



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 36816 B1** (51) Cl. internationale : **C02F 1/54; C02F 1/52**
- (43) Date de publication : **31.05.2016**

-
- (21) N° Dépôt : **36816**
- (22) Date de Dépôt : **11.03.2014**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN 1ER SETTAT, COMPLEXE UNIVERSITAIRE, Km 3 ROUTE DE CASABLANCA BP.539 26000 SETTAT (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **BELBAHLOUL Mounir ; ANOUAR Abdellah ; ZOUHRI Abdeljalil**
- (74) Mandataire : **MOUNIR BELBAHLOUL**

-
- (54) Titre : **TRAITEMENT ECOLOGIQUE DES EAUX TURBIDES PAR DEUX BIOFLOULENTS EXTRAITS DU CLADODE DE CACTUS OPUNTIA FICUS INDICA**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de traitement des eaux turbides par coagulation floculation à l'aide d'un produit extrait de la raquette de cactus, comprenant les étapes suivantes : - On prétraite la raquette de cactus puis on extrait un bio-floculant de ladite raquette.- On prélève ou on prépare des échantillons d'eaux de forte turbidité puis on effectue deux traitements, le premier on ajoute la chaux comme coagulant suivi de notre extrait comme floculant.- Après la fin de floculation, on laisse la solution décanter et on récupère une eau limpide et une boue contenant des produits naturels biodégradables.

Abrégé

L'invention concerne un procédé de traitement des eaux turbides par coagulation floculation à l'aide d'un produit extrait de la raquette de cactus, comprenant les étapes suivantes :

- On prétraite la raquette de cactus puis on extrait un bio-floculant de ladite raquette.
- On prélève ou on prépare des échantillons d'eaux de forte turbidité puis on effectue deux traitements, le premier on ajoute la chaux comme coagulant suivi de notre extrait comme floculant.
- Après la fin de floculation, on laisse la solution décanter et on récupère une eau limpide et une boue contenant des produits naturels biodégradables.



30 OCT 2015

Traitement écologique des eaux turbides par deux biofloculants extraient du cladode de cactus *Opuntia Ficus Indica*

Description

La présente invention concerne un procédé de traitement des eaux.

L'invention entre dans le domaine de la coagulation-floculation en désignant comme agent coagulant la chaux et comme floculant deux produits extraient de la raquette de cactus.

L'invention entre également dans le traitement des eaux usées.

Dans la pratique, des essais de coagulation-floculation sont au préalable réalisés au Jar test afin de déterminer les doses optimales de chaque produit (coagulant et floculant). Ainsi qu'ils sont des traitements qui visent à optimiser l'élimination des particules en suspension par les procédés de décantation et de filtration. Ces traitements favorisent l'agrégation des particules colloïdales en larges et denses agrégats.

Les matières en suspension sont des particules solides minérales (sables, argiles, hydroxydes minéraux...) ou organiques (acides humiques ou fulviques, réactifs ou sous-produits d'une activité industrielle...) ainsi que des micro-organismes (algues, bactéries...) dont la taille est supérieure à un micron environ.

Les matières colloïdales sont des particules de même origine que les matières en suspension, mais dont la taille est comprise entre environ un micron et un nanomètre. Elles ne sédimentent pas.

L'introduction d'un agent de floculation/coagulation dans une suspension de particules très fines permet de modifier l'état électrique de la surface de ces particules et de permettre leur agglomération. Les agglomérats obtenus étant de taille plus importante, la décantation est plus rapide ou la filtration plus aisée. On ajoute, en premier lieu, un agent coagulant et l'on soumet l'eau usée à certaines conditions de brassage puis, on ajoute un floculant qui viendra agréger les agrégats déjà formés par le coagulant.

Plusieurs agents chimiques peuvent être employés dans le procédé de coagulation-floculation. Les sels métalliques sont indéniablement les coagulants les plus utilisés dans le monde actuellement.

