

## (12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 59663 A1**
- (51) Cl. internationale : **C01B 32/30; C01B 32/324; C01B 32/318; C01B 32/312**
- (43) Date de publication : **30.09.2024**
- 
- (21) N° Dépôt : **59663**
- (22) Date de Dépôt : **08.03.2023**
- (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) : **GHAZOUI Mohssine ; ELKACMI Reda ; SYLLA Aboubacar Sidigh ; BOUDOUCHE Otmane**
- (74) Mandataire : **TAOUAF Ilham**
- 
- (54) Titre : **Charbon actif préparé à base des grains de 'Rhuspentaphylla' (Tazaghte) et son procédé de fabrication**
- (57) Abrégé : **LA PRESENTE INVENTION CONCERNE UN CHARBON ACTIF PREPARE A BASE D'UN NOUVEAU BIOMATERIAU ET SON PROCEDURE DE FACBRICATION BASE SUR L'ACTIVATION CHIMIQUE/THERMIQUE DES GRAINS DE RHUS PENTAPHYLLA (TAZAGHATE) ET SON APPLICATION COMME UN NOUVEAU SUPPORT D'ADSORPTION POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USEES, LA PURIFICATION DU BIOGAZ, L'ABATTEMENT DES ELEMENTS DE TRACE METALLIQUES ET LA REDUCTION DE LA CHARGE ORGANIQUE ET MICROBIENNE.**

**BREVET D'INVENTION**

**Titre : Charbon actif préparé à base des grains de '*Rhus pentaphylla*' (Tazaghte) et son procédé de fabrication**

Abrégé : LA PRESENTE INVENTION CONCERNE UN CHARBON ACTIF PREPARE A BASE D'UN NOUVEAU BIOMATERIAU ET SON PROCEDE DE FACBRICATION BASE SUR L'ACTIVATION CHIMIQUE/THERMIQUE DES GRAINS DE RHUS PENTAPHYLLA (TAZAGHATE) ET SON APPLICATION COMME UN NOUVEAU SUPPORT D'ADSORPTION POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USEES, LA PURIFICATION DU BIOGAZ, L'ABATTEMENT DES ELEMENTS DE TRACE METALLIQUES ET LA REDUCTION 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) et les ions Cu (II).

### Etat de l'art antérieur

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).

Les charbons actifs sont définis comme étant des matériaux carbonés très poreux qui présentent une grande surface spécifique de grande porosité.

Le brevet EP 3483119 A1, décrit un procédé de préparation du charbon actif à partir du charbon ou dérivés du charbon, deux agents activations dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) et la vapeur d'eau ont été utilisés par l'activation.

Le brevet WO 2023/004502 A1, expose un procédé de préparation d'un charbon actif à partir des cokes de pétrole (petcoke) en utilisant l'hydroxyde de potassium (KOH).

Le brevet WO2021/182941A2 décrit un procédé de fabrication basé sur l'activation chimique/thermique du noyau du NBEG ZIZIPHUS LOTUS (Sidr) et son application comme un nouveau support d'adsorption.

Le brevet EP 1426334 A1, décrit un procédé de fabrication des charbon actifs à partir du brai à base de charbon en utilisant deux plages de température de 400°C à 600°C et de 600°C à 900°C pour l'activation.

### 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 grains de '*Rhus pentaphylla*' (RP). La figure (1) qui représente la TG/DTG des grains de '*Rhus pentaphylla*' montre que la température de carbonisation est comprise entre 500 et 650 °C. La figure (2) qui représente une image du charbon actif, produit

par activation des grains du RP, 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 infrarouges de la biomasse des grains du rhus pentaphylla (a) et du charbon actif des grains du rhus pentaphylla (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 grains du RP sont lavés plusieurs fois puis séchés, ensuite ils sont broyés en fines particules. La pyrolyse des grains du RP s'est effectuée sous gaz inerte ( $N_2$ ) à des températures comprises entre 300 et 900°C. Ensuite, l'activation chimique est effectuée par l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique ou l'hydroxyde de potassium ou le chlorure de zinc. Le charbon actif ainsi obtenu est lavé et broyé en petites particules de tailles inférieures à 100  $\mu m$  et nommé CARP.

L'indice d'iode est mesuré par la méthode volumétrique au thiosulfate de sodium. L'indice d'iode obtenue est de 100 mg/g.

