



## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 37099 B1** (51) Cl. internationale : **B01J 21/06; C02F 1/30; C02F 1/28; B01J 29/82**
- (43) Date de publication : **29.06.2018**

- 
- (21) N° Dépôt : **37099**
- (22) Date de Dépôt : **03.06.2014**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN 1ER SETTAT, COMPLEXE UNIVERSITAIRE, BP 539 KM3 ROUTE DE CASABLANCA CP 26000 SETTAT (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **CHERKAOUI RACHID ; NAJA JAMAL ; AMIRI ABDESLAM**
- (74) Mandataire : **CHEROUAKI RACHID**

- 
- (54) Titre : **Procédé de traitement des molécules émergeants et récalcitrants (pesticides, produits périmés chimiques) par le phosphate dopé à l'oxyde de titane (TiO<sub>2</sub>), à l'aide d'un réacteur fonctionnant à l'énergie solaire.**
- (57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de dégradation des pesticides par le phosphate dopé avec le titane, comprenant les étapes suivantes : - On enlève les impuretés qui existent au phosphate brut par un tamis: l'analyse granulométrique - On lave le phosphate avec l'eau distillée, suivi d'une filtration dans les conditions normales et on le sèche. - On prétraite le flux liquide par déshuilage suivi d'une décantation de particules discrètes - On clarifie le flux par élimination des matières en suspension en mettant ledit flux en contact avec le phosphate dopé - On poste-traite le flux liquide par une décantation secondaire à l'aval du procédé L'invention concerne aussi un dispositif pour la mise en œuvre dudit procédé.

**Abrégé**

L'invention concerne un procédé de dégradation des pesticides par le phosphate dopé avec le titane, comprenant les étapes suivantes :

- On enlève les impuretés qui existent au phosphate brut par un tamis : l'analyse granulométrique
- On lave le phosphate avec l'eau distillée, suivi d'une filtration dans les conditions normales et on le sèche.
- On prétraite le flux liquide par déshuilage suivi d'une décantation de particules discrètes
- On clarifie le flux par élimination des matières en suspension en mettant ledit flux en contact avec le phosphate dopé
- On poste-traite le flux liquide par une décantation secondaire à l'aval du procédé

L'invention concerne aussi un dispositif pour la mise en œuvre du dit procédé.

# **Procédé de traitement des-molécules émergents et récalcitrants (pesticides, produits périmés chimiques,) par le phosphate dopé à l'oxyde de titane (TiO<sub>2</sub>), à l'aide d'un réacteur fonctionnant à l'énergie solaire**

29 JAN 2016

## **Description**

L'invention concerne un procédé de dégradation des pesticides ainsi qu'un dispositif pour la mise en œuvre dudit procédé.

L'invention rentre dans le domaine d'adsorption dégradation, d'où la sous-classe B01D.

L'invention entre également dans le domaine de traitement des eaux usées urbaines, d'où la sous-classe C02F.

L'adsorption est une forme de séparation impliquant le retrait de substances dissoutes en les reliant physiquement au matériau filtre. Au cours de ce procédé, les molécules, les colloïdes et les particules adhèrent à une surface par une action physique ou réaction chimique.

Les systèmes de dégradation des pesticides traitement des eaux usées par adsorption sont capable de parvenir à des niveaux d'élimination comparables aux meilleures technologies conventionnelles de traitement des eaux usées avec des avantages supplémentaires tels que la récupération et la réutilisation des eaux usées traitées.

Des études sur le terrain et en laboratoire ont permis l'obtention d'excellente performance de traitement des rejets textiles par adsorption et dégradation avec plus de 97 % taux d'abattement.

La dégradation des pesticides par dégradation sur les phosphates est une technique ne produisant ni odeur désagréable ni des boues qui nécessitent plus d'argent pour le traitement, et elle est adaptée pour les surcharges hydrauliques.

Il est un objet de la présente invention que d'obtenir une solution d'eau usée urbaine prétraitée qui en utilisant une faible quantité du phosphate dopée.

