

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 59493 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 32/30; C01B 32/324; C01B 32/318; C01B 32/312**
- (43) Date de publication : **31.12.2024**

-
- (21) N° Dépôt : **59493**
- (22) Date de Dépôt : **17.02.2023**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITÉ SULTAN MOULAY SLIMANE , Présidence de l'Université Sultan Moulay Slimane, B.P. : 591, Hay Takaddoum, 23000 Beni Mellal (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **GHAZOUÏ Mohssine ; ELKACMI Reda ; TOUZANI Ibrahim ; FIKRI BENBRAHIM Kawtar ; BOUDOUCHE Otmane**
- (74) Mandataire : **TAOUAF Ilham**

-
- (54) Titre : **Charbon actif préparé à base des racines de 'Saponaria officinalis' (Tighighchte) et son procédé de fabrication**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne un charbon actif préparé à base d'un nouveau biomatériau et son procédé de fabrication basé sur l'activation chimique/thermique des racines de la saponaire officielle (TIGHIGHCHTE) et son application comme un nouveau support d'adsorption pour le traitement des eaux usées, la purification du biogaz, l'abattement des éléments de trace métalliques et la réduction de la charge organique et microbienne.

TITRE : Charbon actif préparé à base des racines de '*Saponaria officinalis*' (Tighichte) et son procédé de fabrication

ABREGE

La présente invention concerne un charbon actif préparé à base d'un nouveau biomatériau et son procédé de fabrication basé sur l'activation chimique/thermique des racines de la saponaire officielle (TIGHIGHCHTE) et son application comme un nouveau support d'adsorption pour le traitement des eaux usées, la purification du biogaz, l'abattement des éléments de trace métalliques et la réduction de la charge organique et microbienne.

DESCRIPTION

Domaine technique de l'invention

La présente invention concerne un nouveau matériau qui est le charbon actif, qui peut être appliqué pour l'épuration des eaux résiduaires urbaines et industrielles, pour lequel nous avons évalué les potentialités d'adsorption sur le bleu de méthylène (CI 52015).

Etat de l'art antérieur

Au début du XX^{ème} siècle, les premiers procédés de production de charbon actif à l'échelle industrielle sont développés pour répondre aux exigences d'applications ciblées. Ainsi, les méthodes de fabrication s'améliorent et certains procédés sont développés pour améliorer les propriétés de ces matériaux : activation à la vapeur d'eau (Ostreijko, 1990 et 1991) et activation chimique (Bayer, 1915).

Le brevet MA 49232 A1, décrit un procédé de préparation du charbon actif à partir du noyau de NBEG ZIZIPHUS, destiné comme un nouveau biomatériau. Les noyaux de NBEG ZIZIPHUS sont lavés puis séchés. Les noyaux de NBEG ZIZIPHUS séchés sont broyés en fines particules. Le matériau obtenu est activé par l'acide sulfurique puis carbonisé à une température de 500°C pendant 2h. Ce matériau carbonisé est broyé et tamisé.

Le brevet MA 39680 A1, expose un procédé de préparation d'un charbon actif à base de la biomasse de manioc en utilisant l'acide phosphorique (H₃PO₄).

Le brevet EP 3445712 B1, décrit un procédé de fabrication des charbons actifs avec des surfaces qui sont caractérisées par une surface spécifique BET (Brunauer- Emmett-Teller) comprise entre 1000 m²/g et 3500 m²/g en utilisant différents agents d'activation tels que du bicarbonate de potassium ou du chlorure de potassium.

Exposé détaillé de l'invention

L'invention concerne la préparation d'un charbon actif à base d'un nouveau biomatériau, par l'activation chimique des racines de '*Saponaria officinalis*' (SO). La figure (1) représente la TG/DTG des racines de '*Saponaria officinalis*' montre que la température de carbonisation est comprise entre 550 et 700 °C. La figure (2) qui représente une image du charbon actif, produit par activation des racines de SO, observée par microscopie électronique à balayage (MEB), montre une morphologie très poreuse du charbon actif avec des pores de différentes formes, qui prouvent que le charbon actif a une grande surface spécifique. Les spectres infrarouge de

la biomasse des racines de la Saponiaire officielle (a) et du charbon actif des racines de la saponiaire officielle (b), présenté dans la figure (3) indiquent que la biomasse présente différents groupes fonctionnels tels que des groupements hydroxyle, carboxyle et carbonyle, qui peuvent être des sites potentiels d'adsorption.