### **Exemple d'application du CARP : Adsorption du colorant CI52015 et du métal lourd Cu**

Les colorants sont utilisés dans les imprimeries, les industries alimentaires, cliniques, cosmétiques et particulièrement dans l'industrie textiles pour leur stabilité chimique. Les colorants sont connus pour être toxiques et persistants dans l'environnement. Le bleu de méthylène est le colorant azoïque le plus utilisé.

Le bleu de méthylène (Figure 4) a un Colour Index « CI » de 52015, une formule moléculaire de  $C_{16}H_{18}N_3SCl$  et une masse molaire de 319,85 g/mol.

D'autre part, l'activité industrielle et agricole génère des polluants contenant des quantités de métaux lourds qui sont toxiques lorsque leur concentration dans l'organisme dépasse la limite. L'accumulation par exemple des ions Cu (II) provoquent des dysenteries et des hémorragies digestives.

Dans un bêcher, 100 ml de bleu de méthylène CI52015 à différentes concentrations est mis en contact avec une masse de charbon actif CARP, 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 par spectrophotométrie UV-Visible. Les résultats d'adsorption (Figure 5) montrent que pour CI52015, près de 80 % de la quantité utilisée du colorant est adsorbée pendant cent minutes.

La même procédure est appliquée pour l'adsorption des ions Cu (II) mais cette fois-ci avec une seule concentration 100 mg/L ; les résultats d'adsorption (Figure 6) montrent que près de 70 % des ions Cu (II) sont adsorbés pendant cent minutes.

Cela signifie que notre charbon actif préparé à partir des racines du CARP est un bon adsorbant et pourra être utilisé dans les procédés de traitement des eaux usées, dans l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique, l'industrie chimique et la purification des biogaz. etc...

### **Brève description des figures**

La figure 1 représente le digramme TG/DTG du charbon actif à partir des grains de RP.

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

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

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 grains de RP.

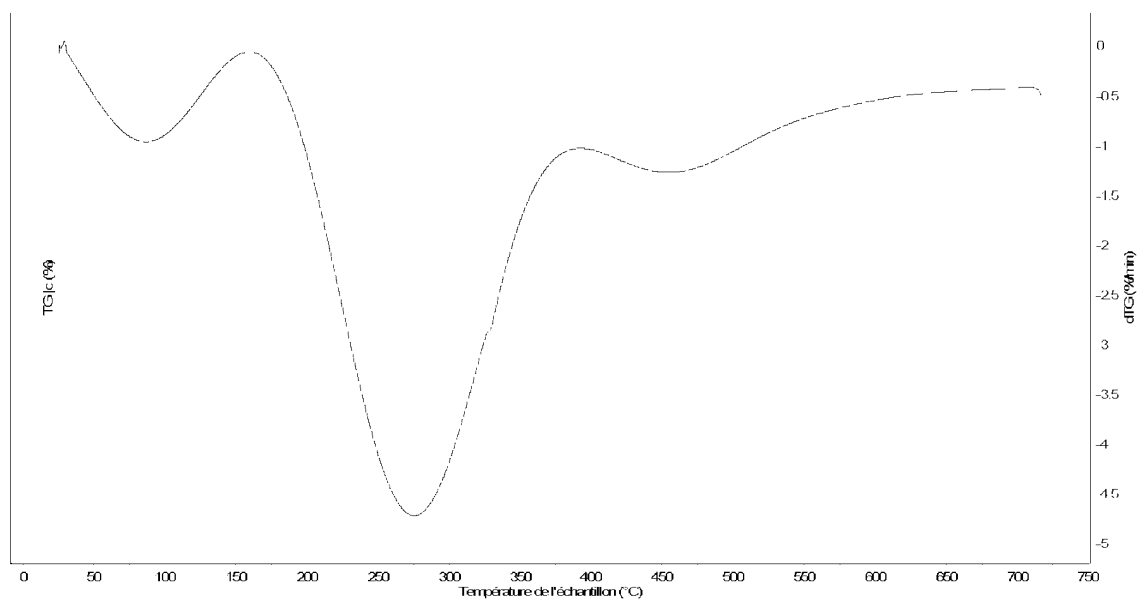
La figure 6 représente le taux d'abattement des ions Cu (II) en fonction du temps par adsorption sur le charbon actif préparé à partir des grains de RP.

