

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 60147 A1**
- (51) Cl. internationale : **C01B 32/30; C01B 32/366; C01B 32/324**
- (43) Date de publication : **31.10.2024**
-
- (21) N° Dépôt : **60147**
- (22) Date de Dépôt : **13.04.2023**
- (71) Demandeur(s) : **Université Sidi Mohammed Ben Abdellah, Route d'Immouzer BP 2626, 30000 FES (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **EL KNIDRI Hakima ; IBAGHLIN Hanane ; BELAABED Raja ; ELALAMI Souad ; LAHSINI Ahmed ; ADDAOU Abdellah ; LAAJEB Ali**
- (74) Mandataire : **Ibnsouda saad**
-
- (54) Titre : **Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif à partir des déchets gras éliminés lors du processus de tannage**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne un nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif qui se fait en utilisant les déchets gras éliminés lors du processus de tannage comme matière première, en se basant sur une activation physique qui se fait dans un bain à ultrason suivi d'une carbonisation du produit activé par microonde. Le procédé objet de la présente invention présente l'avantage d'utiliser un déchet issu des industries de tannerie, ce qui résout un problème environnemental majeur, et se fait sans l'utilisation de produits chimiques et avec faible coût énergétique. Ce procédé permet d'obtenir un rendement élevé de charbon actif.

Titre : Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif à partir des déchets gras éliminés lors du processus de tannage

Abrégé

La présente invention concerne un nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif qui se fait en utilisant les déchets gras éliminés lors du processus de tannage comme matière première, en se basant sur une activation physique qui se fait dans un bain à ultrason suivi d'une carbonisation du produit activé par microonde. Le procédé objet de la présente invention présente l'avantage d'utiliser un déchet issu des industries de tannerie, ce qui résout un problème environnemental majeur, et se fait sans l'utilisation de produits chimiques et avec faible coût énergétique. Ce procédé permet d'obtenir un rendement élevé de charbon actif.

Titre : Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif à partir des déchets gras éliminés lors du processus de tannage

Description

▪ Domaine technique

La présente invention s'inscrit dans le domaine des procédés de préparation de charbon actif et plus particulièrement l'invention concerne un nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif à partir des déchets gras éliminés lors du processus de tannage.

▪ Description de l'état de la technique

Le document CN113860931 (A) divulgue un procédé de préparation de charbon actif à partir du fumier de poulet. Ce procédé consiste à porter le fumier de poulet, broyé et tamisé, à une température comprise entre 600-650 °C à une vitesse de chauffage de 8-10 °C/min pour une carbonisation pendant 2-3 heures.

L'invention CN109110757 (A) présente un procédé de préparation de charbon actif à base d'os animal qui comprend les étapes suivantes : mélange des déchets d'os d'animaux broyés avec un activateur pendant 12 à 20 h ; activation pendant 60-90 min à 500-850° C ; lavage du matériau activé avec de l'eau jusqu'à ce que la valeur du pH soit de 6 à 8, puis sécher, acquérant ainsi le charbon osseux actif.

La demande de brevet N°CN109225129 (A) dévoile un procédé de préparation de charbon actif à partir de la paille des rafles de maïs.

Les travaux de Madrigal et al., 2022 discutent la préparation du charbon actif à partir du fumier bovin.

Le brevet N°49232 étale un procédé de préparation de charbon actif qui utilise noyau du NBEG ZIZIPHUS

LOTUS (sidr) comme matière première.

Le document CN113336294 (A) revendique l'utilisation de charbon actif préparé à partir de boues de tannerie pour le traitement des eaux, ce document revendique également le procédé de préparation dudit charbon actif qui comporte les étapes suivante : Séchage des boues de tannerie, sous protection d'atmosphère N₂, élévation de la température jusqu'à la température de pyrolyse (entre 300 et 800°C à une vitesse de 5-10°C/min, et maintien au chaud pendant 2-4 heures.