La préparation de notre charbon actif suit plusieurs étapes. Les racines du SO sont lavées plusieurs fois puis séchées, ensuite ils sont broyés en fines particules. La pyrolyse des racines SO s'est effectuée sous gaz inerte (N_2) à une température de $700^\circ C$. Ensuite, l'activation chimique est effectuée par l'acide sulfurique (H_2SO_4 , 94%). Le charbon actif ainsi obtenu est lavé et broyé en petites particules de tailles inférieures à $100 \mu m$ et nommé CASO.

L'indice d'iode est mesuré par la méthode volumétrique au thiosulfate de sodium. L'indice diode obtenue est de 55 mg/g .

Exemple d'application du CASO : Adsorption du colorant CI52015

Les colorants sont utilisés dans de nombreux secteurs industriels, tels que le textile, le papier, les industries alimentaires et cosmétiques. Les colorants sont connus pour être toxiques et persistants dans l'environnement. Le bleu de méthylène est le colorant le plus couramment utilisé pour teindre le coton, le bois et la soie. Il provoque des brûlures oculaires qui peuvent causer des dommages permanents aux yeux des humains. Son inhalation peut entraîner des difficultés respiratoires et son ingestion par la bouche peut provoquer une sensation de brûlure. L'élimination des déchets industriels contenant de tels colorants est très préoccupante. Le bleu de méthylène (Figure 4) est un colorant cationique avec un Colour Index « CI » de 52015, une formule moléculaire de $C_{16}H_{18}N_3SCl$ et une masse molaire de $319,85 \text{ g/mol}$. Dans un bêcher, 100 ml de bleu de méthylène CIS2015 à différentes concentrations est mis en contact avec une masse de charbon actif CASO, puis la solution est agitée à température ambiante. Après chaque différent intervalle de temps, la solution est filtrée, les concentrations du CI52015 dans les filtrats sont mesurées à l'aide de la spectrophotométrie UV-Visible. Les résultats d'adsorption (Figure 5) montrent que plus de 50% de la quantité utilisée du colorant est adsorbée pendant les trente premières minutes. Ce qui signifie que notre charbon actif préparé à partir des racines du CASO est un bon adsorbant et pourra être utilisé dans les procédés de traitement des eaux usées, lixiviats et pour la purification du biogaz etc...

Brève description des figures

La figure 1 représente le digramme TG/DTG du charbon actif à partir des racines SO.

La figure 2 représente une image de Microscope Electronique à Balayage du charbon actif préparé à partir des racines SO.

La figure 3 représente l'analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier du charbon actif préparé à partir des racines SO.

La figure 4 représente la structure chimique du bleu de méthylène CI 52015.

La figure 5 représente le taux d'abattement du bleu de méthylène en fonction du temps par adsorption sur le charbon actif préparé à partir des racines SO.

Application industrielle

La présente invention concerne un procédé de fabrication du charbon actif à base des racines de '*Saponaria officinalis*', qui peut être utilisé pour le traitement des eaux usées et la purification des biogaz.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication du charbon actif caractérisé en ce qu'il utilise les racines de la *Saponaria* officielle (Tighichte) comme matière première.
2. Procédé de fabrication du charbon actif, selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
 - ❖ Etape 1 : lavage et séchage à température ambiante des racines de la '*Saponaria officinalis*' ;
 - ❖ Etape 2 : broyage en fines particules des racines de la '*Saponaria officinalis*' ;
 - ❖ Etape 3 : carbonisation des racines de la '*Saponaria officinalis*' broyée ;
 - ❖ Etape 4 : activation chimique du biochar obtenu ;
 - ❖ Etape 5 : lavage du charbon actif ;
 - ❖ Etape 6 : séchage, broyage et tamisage du charbon actif obtenu après lavage.
3. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation est faite à une température de 700°C.
4. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de l'activation est faite avec l'acide sulfurique ;
5. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de lavage jusqu'à pH neutre ;
6. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de tamisage est faite avec un tamis de taille inférieur à 100 µm.
7. Charbon actif selon la revendication 6, caractérisé en ce qu'il peut être utilisé pour traiter les effluents à forte charge organique.