### **Application industrielle**

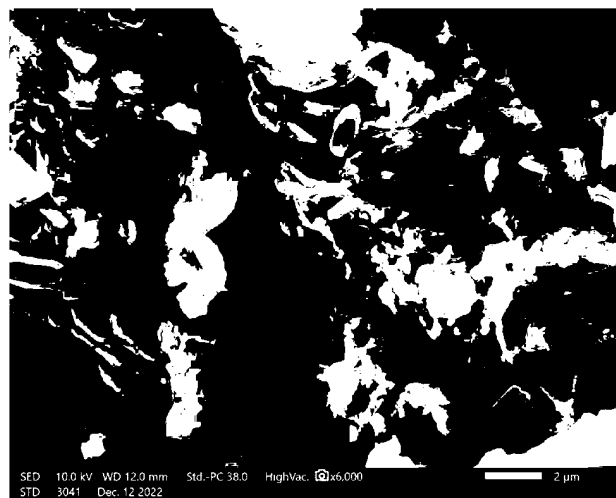
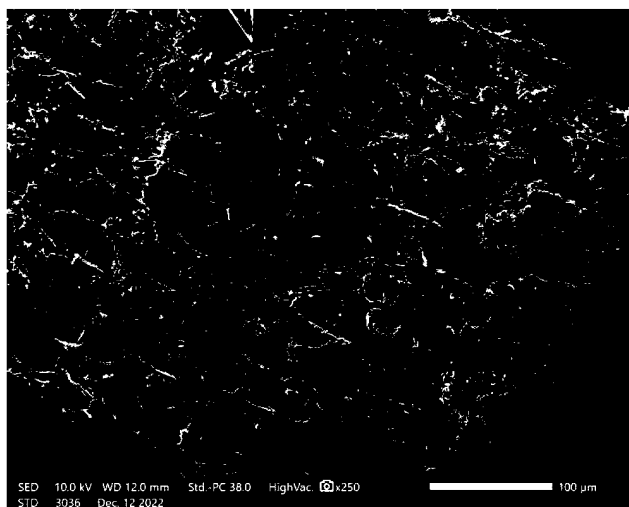
La présente invention concerne un procédé de fabrication du charbon actif à base des grains de '*Rhus pentaphylla*', qui peut être utilisé pour le traitement des eaux usées, dans l'industrie alimentaire, l'industrie pharmaceutique, l'industrie chimique et la purification des biogaz.

## Revendications

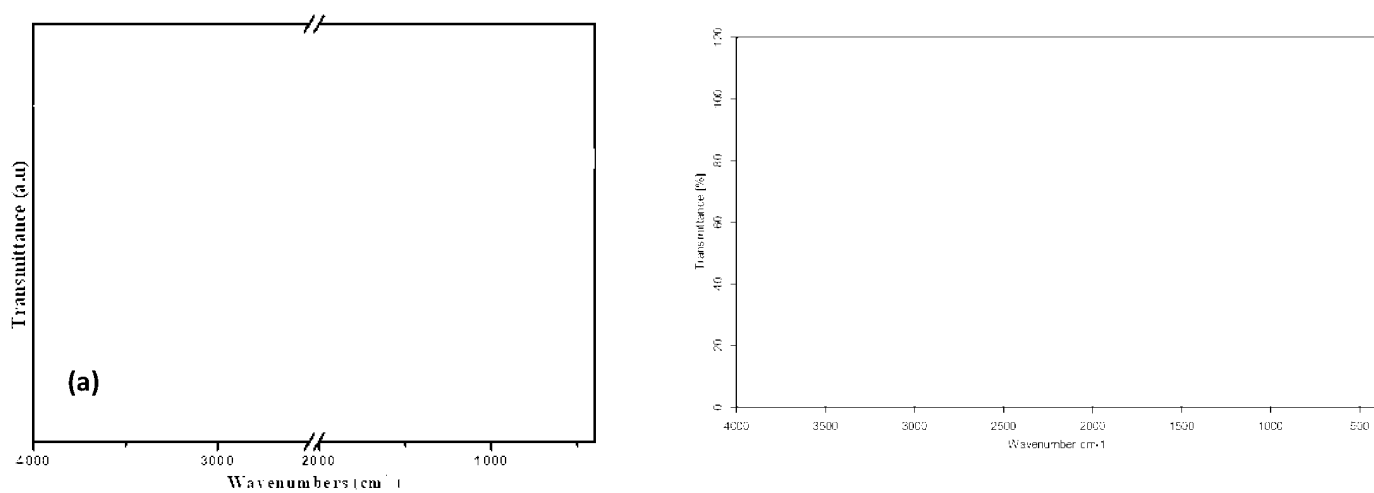
1. Procédé de fabrication du charbon actif caractérisé en ce qu'il utilise les grains de *Rhus pentaphylla* (Tazaghte) comme matière première.
2. Procédé de fabrication du charbon actif, selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes suivantes :
  - ❖ Etape 1 : lavage et séchage à température ambiante des grains de '*Rhus pentaphylla*' ;
  - ❖ Etape 2 : broyage en fines particules des grains de '*Rhus pentaphylla*' lavés et séchés ;
  - ❖ Etape 3 : activation chimique des grains de '*Rhus pentaphylla*' broyés ;
  - ❖ Etape 4 : lavage des grains de '*Rhus pentaphylla*' activés ;
  - ❖ Etape 5 : carbonisation des grains de '*Rhus pentaphylla*' activés ;
  - ❖ Etape 6 : séchage, broyage et tamisage du charbon actif obtenu après carbonisation.
3. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de l'activation chimique est faite avec l'acide sulfurique ou l'acide phosphorique ou l'hydroxyde de potassium ou le chlorure de zinc.
4. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de lavage jusqu'à pH neutre ;
5. Procédé de fabrication du charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation est faite à des températures comprise entre 300 et 900°C
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 tels que les colorants et les métaux lourds.