Il est encore un autre objet de la présente invention que le traitement obtenu soit à action efficace.

C'est dans le cadre d'une démarche inventive que l'on a imaginé un procédé dégradation des pesticides par adsorption sur le phosphate dopé, caractérisé en ce que l'on réalise les étapes suivantes :

- On sépare du ou des fractions des phosphates utilisées les éléments grossier contenus dans lesdites phosphates, de manière à obtenir au moins d'une part une partie grossière et d'autre part une partie plus fine qui subira le traitement
- On lave le phosphate à l'eau distillée avant de le filtrer
- Parallèlement, on sépare de l'effluent d'eau à traiter les éléments solides contenus dans ledit effluent de manière à obtenir un flux liquide, puis le sécher à l'étuve à une température de 115 °C. Une fois sortie de l'étuve le phosphate est homogénéisé en réalisant un quartage
- On prétraite le flux liquide par dégrillage, dessablage, déshuilage suivi d'une décantation de particules discrètes.
- On clarifie le flux en éliminant les matières solide en suspension en mettant le phosphate dopé en suspension dans ledit flux
- On poste-traite le flux liquide par une décantation secondaire à l'aval du procédé

Selon une autre caractéristique de l'invention, l'on réalise le traitement du flux liquide par adsorption chimique sur les particules du phosphate dopé.

Selon un mode de réalisation de l'invention, l'on utilise le phosphate prétraité.

Avantageusement, on sépare du ou des fractions des phosphates utilisées les éléments grossiers contenus dans lesdites phosphate, de manière à obtenir au moins d'une part une partie grossière et d'autre part une partie plus fine qui subira le traitement.

Selon une autre caractéristique de l'invention, on lave le phosphate à l'eau distillée avant de le filtrer, puis le sécher à l'étuve à une température de 115 °C.

Par ailleurs, une fois sortie de l'étuve le phosphate est homogénéisé en réalisant un quartage

Selon une autre caractéristique de l'invention, lors du traitement du flux par adsorption du phosphate dopé, le complexe est maintenu en suspension par agitation continue, dans un réacteur solaire.

Selon une autre caractéristique de l'invention, préalablement à l'étape de séparation conduisant à un flux liquide à traiter et une masse solide, on réalise une opération de dessablage des eaux usées à traiter.

Par ailleurs, l'étape de séparation conduisant à un flux liquide à traiter et une masse solide est avantageusement conduite par passage des eaux à traiter au travers de moyens de tamisage, notamment avec de mailles inférieures ou égales à 1 millimètre.

L'invention concerne aussi un dispositif pour la mise en œuvre dudit procédé pour le traitement des eaux usées urbaines, caractérisé en ce qu'il comprend au moins : des moyens de dégrillage conçus aptes à séparer les dites eaux en, une part au moins un flux liquide, et d'autre part au moins une masse solide, des moyens de déshuilage dudit flux liquide.

Selon une autre caractéristique, le dispositif comprend en plus des moyens pour le traitement des eaux usées urbaines prétraitées par adsorption sur le phosphate dopé.

On voit que la présente invention s'inscrit dans une logique écologique en évitant les impacts environnementaux négatifs liés aux rejets directs dans les milieux récepteurs, en mobilisant

les ressources non conventionnelles, ainsi cette réutilisation s'inscrit dans une vision de développement durable.

D'autres buts et avantages de la présente invention apparaîtront à la description qui va suivre. La compréhension de cette description sera facilitée en se référant au dessin ci-joint qui est une représentation schématisée, en vue en coupe, d'un dispositif pour la mise en œuvre du procédé selon l'invention.

Le procédé selon l'invention permet Dégradation des pesticides sans avoir recourt aux coagulants et floculant qui augmentent le coût d'investissement.

Pour ce faire, le procédé selon l'invention nécessite au préalable une étape de séparation des éléments solide contenus dans les effluents d'eaux à traiter desdits effluents liquides, de manière à obtenir d'une part au moins un flux liquide, qui sera ensuite traité et d'autre part au moins une masse solide.