FIGURES

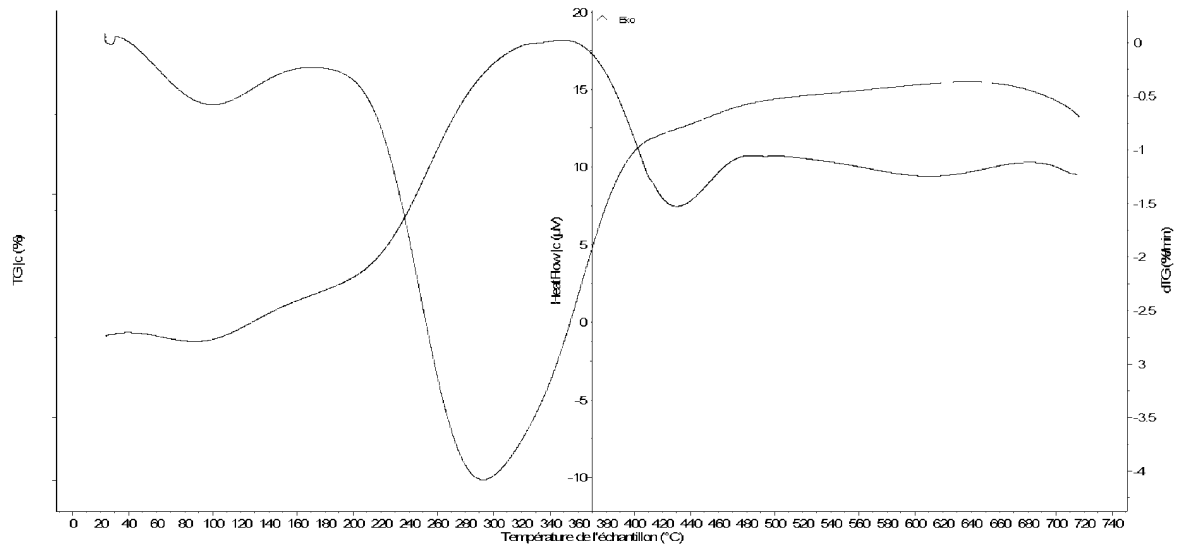


Figure 1 : TG/DTG des racines de la 'Saponaria officinalis'

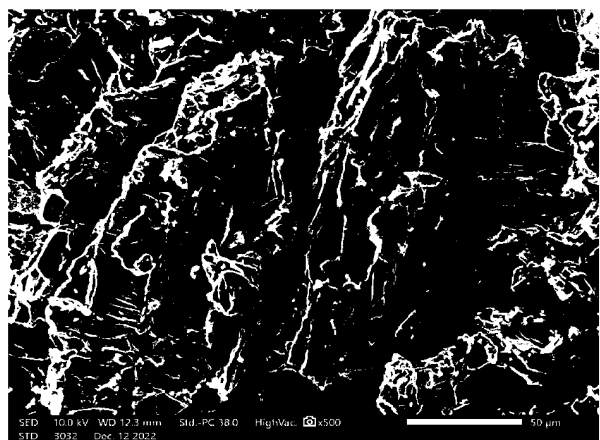
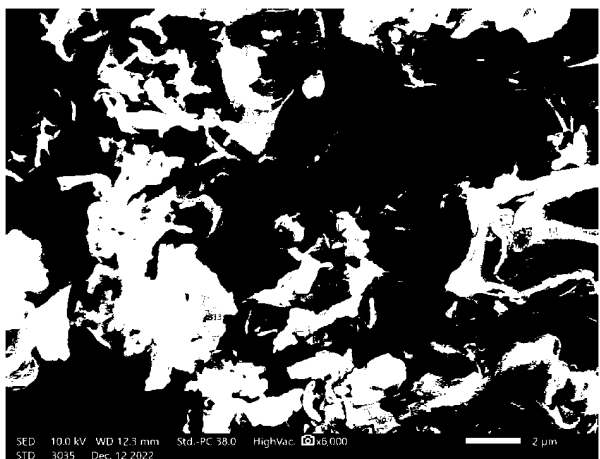


Figure 2 : Images du charbon actif préparé avec des racines de la 'Saponaria officinalis' observées par microscopie électronique à balayage (MEB)