**Dessins**

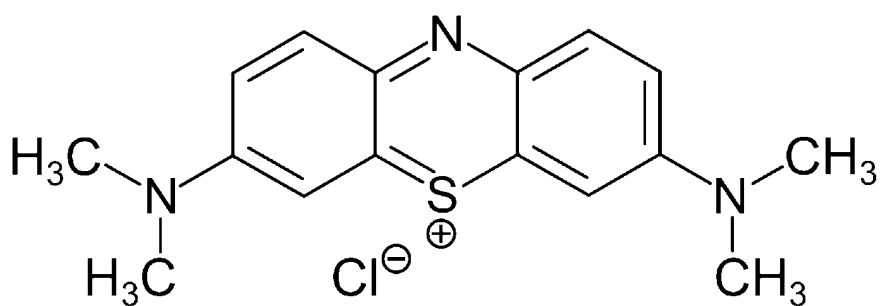
**Figure 1 : TG/DTG des grains de 'Rhus pentaphylla' ;**



**Figure 2 : Images du charbon actif préparé avec des grains de 'Rhus pentaphylla' observées par microscopie électronique à balayage (MEB)**



**Figure 3 : Spectres IR de la biomasse des grains de 'Rhus pentaphylla' (a) et du charbon actif des grains de 'Rhus pentaphylla' (b)**



**Figure 4 : Structure chimique du bleu de méthylène CI 52015**



Figure 6 : Taux d'abattement du CI52015 par le charbon actif du 'Rhus pentaphylla'

Figure 6 : Taux d'abattement des ions Cu (II) par le charbon actif du 'Rhus pentaphylla'

**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 : 59663	Date de dépôt : 08/03/2023
Déposant : UNIVERSITÉ SULTAN MOULAY SLIMANE	
Intitulé de l'invention : Charbon actif préparé à base des grains de 'Rhus pentaphylla' (Tazaghte) 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 <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 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 : 08/06/2023
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	CN109748277A • 2019-05-14 • UNIV HEXI Revendications 1-8	1-7
A	CN109319777A • 2019-02-12 • UNIV JIANGSU Revendications 1-10	1-7
A	CN109482146A • 2019-03-19 • NEW MATERIAL RES INST SHANDONG ACADEMY SCIENCES Revendications 1-6	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 : CN109748277A

D2 : CN109319777A

D3 : CN109482146A

**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 du charbon actif à haute adsorption à partir de scories de furfural qui consiste à laver d'abord le résidu de furfural, après criblage et séchage, à le tremper dans une solution d'acide phosphorique à 50~65%, puis à continuer à le chauffer après carbonisation à haute température pour l'activer ; après activation par calcination, le résidu de furfural est bouilli pour récupérer l'acide phosphorique ; le résidu de furfural récupéré après récupération de l'acide est décapé, séché, broyé et tamisé pour obtenir un produit à base de charbon actif.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 en ce que le charbon actif est préparé à partir des grains de *Rhus pentaphylla*.

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

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 les grains de *Rhus pentaphylla* 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.