Mingze Soleil et ses coauteurs ont utilisé des ressources de l'os bovin pour préparer le biochar dans leur article publié en 2023.

Le document intitulé "Biochar from bovine manure as a sustainable additive to improve the anaerobic digestion of cheese whey" expose la préparation du charbon actif à partir du fumier bovin

La publication de Yuling Tang et al., 2021 présente un composite MgO/charbon actif préparé à partir de la peau non tannée via la méthode de co-pyrolyse, dans laquelle le processus a été divisé en trois étapes premièrement la poudre de déchets de peaux non tannées et MgCl₂ ont

été placés dans un flacon de 250 ml et mis à réagir pendant 10 h à 25 °C. Ensuite, la matière solide a été lavée à l'eau et séchée à 40°C. Deuxièmement, le solide séché a été placé dans une nacelle en porcelaine et chauffé à une vitesse de chauffage de 5 °C/min sous une atmosphère de N₂ débit de 200 mL/min, maintenu à 400 °C pendant 2 h pour obtenir les produits de carbonisation.

▪ Exposé de l'invention

Le charbon actif est un matériau poreux issu de la combustion incomplète de toute matière riche en carbone qui est de plus en plus utilisé ces dernières années en raison de ses nombreux avantages. En effet le charbon actif est maintenant considéré comme un matériau durable avancé, qui peut améliorer la fertilité des sols, les rendements agricoles, traiter des eaux polluées et séquestrer le carbone de l'atmosphère.

Avec la popularité croissante du charbon actif et ses nombreuses possibilités d'utilisation, plusieurs recherches ont été menées pour préparer du charbon actif à partir des matières premières à faible coût, respectueuses de l'environnement et facilement disponibles. Durant ces dernières années, la production du charbon actif à partir de déchet d'origine végétal ou animal connaît un énorme intérêt à travers le monde. L'utilisation de ces déchets pour produire du charbon actif offre une alternative durable aux sources de charbon actif traditionnelles, telles que le charbon de bois qui peuvent être plus coûteuses et moins durables, et atténue les problèmes environnementaux causés par le rejet de ces déchets dans l'environnement.

Le procédé de préparation de charbon actif comporte essentiellement deux étapes ; une étape d'activation et une étape de carbonisation ou pyrolyse.

Le secteur des tannerie présente un levier de développement dans plusieurs pays, y compris le Maroc et particulièrement la ville de Fès. Néanmoins, le processus de transformation de la matière première (sous-produits de l'élevage) en produit fini, notamment le cuir, génère des grandes quantités de déchets solides tels que des peaux animales, des poils, des déchets gras, des débris de cuir, Ces déchets sont en général biodégradable mais leur rejet en grandes quantités engendre des problèmes environnementaux.

Dans ce contexte et dans l'objectif de produire un charbon actif à forte valeur ajoutée et gérer les quantités importantes de déchets gras générés par les industries de tanneries, la présente invention concerne un nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif.

Ledit procédé utilise les déchets gras générés lors du processus de tannage comme matière première et se fait en se basant sur une activation physique par ultrason et une carbonisation dans un microonde.

Le procédé objet de la présente invention présente l'avantage d'être inscrit dans une politique de développement durable qui vise à produire un produit à forte valeur ajoutée à partir d'un déchet abondant qui menace l'environnement en utilisant un procédé propre et écologique sans l'utilisation de produit chimique et avec un faible coût énergétique.

▪ Brève description des figures

La figure 1 présente les spectres de Diffraction aux Rayons X du charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention (B) comparé au charbon actif commercial (A).

La figure 2 illustre le spectre Infrarouge du charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention (B) comparé au charbon actif commercial (A).

La figure 3 présente les images obtenues par Microscopie Électronique à Balayage du charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention.

La figure 4 présente le spectre de la microanalyse obtenue par Énergie Dispersive de rayons X (EDX).

du charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention.