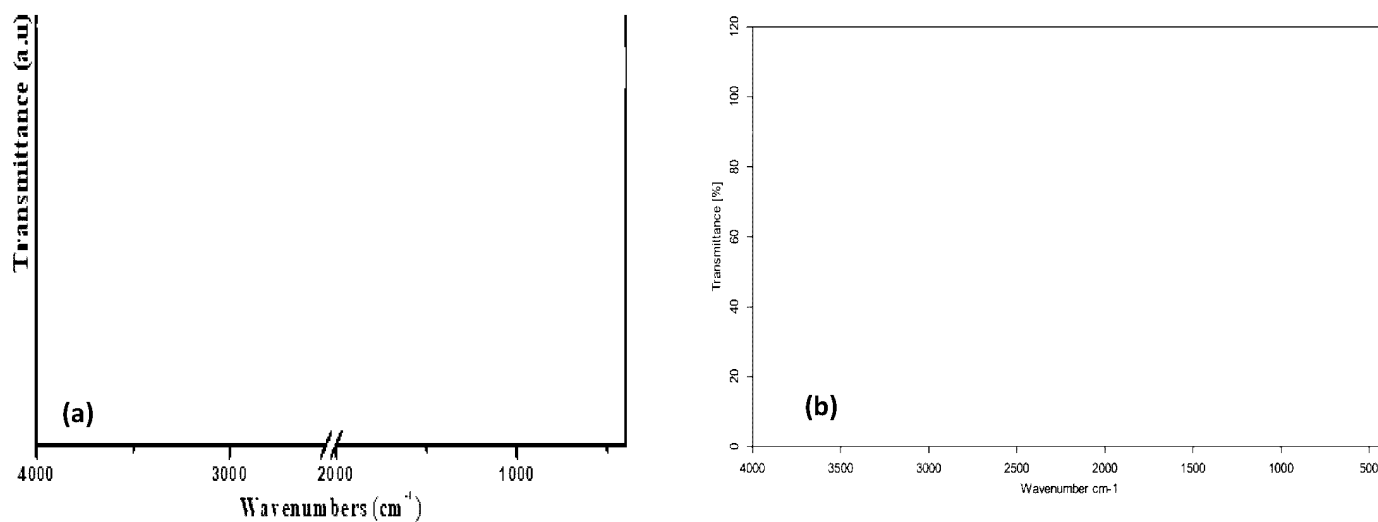


Figure 3 : Spectres IR de la biomasse des racines de la 'Saponaria officinalis' (a) et du charbon actif des racines de la 'Saponaria officinalis'