Selon un mode préféré de réalisation la séparation est conduite par au moins une opération de tamisage avec au moins un tamis de maille inférieure à 2 millimètres, préférablement inférieur ou égale au millimètre, des eaux à traiter.

Selon un mode de réalisation avantageux, on réalise, préalablement à l'étape de séparation, une opération de dessablage des eaux polluées à traiter.

A l'issue de ces opérations, on obtient d'une part un flux liquide exempt de particules de sable et ne comprenant que des particules d'encombrement au maximum inférieur ou égale à 2 millimètre.

A l'issue de la phase d'aération, le flux liquide est traité pour être dépollué avec le phosphate dopé. Le phosphate dopé est en suspension dans le flux liquide, retenant les matières organiques et certains ions, par action physico-chimique.

Dans ce cas, l'emploi en parallèle de plusieurs réacteurs, peut avantageusement permettre un traitement au fil de l'eau du flux liquide, sans zone de stockage ou de décantation préalable.

A l'issue de la phase de traitement sur un lit du phosphate on post-traite le flux liquide par des moyens de désinfections notamment ; l'ultraviolet, le lagunage tertiaire, l'ozonation, la microfiltration, et la chloration, avant réutilisation de l'eau alors dépolluée.

L'invention concerne encore un dispositif de la mise en œuvre du procédé tel que précédemment décrit, destiné à Dégradation des pesticides. A titre d'exemple non limitatif.

Tel que visible dans la figure 1, le dispositif comprend au moins : des moyens (1) de tamisage conçus aptes à séparer lesdites eaux dessablées en au moins un flux liquide et une masse solide, des moyens (2) de dessablage des eaux effluentes, des moyens (3) de déshuilage et de dégraissage, des moyens (4) de décantation, puis des moyens (5) pour l'adsorption et dégradation sur le phosphate dopé suivant un système parabolique solaire. Enfin des moyens (6) de décantation et (7) d'évacuation.

**Revendications**

1. Procédé de dégradation des pesticides par le phosphate dopé caractérisé en ce qu'il soit réalisé en utilisant le tétrachlorure de titane stabilisé par l'éthanol pour le dopage du phosphate
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le phosphate subit une étape de traitement avant utilisation
3. Le procédé selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'on traite le phosphate selon les étapes suivantes :
  - on sépare du ou des fractions du phosphate utilisées les éléments grossier contenus dans lesdites phosphates, de manière à obtenir au moins d'une part une partie grossière et d'autre part une partie plus fine qui subira le traitement
  - On lave le phosphate à l'eau distillée avant de le filtrer, puis le sécher à l'étuve à une température de 115 °C.
  - Une fois sortie de l'étuve le phosphate est homogénéisé en réalisant un quartage
4. Procédé selon les revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on utilise le tétrachlorure de titane stabilisé par l'éthanol préparé selon les étapes suivantes :
  - On ajoute à 400 ml de l'éthanol 100 ml de chlorure de titane.
  - Le mélange est maintenu en agitation durant 1 heure et avec une vitesse de 700 tours par minute.
5. Procédé selon les revendications 1 à 4, caractérisé en ce que l'on mélange le phosphate traité avec la solution de dopage
6. Procédé selon les revendications 1 à 5, caractérisé en ce que l'on agite le mélange pendant 1 heure à une vitesse de 700 tours par minute.
7. Procédé selon les revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'on sèche ledit mélange à l'étuve à une température de 105 °C
8. Procédé selon les revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on calcine ledit mélange au four à une température qui varie de 100 à 500 °C
9. Procédé selon les revendications 1 à 8, caractérisé en ce que l'on augmente la température de calcination de 100°C à chaque heure
10. Procédé selon les revendications 1 à 9, caractérisé en ce que l'eau usées urbaine soit prétraitée
11. Dispositif pour la mise en œuvre du procédé selon les revendications 1 à 10, destiné à Dégradation des pesticides, caractérisé en ce qu'il comprend au moins : des moyens de dégrillage (1) conçus aptes à séparer les eaux usées urbaines en, une part au moins un flux liquide, et d'autre part au moins une masse solide, des moyens de dessablage (2), des moyens de déshuilage (3) dudit flux liquide, des moyens de décantation (4), ainsi qu'un réacteur muni d'une turbine reçoit les rayons solaire émis par le système parabolique (5), puis des moyens de clarification (6).
12. Dispositif selon les revendications 1 à 11, caractérisé en ce que le réacteur (5) contient le phosphate dopé, et maintenue en suspension par une agitation.

