

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 55255 A1** (51) Cl. internationale : **B01J 19/12; C02F 1/32; C02F 1/325; C02F 1/72**
- (43) Date de publication : **28.06.2023**

- 
- (21) N° Dépôt : **55255**
- (22) Date de Dépôt : **31.12.2021**
- (71) Demandeur(s) : **Moroccan foundation for Advanced Science Innovation and Research (MAScIR), Rabat Design Center, Rue Mohamed Al Jazouli, Madinat Al Irfane, 10100 Rabat (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **BOUHFID RACHID ; QAISS ABOU EL KACEM ; ZARI NADIA ; AIT-DAHI MEHDI**
- (74) Mandataire : **AMMANI Abdelhaq**

- 
- (54) Titre : **Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne le domaine du traitement en ligne d'écoulement des eaux usées. Elle concerne en particulier un dispositif caractérisé par une exploitation des matériaux de traitement des eaux par un double phénomène adsorption/photocatalyse. Le dispositif selon l'invention comprend des unités indépendantes de traitement sous forme de cylindres coaxiaux et des lampes UV, la circulation et le barbotage est assuré par un système de pompe. Un transformateur et un starter assure la gestion de l'alimentation électrique. La source électrique est soit le secteur soit les panneaux photovoltaïques.

**Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées****Abrégé :**

5 La présente invention concerne le domaine du traitement en ligne d'écoulement des eaux usées. Elle concerne en particulier un dispositif caractérisé par une exploitation des matériaux de traitement des eaux par un double phénomène adsorption/photocatalyse. Le dispositif selon l'invention comprend des unités indépendantes de traitement sous forme de cylindres coaxiaux et des lampes UV, la circulation et le barbotage est assuré par un système de pompe. Un transformateur et un starter assure la gestion de l'alimentation électrique. La source électrique est soit le secteur soit les panneaux photovoltaïques.

10

15

20

25

30

## Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées

### Domaine de l'invention :

5 La présente invention concerne le domaine traitement des eaux usées par photocatalyse. Elle concerne en particulier un dispositif caractérisé par un traitement en ligne d'écoulement des eaux usées avec possibilité de traitement sélectif en cascade basé sur l'adsorption et/ou la photocatalyse.

### 10 Etat de l'art de l'invention :

Avec les nouvelles strictes exigences environnementales en termes de préservation des ressources naturelles, l'optimisation des ressources en eau et leur réutilisation sont devenues indispensables. Dans le cadre prévu à cet effet, un large éventail de technologies non conventionnelles et de matériaux dotés de pouvoirs purifiants a été développé soit par  
15 adsorption ou par photocatalyse. Bien que ces technologies soient réputées et répandues, il est crucial d'exécuter et de conduire des tests et des essais à une petite échelle (l'échelle Laboratoire) par le biais de petits montages afin de pouvoir affirmer les performances et la rentabilité de la technique de purification utilisée, de trouver son optimum en faisant varier les paramètres de design du montage et surtout de simuler ce qui peut se passer à une grande échelle  
20 (échelle industrielle). Le problème de ces montages réside dans le design pour une utilisation à grande échelle.

La dispersion des polluants et la prolifération de bactéries résistantes aux antibiotiques dans le milieu aquatique sont considérées comme source de maladies graves à travers le monde. Dans ce sens, il est primordial de développer de nouvelles technologies pour améliorer la qualité du  
25 traitement des eaux usées déversés dans l'environnement. Ces études nécessitent des dispositifs de traitement utilisant les différents matériaux de photocatalyse pour le traitement des eaux usées et qui sont exploitable à grande échelle en termes de conception tout en prenant en considération certaines problématiques telle que l'échauffement du matériau de traitement par l'énergie de la source photocatalytique (ex : lampe UV)