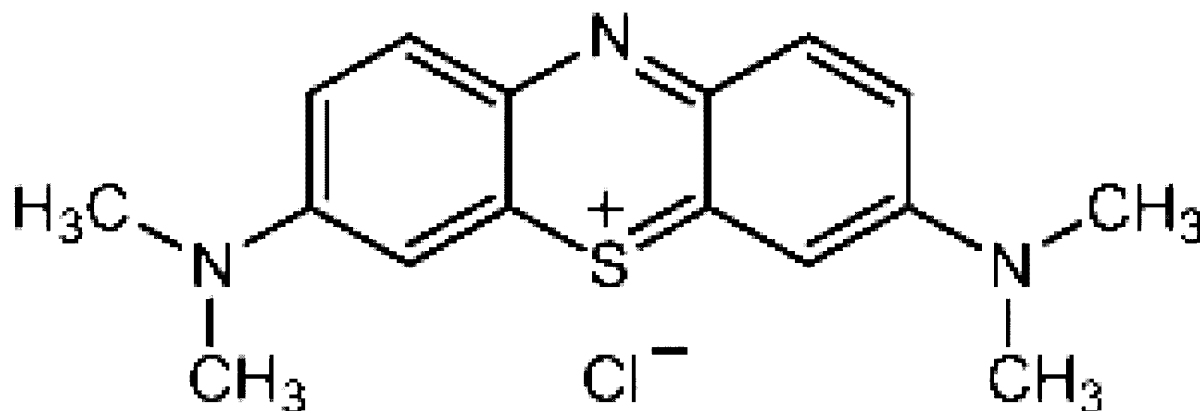


Figure 4 : Structure chimique du bleu de méthylène CI 52015

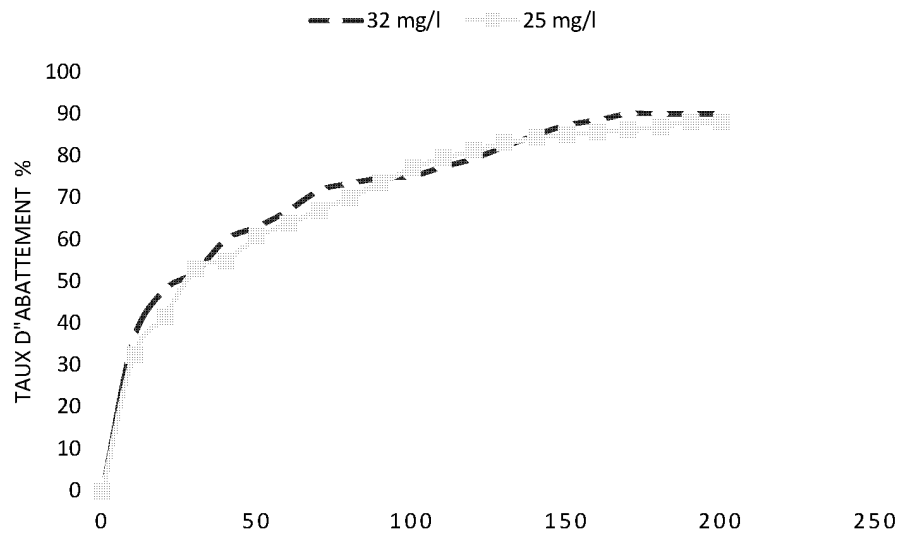



Figure 5 : Taux d'abattement du CI52015 par le charbon actif de la 'Saponaria officinalis'

**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 : 59493	Date de dépôt : 17/02/2023
Déposant : UNIVERSITÉ SULTAN MOULAY SLIMANE	
Intitulé de l'invention : Charbon actif préparé à base des racines de 'Saponaria officinalis' (Tighighchte) et son procédé de fabrication	
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: Abdelfettah EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 01/06/2023
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
4 Pages
- Revendications
1-7
- Planches de dessin
3 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01B32/30, C01B32/312, C01B32/318, C01B32/324

CPC : C01B32/30, C01B32/312, C01B32/318, C01B32/324

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	CN110357095A (B) • 2019-10-22 • UNIV YANGTZE Revendications 1-9	1-7
A	CN106495152A • 2017-03-15 • SHAANXI SHENGMAI PETROLEUM CO Revendications 1-5	1-7

***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 1-7 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui Non
Application Industrielle	Revendications 1-7 Revendications aucune	Oui 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 : CN110357095A

D2 : CN106495152A

1. Nouveauté

Aucun document de l'état de l'art cité ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-7. Par conséquent, l'objet des revendications 1-7 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

Le document D1 considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue une méthode de préparation de charbon hydrothermal à partir de résidus de Sapindus sativa est caractérisée par le fait qu'elle comprend les étapes suivantes :

- Après avoir lavé, séché et pulvérisé les résidus de Sapindus chinensis, on obtient une poudre que l'on mélange uniformément avec la solution d'imprégnation d'acide hétéropolylique, puis que l'on imprègne à une température comprise entre 50 et 90 °C ;
- Mélanger uniformément la poudre imprégnée avec de l'acide diéthylènetriaminepentaméthylène phosphorique pour obtenir un mélange, et activer le mélange à 100-150° C. sous la protection de N2 pour obtenir une poudre activée ;
- Mélanger uniformément la poudre activée, le polyacrylate de sodium et l'eau, et effectuer une réaction de carbonisation hydrothermale. Après la réaction, filtrer, laver et sécher pour obtenir du charbon hydrothermal.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le charbon actif est préparé à partir de la saponaire officinale.

Le problème technique objectif est la fourniture d'un matériau de départ alternatif pour la préparation du charbon actif.

Le document D2 divulgue la préparation du charbon actif à partir de résidu de sapindus.

La solution proposée par la présente demande semble être inventive, étant donné que l'homme du métier ne trouve aucune incitation de D1 ou/et D2 lui permettant de choisir la saponaire officinale comme matériau de départ pour la préparation du charbon actif sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet des revendications 1-7 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

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.