13. Dispositif selon les revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'il comprend en plus des moyens pour le post-traitement (6) du flux liquide à savoir un moyen de décantation secondaire(6)et une canal d'évacuation des eaux traitées (7).

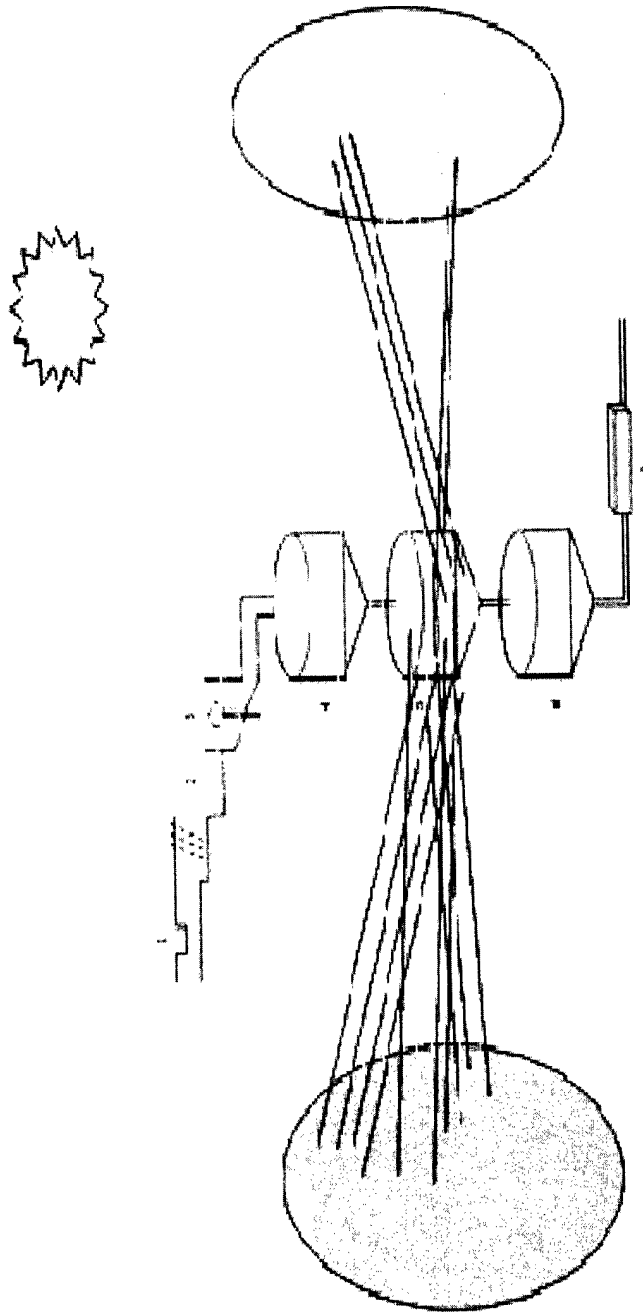
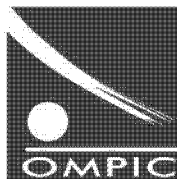


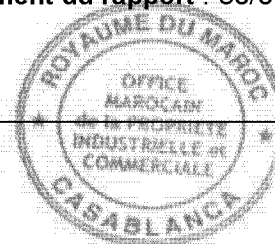
Figure 1:





**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)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 37099	Date de dépôt : 03/06/2014
Déposant : Université Hassan 1 <sup>er</sup> de Settat	
Intitulé de l'invention : Procédé de traitement de molécules émergentes et récalcitrantes (pesticides, produits périmés chimiques) par le phosphate dopé à l'oxyde de titane (TiO <sub>2</sub> ) à l'aide d'un réacteur fonctionnant à l'énergie solaire.	
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 cités par l'examineur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
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 clarté <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée <input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: BRINI Abdelaziz	Date d'établissement du rapport : 30/06/2015
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	
Email : brini@ompic.ma	



**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  
1-8 Pages
- Revendications  
13
- Planches de dessin  
aucune Page

**Partie 2 : Rapport de recherche****Classement de l'objet de la demande :**

CIB : C02F1/28; C02F1/30; B01J29/82; B01J21/06

CPC : C02F1/281; C02F1/30; B01J29/82; B01J21/063

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

**EPOQUE, Orbit**

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
E	MA35300; 01-08-2014; Université Hassan 1er de Settat Revendications 1-9 Figure 1	1-10
X A	MA34186; 02-05-2013; Université Hassan 1er de Settat Document en entier	11 12-13

**\*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 clarté*

- a) Le champ de la protection assure par les revendications du procédé 1-10 ne se rapporte pas à l'objet de protection demande qui est un procédé de dégradation des pesticides par le phosphate dope au dioxyde de titane, puisque celles-ci décrivent un procédé d'obtention du phosphate dopé au dioxyde de titane. L'homme du métier ne parvient pas à comprendre comment la dégradation des pesticides peut être effectuée à l'aide dudit procédé tel que décrit dans les revendications 1-10.
- b) Le terme « prétraitee » employé dans la revendication 10 est vague et imprécis, et laisse subsister un doute quant à la signification de la caractéristique technique à laquelle il se rapporte, au point que l'objet de ladite revendication n'est pas clairement défini.

*Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle*

Nouveauté (N)	Revendications 12-13	Oui
	Revendications 1-11	Non
Activité inventive (AI)	Revendications 12-13	Oui
	Revendications 1-11	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-13	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: MA35300

D2: MA34186

**1. Nouveauté (N) :**

Le document D1 divulgue un procédé de polissage et de traitements de surface par le phosphate dopé avec le titane en utilisant le tétrachlorure de titane ou l'oxyde de titane stabilisé par l'éthanol.

L'objet de la revendication 1 décrit un procédé de dégradation des pesticides par le phosphate dopé mais sans décrire comment parvenir à ceci. Par conséquent, l'objet des revendications 1-10 n'est donc pas nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Le document D2 divulgue un dispositif destiné à la dégradation des pesticides contenues dans les eaux urbaines comprenant : des moyens de dégrillage, une part au moins un flux liquide, et d'autre au moins une masse solide, des moyens de dessablage, des moyens de déshuilage dudit flux liquide, des moyens de décantation, un réacteur muni d'une turbine, et des moyens de clarification.

Par conséquent, l'objet de la revendication 11 n'est pas nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Le document D2 ne décrit pas les caractéristiques mentionnées dans les revendications 12 et 13, par conséquent celles-ci sont nouvelles 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 D2 est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la

revendication 12.

L'objet de la revendication 12 diffère du document D2 en ce que le réacteur (5) contient le phosphate dopé à l'oxyde de titane au lieu de la bentonite dopée.

Le problème technique que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un moyen alternatif pour l'adsorption des pesticides contenus dans les eaux urbaines.

La solution proposée ne semble pas être évidente, car aucun document de l'art antérieur n'incite l'homme du métier à utiliser le phosphate dopé à l'oxyde de titane en tant qu'adsorbant des pesticides. Par conséquent, l'objet de la revendication 12 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

La revendication 13 dépend de la revendication 12 et satisfait donc en tant que telle aux exigences concernant 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.