30 Une étude récente a été réalisée pour l'application de la photocatalyse hétérogène par l'utilisation des suspensions :  $TiO_2$ ,  $TiO_2$  immobilisés et  $TiO_2$ -immobilisés / $H_2O_2$ , pour l'élimination simultanée d'un mélange de contaminants émergents (l'acétamipride (ACP), l'imazalil (IMZ) et le bisphénol A (BPA)) et l'inactivation des bactéries résistantes aux antibiotiques et au mercure (*Pseudomonas aeruginosa* et *Bacillus subtilis*). (Jiménez-

Tototzintle, et al. Chemosphere 210, 449–457, 2018). Après un traitement par UVATiO<sub>2</sub> immobilisés/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, le mélange de BPA, IMZ et ACP a diminué de 62%, 21% et <5% respectivement après 300 minutes de contact avec une énergie UV accumulée de l'ordre de 13.10 kJ.L<sup>-1</sup>. Les *Pseudomonas aeruginosa* ont été inactivées après 120 minutes avec 5.24 kJ.L<sup>-1</sup> d'énergie UV accumulée, tandis que la souche de *Bacillus subtilis* s'est révélée extrêmement résistante et dotée d'une capacité à développer des mécanismes permettant d'éviter le processus d'oxydation.

Une étude de l'évaluation de l'efficacité de la floculation-photocatalyse en tant que processus combiné dans le domaine de traitement des eaux usées des industries laitières a été menée par Murcia et al. (Murcia, J. J. et al. J. Photochem. Photobiol. A Chem. 358, 256–264, 2018). Différents floculants et photocatalyseurs ont été étudiés et évalués de manière détaillée. Les matériaux commercialisés présentaient les meilleures propriétés physico-chimiques et les meilleures performances en termes de traitement des eaux. D'une part, les photocatalyseurs évalués ont démontré une activité bactéricide pour les *E. Coli*, les coliformes totaux ainsi que d'autres entérobactéries. L'élimination totale de *E. coli* a été obtenue par l'utilisation du TiO<sub>2</sub> P25 sous une lumière UV-visible d'une intensité inférieure à 120 W/ m<sup>2</sup> et une durée totale d'éclairage de 5h. Il a également été constaté qu'une l'intensité lumineuse de l'ordre de 120 W/m<sup>2</sup> entraînait une augmentation de la demande chimique en oxygène (DCO) et du carbone organique total (COT) dans les échantillons traités. Cela peut être dû à la formation rapide de nouveaux composés organiques en tant qu'intermédiaires lors des réactions photocatalytiques menées à température ambiante. Il s'est donc avéré que le prétraitement des échantillons d'eaux usées par floculation permet l'amélioration de l'efficacité du traitement photocatalytique. Ainsi, la combinaison des traitements : floculation et photocatalyse à une faible intensité lumineuse de 30W/m<sup>2</sup> a permis l'élimination totale d'*E. coli*, des coliformes totaux et d'autres entérobactéries.

Un matériau nanocomposite photocatalyseur à base du charbon actif enrobé par WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> (ACWT) associé à un lit fluidisé à trois phases (TFB) a été étudié pour le traitement des eaux usées d'excréments humains. (Xu, F. et al. Acta Astronaut. 146, 7–14, 2018). Sous l'éclairage des ultraviolets (UV) et des lampes fluorescentes, l'ACWT a prouvé son efficacité en ce qui concerne l'élimination de la demande chimique en oxygène (DCO) et de l'azote total (TN), mais il reste inefficace en termes d'élimination de l'azote ammoniacal (NH<sub>3</sub>-N).

Optimisée par la méthode de Taguchi, l'efficacité d'élimination de la DCO et des TN atteignait respectivement 88.39% et 55.07%. Aussi, la modification de la population bactérienne après ce traitement a confirmé que ce système photocatalytique avait un effet de stérilisation accrue sur les eaux usées. Ces résultats ont confirmé la possibilité d'application du ACWT dans le  
5 domaine du traitement des eaux usées d'excréments humains.