Les principaux agents de floculation sont les polymères minéraux tels que la silice activée, les polymères naturels extraits de substances animales ou végétales et les polymères de synthèse apparus plus récemment et qui ont fait évoluer considérablement les performances de la floculation. Ces derniers sont les plus répandus dans le traitement des eaux ; on parle en général de floculation par les polymères.

Les systèmes de traitement des eaux par coagulation-floculation à l'aide de la chaux comme coagulant et un extrait de la raquette de cactus comme floculant est capable de parvenir à des niveaux d'élimination comparable aux meilleures technologies conventionnelles de traitement

des eaux avec des avantages supplémentaires tels que la récupération et la réutilisation des eaux traitée, la production des faibles quantités de boues exempt des produits synthétiques et la valorisation des ressources naturelles marocaines.

Comme l'ont relevé certaines études, les coagulants à base d'aluminium, de fer et même les polymères synthétiques présentent un désavantage important : leurs coûts ainsi que leurs toxicités probantes pour l'environnement, comme il a été mentionné dans le brevet WO2013040389. Cela a donc nous a poussés à investiguer la possibilité d'utiliser des composés d'origine naturelle pour réaliser le procédé de coagulation- floculation. L'utilisation de polymères synthétiques est coûteuse et donc pratiquement inenvisageable pour les pays en voie de développement.

Le procédé de coagulation- floculation peut-être employé pour retirer plusieurs types de substances organiques et inorganiques : les graisses, les huiles, le phosphore, la matière en suspensions (MES), les métaux lourds, etc. Ce procédé permet donc la réduction de la demande biochimique et chimique en oxygène (DBO et DCO), de même qu'une réduction des populations bactériennes.

Des études en laboratoire en permis l'obtention d'excellente performance de traitement des eaux turbides naturelles à l'aide de notre polymère extrait de la raquette de cactus par coagulation floculation. Avec un taux d'élimination de la turbidité de 98% pour la combinaison chaux/extrait et une turbidité résiduelle de 5 NTU pour un pH optimal de l'ordre de 11.3 (*Tableau 1 et 2*).

Il est un objet de la présente invention que de substituer les produits synthétiques qui sont onéreuses et toxiques par des produits naturel et biodégradables.

Il est un autre objet de la présente invention que le traitement des eaux ainsi que d'obtenir une boue exempt des résidus des coagulants et des flocculant chimiques utilisés conventionnellement dans le traitement des eaux.

Il est encore un autre objet de la présente invention que la valorisation de ressources naturelles marocaines (cactus et chaux).

C'est dans le cadre d'une démarche inventive que l'on a conçu un procédé de traitement des eaux par coagulation- floculation à l'aide d'un produit extrait de la raquette de cactus, caractérisé en ce que l'on réalise les étapes suivantes :

- On prépare une solution aqueuse chargée en colloïdes obtenues à partir des sols en provenance des lacs ou des eaux trop chargées en MES prélevées directement des lacs de turbidité supérieure à 1000 NTU.
- On prétraite les raquettes de cactus par lavage, élimination des épines, broyages et enfin extraction des deux principes actifs bio-flocculant.
- Le bio-flocculant est extrait seulement par l'eau dans un intervalle de différentes températures.
- L'extrait a été précipité par un mélange d'alcool (acétone-éthanol), purifier par un gradient d'éthanol et sécher à température ambiante.

- On solubilise l'extrait dans l'eau distillée sous agitation.
- On ajoute la chaux comme agent coagulant suivi de l'extrait comme floculant à nos échantillons chargés d'eaux turbides,
- On récupère l'eau traitée limpide avec une turbidité de l'ordre de 5 NTU et une faible quantité de boue qui contient des produits naturels et biodégradables.

Selon une autre caractéristique de l'invention, l'on réalise le traitement des eaux turbides par coagulation floculation dans un système jar test.

Selon un mode de réalisation de l'invention, l'étape de coagulation s'effectue sous une grande vitesse d'agitation et celle de floculation sous une faible vitesse.



