environs de 1643 cm^{-1} , 1587 cm^{-1} et 1322 cm^{-1} qui sont attribuées aux groupements amides I, II et III, respectivement ;
 - b. Grandes bandes d'absorption vers 3361 cm^{-1} et 3289 cm^{-1} qui indiquent les vibrations des groupements hydroxyles ; et
 - c. Bande d'absorption vers 2879 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation symétrique ou asymétrique du groupement CH.

MA

61004MA

Dessins

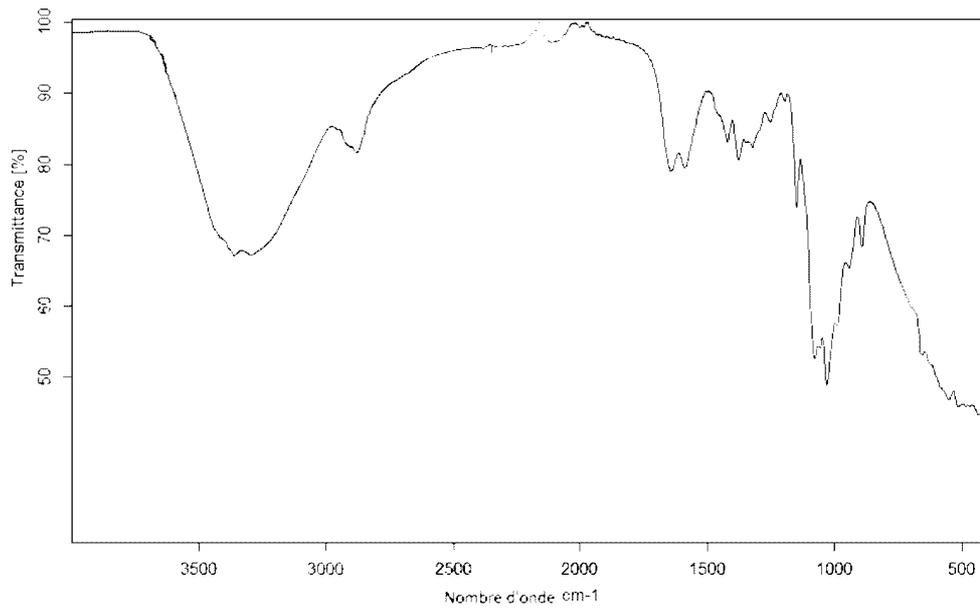


Figure 1

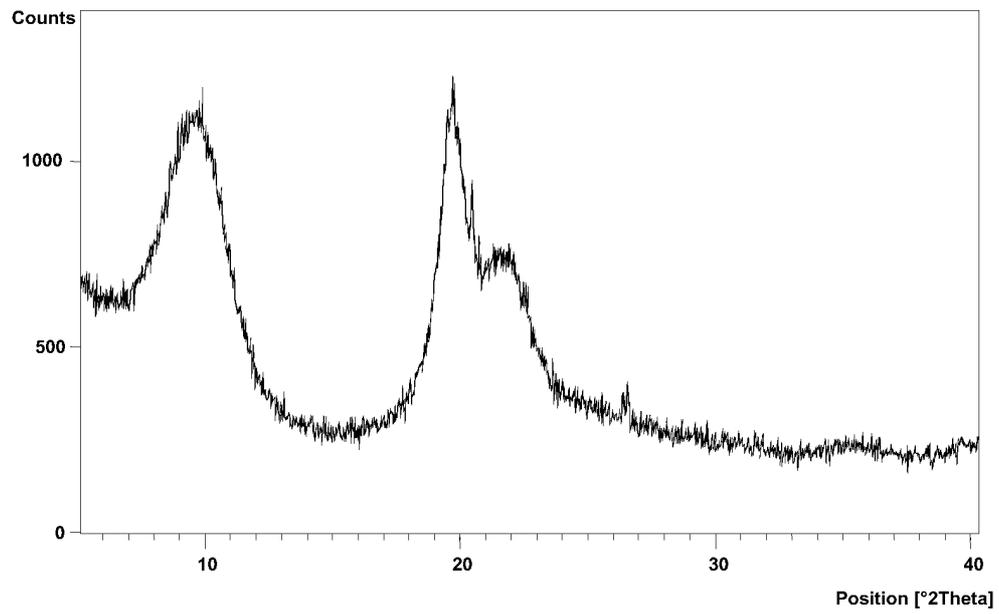


Figure 2



Figure 3

**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 : 61004	Date de dépôt : 09/06/2023
Déposant : Université Sidi Mohammed Ben Abdellah	
Intitulé de l'invention : Procédé de production du chitosane à haut poids moléculaire en deux étapes assisté par ultrasons et/ou sous irradiation microondes	
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 : 28/07/2023
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
7
- Planches de dessin
2 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C08B37/08, C08L5/08

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	MA54968 A1, UNIV SIDI MOHAMMED BEN ABDELLAH, 31/05/2023	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 divulgue 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 acétyl 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 principale entre l'objet de la revendication 1 et le document D1 réside en ce que chaque étape est suivie par 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 à haut poids moléculaire et hautement désacétylé.

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

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.