Cette étude a évalué les effets et les options d'élimination de la spiramycine (SPY) par un macrolide, actuellement utilisé à la fois en médecine et en médecine vétérinaire en utilisant les procédés d'oxydation avancés basés sur la photocatalyse hétérogène assistée par le  $\text{TiO}_2$ .  
10 (Lofrano, G. et al. Sci. Total Environ.624, 461–469, 2018). Les concentrations réelles de spiramycine ont été étudiées sur une base saisonnière dans une station d'épuration municipale (jusqu'à  $35 \mu\text{g L}^{-1}$ ), tandis que la cinétique d'élimination a été évaluée en utilisant à la fois des solutions aqueuses et des échantillons d'eaux usées réelles. Une grande variabilité du pouvoir d'élimination de la spiramycine par traitement aux boues activées (de 9% (en hiver) à 99.9%  
15 (en été)) a été observée sur une base saisonnière. Les résultats préliminaires ont montré qu'une élimination totale de la spiramycine (99.9%) est obtenue avec  $0.1 \text{ g.L}^{-1}$  de  $\text{TiO}_2$  en solution aqueuse après 80 min. La toxicité intégrée a montré des effets aigus légers résiduels dans les solutions traitées par photocatalyse, indépendamment de la quantité de  $\text{TiO}_2$  utilisée, ceci pourrait être lié à la présence de composés intermédiaires. La photolyse des échantillons d'eaux  
20 usées prélevés après traitement par boues activées pendant la saison estivale (SPY  $5\mu\text{g.L}^{-1}$ ) a permis une élimination complète du SPY après 80 min. Alors que la photocatalyse des échantillons d'eaux usées collectées en hiver (SPY  $30 \mu\text{g L}^{-1}$ ) par du  $\text{TiO}_2$  à une concentration de l'ordre de  $0.1 \text{ g.L}^{-1}$  après traitement par boues activées a permis une élimination de SPY de l'ordre de 91% après 80 min de contact.

25 A partir de la revue de littérature on peut conclure que plusieurs matériaux ont été développés, mais leur exploitation à grande échelle n'a pas abouti, du fait que la plupart des études se font dans des dispositifs qui ne prennent pas en considération l'échelle réelle en termes de dimensions, débit, implantation dans des stations de traitement existantes, du fait que les  
30 montages expérimentaux ont juste pour objectif la validation du pouvoir photocatalytique des matériaux, hors le déploiement de ces matériaux quel que soit son pouvoir reste impossible en absence de dispositif de traitement contenant le matériau de traitement en prenant en considération l'échelle réelle.

D'où l'intérêt de la présente invention qui vise à résoudre les lacunes de l'art antérieur grâce à un dispositif de test en ligne d'écoulement, en cascade faisant intervenir plusieurs matériaux assurant une synergie de traitement d'un matériau de manière optimale et sécuritaire.

#### 5 **Description de l'invention :**

La présente invention concerne la conception et la réalisation d'un dispositif expérimental pour le traitement des eaux usées utilisant les matériaux de traitement par photocatalyse.

Le montage se compose de :

- Cylindres coaxiaux contenant des produits photocatalytiques
- 10 - Lampes UV
- Ballastes d'alimentation électrique
- Pompe de circulation d'eau à traiter
- Ventilateur de refroidissement
- Plaque solaire d'alimentation des lampes et pompe
- 15 - Panneaux solaires

#### **Brève description des dessins :**

Un mode de réalisation du concept de l'invention est illustré à titre indicatif par les figures suivantes :

- 20 - **Figure 1** : Dessin d'ensemble du montage
- **Figure 2** : Photo du montage réel

#### **Dispositif expérimental de traitement des eaux usées utilisant des matériaux de traitement à pouvoir photocatalytique :**