Revendications

1. Procédé de traitement des eaux turbides par coagulation floculation caractérisé en ce que :
 - On obtient un échantillon d'eau chargée en Matières en Suspension (MES)
 - Ajout d'extrait obtenu à partir de cactus où l'extrait est obtenu selon les étapes suivantes :
 - On lave les raquettes avec l'eau de robinet, puis on élimine les épines et ensuite on les découpe en petits morceaux en dés de 1cm² environ.
 - On y ajoute l'eau distillée sous agitation pendant une heure dans un intervalle de température de 30 à 80 °C.
 - On filtre le mélange puis on récupère le filtrat.
 - On ajoute au filtrat un mélange d'alcool (acétone-éthanol) puis on centrifuge l'ensemble.
 - On récupère le culot, on le lave avec un gradient d'éthanol pour le purifier et on le laisse sécher à température ambiante pour obtenir l'extrait.
 - On sèche l'extrait ainsi obtenu à température ambiante et puis on le solubilise dans l'eau distillée pour effectuer le traitement.
2. Procédé selon les revendications 1, caractérisé en ce que l'on utilise des eaux turbides naturelles prélevées des eaux des lacs ou des eaux turbides préparées au laboratoire.
3. Le procédé selon les revendications 2, caractérisé en ce que l'on traite les eaux selon les étapes suivantes :
 - Soit on prépare ou on prélève une eau de forte valeur de turbidité contenant des colloïdes difficilement décantés.
 - On ajoute la chaux à l'échantillon d'eau turbide comme coagulant sous une forte agitation pendant 5 min suivi de l'extrait de cactus comme agent floculant.
 - L'étape de floculation nécessite une faible vitesse d'agitation et une grande durée pour former les floes, suivis d'une étape de décantation.
 - Par la suite ladite eau turbide est récupérée limpide par filtration avec une faible valeur de turbidité et la boue générée par le traitement contient seulement des produits naturels biodégradables.
4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la vitesse de centrifugation est de entre 4000 et 7000 rpm pendant 30min, de préférence 5000 rpm.
5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la concentration de l'extrait de cactus est entre 0.1 et 1%.
6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce que la concentration de l'extrait de cactus est de l'ordre de 0.4%.



Tableau 1 : la turbidité résiduelle en fonction du temps de floculation

| Temps en min | 0 | 1 | 5 | 10 | 15 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
|--------------|------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|----|----|
| pH 2 | 1000 | 43 | 20 | 15 | 10 | 9 | 10 | 11 | 12 | 21 |
| pH 3 | 1000 | 57 | 30 | 17 | 14 | 11 | 16 | 10 | 10 | 11 |
| pH 8 | 1000 | 249 | 209 | 187 | 171 | 135 | 124 | 111 | 90 | 76 |
| pH 11.3 | 1000 | 18 | 12 | 11 | 9 | 6 | 10 | 5 | 5 | 5 |
| pH 11.5 | 1000 | 48 | 40 | 46 | 32 | 40 | 33 | 49 | 35 | 37 |
| pH 12.4 | 1000 | 167 | 74 | 62 | 31 | 36 | 50 | 23 | 33 | 14 |

Tableau 2 : Pourcentage d'élimination de la turbidité en fonction du temps de floculation

| Temps en min | 0 | 1 | 5 | 10 | 15 | 20 | 30 | 40 | 50 | 60 |
|--------------|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| pH 2 | 0 | 48,19 | 87,95 | 90,13 | 93,98 | 93,48 | 91,30 | 88,89 | 89,83 | 79,61 |
| pH 3 | 0 | 25,00 | 68,75 | 81,72 | 84,78 | 88,04 | 82,98 | 87,95 | 85,71 | 84,29 |
| pH 8 | 0 | 36,80 | 45,99 | 48,63 | 53,53 | 62,50 | 64,16 | 65,31 | 73,29 | 76,25 |
| pH 11.3 | 0 | 93,53 | 95,68 | 95,82 | 96,05 | 97,29 | 96,18 | 98,28 | 97,55 | 97,58 |
| pH 11.5 | 0 | 92,37 | 93,83 | 93,14 | 95,11 | 93,60 | 94,47 | 91,36 | 93,01 | 94,29 |
| pH 12.4 | 0 | 83,30 | 92,60 | 93,80 | 96,90 | 96,40 | 95,00 | 97,70 | 96,70 | 98,60 |