25 Le tableau 1 ci-dessous présente la description des éléments de montage

Numéro	Désignation	Quantité
1	Unité de cylindre coaxiaux composée de deux cylindres 1- Cylindre extérieur, opaque pour isolation UV. 2- Cylindre intérieur, transparent pour assurer le passage des rayons UV.	4
2	Lampes UV	4

3	Armoire électrique : 1- Transformateur 2- Starter 3- Boutons de marche/arrêt de chaque lampe et de la pompe.	1
4	Contenant d'eaux 1- Eaux usées 2- Eaux Traitées	2
5	Pompe de circulation d'eau	1
6	Châssis de dispositif	1

### Description détaillée de l'invention :

Le nouveau dispositif de traitement des eaux usées selon l'invention est composé de :

5 Selon un aspect de l'invention, chaque unité de traitement est constituée de cylindres coaxiaux offrant un volume libre de 800 ml dans l'espace annulaire et d'une lampe UV. L'ensemble est relié par des conduits d'alimentation en eaux usées et d'évacuation des eaux traitées.

Selon un autre aspect de l'invention, les lampes UV sont de type lampe tube fluorescent de longueur 500 mm et de puissance 40W. Chaque unité de cylindres coaxiaux dispose d'une  
10 lampe dont l'alimentation est assurée via un transformateur et un starter.

Selon un autre aspect de l'invention, la protection UV est assurée par l'opacité du cylindre extérieur

Selon un autre aspect de l'invention, l'agitation du matériau de traitement est assurée par l'écoulement du bas vers le haut de l'unité de cylindres coaxiaux.

15 Selon un aspect particulier de l'invention, le matériau catalytique est sous forme de billes faite de biopolymère de chitosane ou d'alginate.

Selon un autre aspect de l'invention, le nouveau dispositif pour le traitement des eaux est muni d'une pompe de circulation d'eau qui assure l'écoulement et le barbotage de l'eau.

20 Selon un autre aspect de l'invention, le volume du matériau de traitement occupe 40% du volume disponible dans chaque unité de cylindres coaxiaux.

Selon un aspect particulier, le refroidissement des lampes UV est assuré par le passage de l'eau traitée par un système de refroidissement où par injection d'air dans l'espace annulaire entre la lampe et le cylindre interne de chaque unité de traitement.



**Revendications.**

1. Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées **caractérisé en ce qu'il** comprend des cylindres coaxiaux (1) constitués par un cylindre externe opaque et un cylindre interne transparent, chaque cylindre transparent comprend une lampes UV alimentée par un transformateur et un starter d'alimentation électrique, l'ensemble est alimenté par un panneau solaire pour faire fonctionner une pompe (5) afin de faire circuler l'eau usée d'un des contenants d'eaux (4) vers l'espace entre les cylindre coaxiaux (1).
2. Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées selon la revendication 1 **caractérisé en ce que** les unités de traitement sont des cylindres coaxiaux (1) avec une distance entre les parois comprise entre 5 et 20mm.
3. Dispositif pour le traitement en ligne des eaux usées selon les revendications 1 et 2 **caractérisé en ce que** chaque unité de traitement comprend un matériau catalytique dans l'espace compris entre les deux cylindres coaxiaux (1).
4. Dispositif pour le traitement en ligne des eaux usées selon la revendication 3 **caractérisé en ce que** le matériau catalytique est sous forme de billes faites de biopolymère de chitosane ou d'Alginate.
5. Dispositif pour le traitement en ligne des eaux usées selon la revendication 3 **caractérisé en ce que** les lampes UV des unités de traitement (1) ont une longueur comprise entre 500 mm et 1000mm et une puissance comprise entre 40W et 500W.
6. Dispositif pour le traitement en ligne des eaux usées selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le refroidissement des lampes UV est assuré par le passage de l'eau traitée par un système de refroidissement où par injection d'air dans l'espace annulaire entre la lampe et le cylindre interne de chaque unité de traitement.

1/2

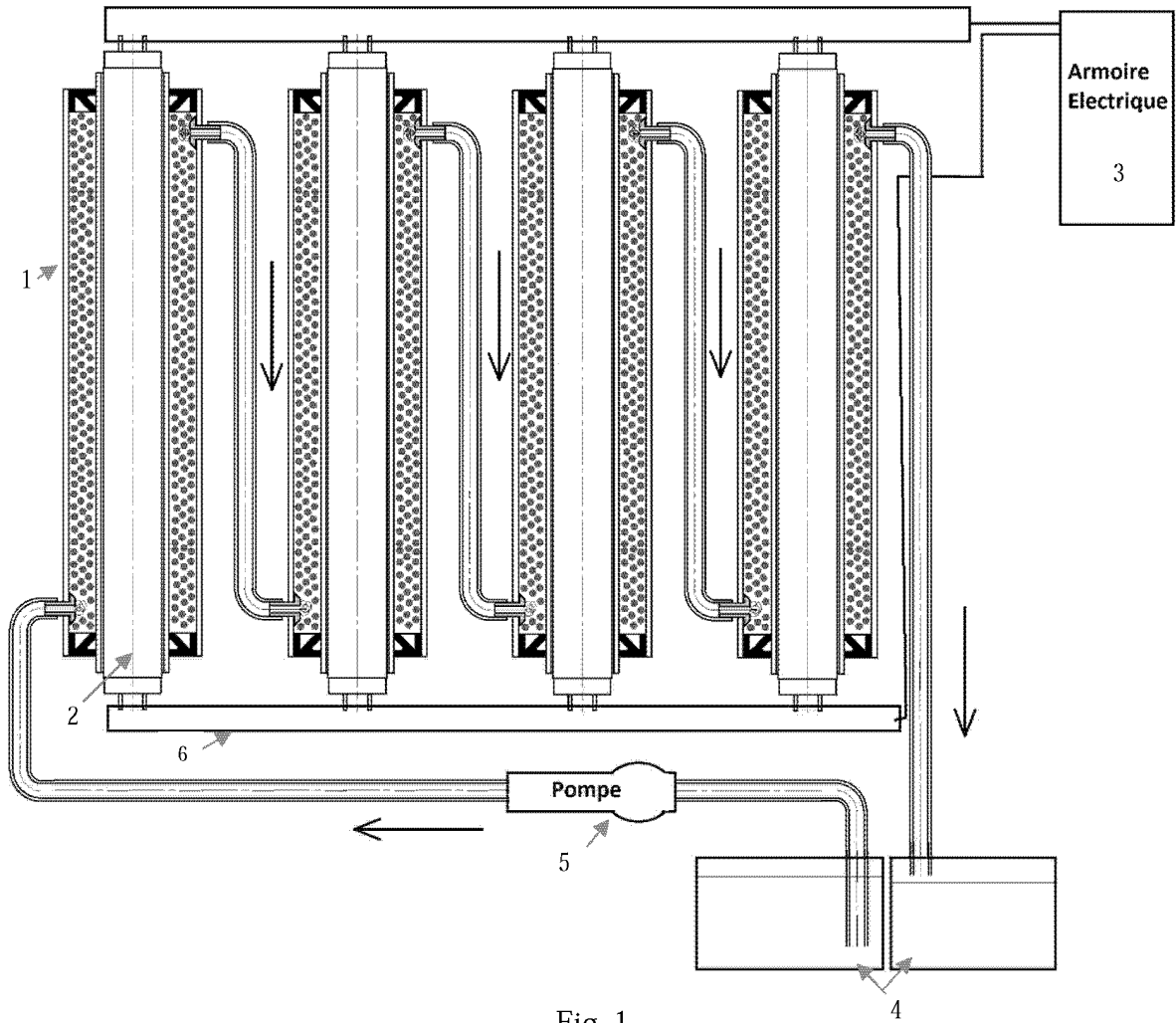


Fig. 1

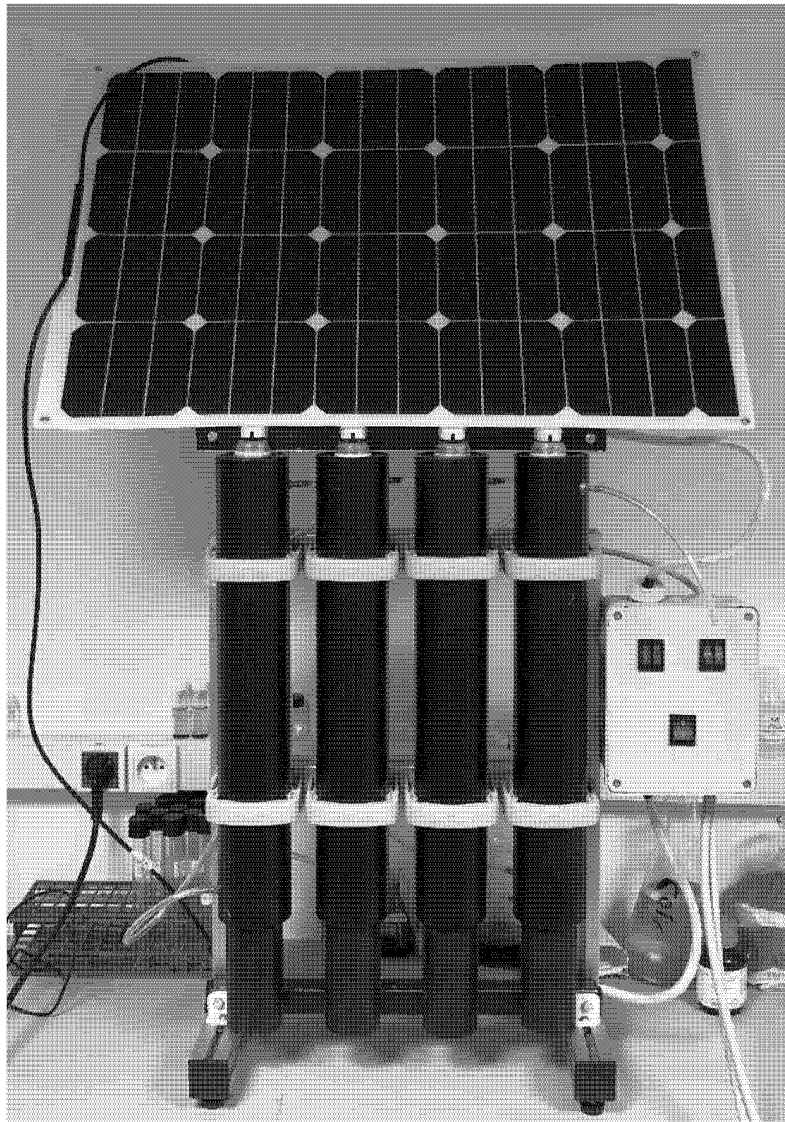


Fig. 2

**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 : 55255	Date de dépôt : 31/12/2021
Déposant : Moroccan foundation for Advanced Science Innovation and Research (MAScIR)	
Intitulé de l'invention : Dispositif pour le traitement photo-catalytique en flux continu des eaux usées	
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 <a href="http://worldwide.espacenet.com">http://worldwide.espacenet.com</a> , 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 checked="" 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: BRINI Abdelaziz	Date d'établissement du rapport : 17/05/2022
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  
6 Pages
- Revendications  
6
- Planches de dessin  
2 Pages

**Cadre 3 : Titre et Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés**

- L'intitulé tel qu'il a été déposé «Dispositif pour le traitement en flux continu des eaux usées» a été modifié et arrêté par l'examinateur (voir intitulé de l'invention).