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION
SUR LA BREVETABILITE**

*Établi conformément à l'article 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 : 36816 | Date de dépôt : 11/03/2014 |
| Déposant : UNIVERSITE HASSAN 1ER SETTAT | |
| Intitulé de l'invention: TRAITEMENT ECOLOGIQUE DES EAUX TURBIDES PAR DEUX BIOFLOCULENTS EXTRAITS DU CLADODE DE CACTUS OPUNTIA FICUS INDICA | |
| Classement de l'objet de la demande : CIB : C02F1/52, C02F1/54 | |
| 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 | |
| Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité | |
| <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention | |
| Examineur: BRINI Abdelaziz | Date d'établissement du rapport : 23/05/2016 |
| Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14 | |



Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
- Description/ Description limitée
Pages
 - Revendications
 - Planches de dessin
Pages
- Observations à l'appui des revendications maintenues
- Observations des tiers suite à la publication de la demande
- Réponses du déposant aux observations des tiers
- Nouveaux documents constituant des antériorités :
- Suite à la recherche complémentaire (Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)
 - Suite à la recherche additionnelle (couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 4 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

| | | |
|--|---|------------|
| Nouveauté (N) | Revendications 1-6 Revendications aucune | Oui Non |
| Activité inventive (AI) | Revendications 1-6 Revendications aucune | Oui Non |
| Possibilité d'application Industrielle (PAI) | Revendications 1-6 Revendications aucune | Oui Non |

D1: WO2013040389

D2: US7943049

D3: A. Abid, A. Zouhri, A. Ider et S. Kholtei; Valorisation d'un nouveau bio floculant (extrait de cactus) dans le traitement physico-chimique des rejets liquides chargés en cuivre, en zinc et en matière en suspension; Revue des Energies Renouvelables Vol. 12 N°2 (2009) 321-330

D4 : Yéwêgnon Alima Esther Irma Nougbodé et al "Evaluation of the Opuntia dillenii as Natural Coagulant in Water Clarification: Case of Treatment of Highly Turbid Surface Water"
Journal of Water Resource and Protection, 2013, 5, 1242-124

1. Nouveauté (N) :

Le document D1 divulgue une méthode d'élimination de l'arsenic à partir de l'eau potable. Ce document divulgue l'utilisation du mucilage de cactus, un hydro-colloïde naturel, comme un aide coagulant floculant pour un système utilisant la coagulation à base de fer pour éliminer l'arsenic de l'eau. Ce composé est extrait à partir d'Opuntia Ficus Indica.

Le document D2 divulgue un procédé de préparation d'un agent floculant à partir de cactus destiné au traitement des eaux.

Le document D3 concerne une étude qui consiste à utiliser un nouveau floculant naturel biodégradable à base de jus de cactus marocain dans un procédé physico-chimique de coagulation-floculation, pour traiter des rejets liquides chargées en cuivre, en zinc et en matière en suspension, et aussi pour tester l'efficacité de ce jus vis-à-vis des autres produits couramment utilisés dans le traitement des eaux usées.

Aucuns des documents susmentionnés ne décrit un tel procédé, par conséquent l'objet des revendications 1-6 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 (AI) :

Le document D1 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1.

L'objet de la revendication 1 diffère du document D1 en ce que les étapes dudit procédé sont différentes de celles divulguées dans D1.

Le problème technique que la présente invention se propose de résoudre est un procédé alternatif de traitement de l'eau chargé en MES par un extrait purifié de cactus pour substituer les produits synthétiques onéreuses et toxiques.

La solution proposée par la présente invention n'étant pas évidente à l'homme de métier à l'égard de l'art antérieur. 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.

Par la suite, les revendications dépendantes 2-6 satisfont donc en tant que telles aux exigences de l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

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.