**Partie 2 : Rapport de recherche**

Classement de l'objet de la demande :

CIB : B01J19/12 ; C02F1/32 ; C02F1/72

CPC : B01J19/123 ; C02F1/325 ; C02F1/725

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	CN112777818A ; QIAN GUANGLEI et al [CN] ; 11-05-2021 Figure 1	1-6
A	CN101693560A ; GUOTING LI et al [CN] ; 14-04-2010 Document en entier	1-6
A	WO2013175150A1; PROCESSIUM [FR] ; 28-11-2013 Document en entier	1-6
A	KR101526878B1; KOREA INST SCI & TECH [KR] ; 09-06-2015 Document en entier	1-6
A	CN103170373A ; UNIV HUNAN [CN] ; 26-06-2013 Document en entier	1-6

**\*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 1-6	Oui
	Revendications aucune	Non
Activité inventive	Revendications 1-6	Oui
	Revendications aucune	Non
Application Industrielle	Revendications 1-6	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 : CN112777818A  
 D2 : CN101693560A  
 D3 : WO2013175150A1  
 D4 : KR101526878B1  
 D5 : CN103170373A

**1. Nouveauté**

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 1-6, d'où 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**

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 dispositif de traitement photo-catalytique comprenant un réacteur (1) à lit fluidisé pour le traitement photo-catalytique, une pompe de circulation (2), une membrane tubulaire composite (3) et un jet venturi. Ledit réacteur (1) comprend à son intérieur une anode cylindrique coaxiale (5), une cathode (6) et une anode (7), et est composé d'un support distributeur d'eau (8) support, d'une lampe ultraviolette cylindrique (9) disposée à l'intérieur de l'anode à mailles (7), la partie inférieure du distributeur d'eau de support (8) forme une zone de sédimentation (10) et est reliée à la pompe de circulation (2) par l'orifice de refoulement (11), Un évent (12) est prévu sur le dessus du réacteur (1) pour communiquer avec l'atmosphère ; La cathode (6), l'anode (5) et l'anode à mailles (7) sont disposées à intervalles égaux, la zone de réaction fluidisée (13) et la zone de réaction photo-catalytique (14) sont formées entre les plaques d'électrode, et la distance entre les plaques d'électrode sont contrôlées pour être de 50 à 100 mm, le photocatalyseur (15) est rempli à l'intérieur, et la lampe ultraviolette cylindrique (9) est disposée symétriquement à intervalles égaux le long du cercle intérieur de l'anode à mailles (7), et la distance de l'anode (7) mesure 5-10 mm.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le dispositif de traitement photo-catalytique comprend plusieurs cylindres coaxiaux (1) constitués chacun par un cylindre externe opaque et un cylindre transparent, chaque cylindre transparent comprend une lampe UV alimentée par un transformateur et un starter d'alimentation électrique, l'ensemble est alimenté par un panneau

soltaire pour faire fonctionner une pompe (5) circulant l'eau usée d'un contenants d'eaux (4) vers l'espace entre les cylindres coaxiaux (1).

Le problème technique que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un dispositif de traitement photo-catalytique à plusieurs étages.

La solution proposée n'est pas évidente pour la raison suivante :

Bien que les documents D4 et D5 décrivent des procédés de préparation des billes d'alginate en tant que support et/ou catalyseur pour le traitement photo-catalytique des eaux usées par des irradiations ultraviolettes, mais l'homme du métier ne trouve aucune incitation à combiner l'enseignement de D1 avec celui de D4 ou D5.

Partant de ceci, aucun document de l'art antérieur ne divulgue ni ne suggère un dispositif photo-catalytique à plusieurs étages pour le traitement des eaux usées comprenant un catalyseur sous forme de billes d'alginate tel que décrit dans la présente demande.

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 au vu de D1 à D5.

Les revendications 2-6 dépendent de la revendication 1 et satisfont donc en tant que telles 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 au vu de D1 à D5.

### **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.