▪ Description détaillée de l'invention

La présente invention concerne un nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif qui se fait en utilisant les déchets gras éliminés lors du processus de tannage comme matière première.

Le procédé objet de la présente invention comporte les étapes suivantes :

- a. prétraitement de la matière première ;
- b. activation physique par sonication ; et
- c. carbonisation du produit activé par microonde.

La matière première, utilisée dans ce procédé est issue de la graisse des ovins, bovins et /ou caprins éliminée lors du processus de tannage. Avant son utilisation, cette matière première subit une étape de prétraitement qui comprend une étape de lavage, séchage, broyage et tamisage.

Dans les processus de préparation de charbon actif l'étape de l'activation est une étape qui permet d'améliorer la qualité du charbon actif et se fait généralement soit en utilisant des produits chimiques (activation chimique) ou avec un traitement thermique ou par un gaz (traitement physique)

Selon le procédé objet de la présente invention, l'étape de l'activation physique se fait par sonication en trompant la matière première uniquement dans de l'eau distillée et en la mettant dans un bain à ultrason et ce pour une durée comprise entre 10 minutes et 1 heure.

Selon un mode de réalisation préférentielle, cette étape d'activation se fait dans un bain à ultrason avec une puissance d'environ 140 Watts et une fréquence d'environ 50/60 Hz, pendant une durée de 30 minutes.

L'étape de carbonisation dudit procédé écologique de préparation de charbon actif se fait dans un four à microonde, pour une durée allant de 15minutes à une heure.

Selon un mode de réalisation préférentielle, cette étape de carbonisation se fait dans un four à microonde avec une puissance d'environ 600 Watts pendant environ 30 minutes.

Le procédé écologique objet de la présente invention est un procédé efficace qui donne un rendement de production de charbon actif allant jusqu'à 50%.

Exemple : procédé de production de charbon actif et caractérisation du charbon actif obtenu

Un charbon actif a été préparé en suivant les étapes décrites préalablement avec les conditions opératoires suivantes :

Lavage, séchage, broyage et tamisage de la matière première

Activation physique de la matière première prétraitée dans un bain à ultrason avec une puissance d'environ 140 Watts et une fréquence d'environ 50/60 Hz, pendant une durée de 30 minutes

Carbonisation du produit activé dans un four à microonde avec une puissance d'environ 600 Watts pendant 30 minutes.

Le produit obtenu par lesdites étapes a été caractérisé par Diffraction aux Rayons X, Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier, Microscopie Électronique à Balayage et microanalyse par Énergie Dispersive de rayons X (EDX).

D'après les spectres du Diffraction aux Rayon X illustrés dans la figure 1 nous pouvons voir que le charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention présente pratiquement le même spectre que celui du charbon commercial.

Les résultats obtenus par spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier, illustrés dans la figure 2 montrent que le charbon actif obtenu par le procédé revendiqué dans la présente invention présente les mêmes bandes caractéristiques que le charbon actif commercial.

D'après la figure 3 qui représente les images obtenues par Microscopie Électronique à Balayage nous pouvons voir que le charbon actif obtenu à partir du procédé objet de la présente invention présente une structure poreuse caractéristique du charbon actif.

Finalement le résultat de la microanalyse obtenue par Énergie Dispersive de rayons X (EDX) présenté dans la figure 4 montre que l'échantillon du charbon actif obtenu est pure et ne comporte que du carbone.

▪ **Application industrielle**

Le procédé objet de la présente invention peut être appliqué pour une préparation écologique à faible coût énergétique du charbon actif, le charbon actif préparé peut être appliqué dans des utilisations dans des applications environnementales ou agronomiques.

Revendications

1. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif caractérisé en ce qu'il se fait en utilisant les déchets gras éliminés lors du processus de tannage comme matière première, et qu'il comporte les étapes suivantes :
 - a. prétraitement de la matière première ;
 - b. activation physique par sonication ; et
 - c. carbonisation du produit activé par microonde .
2. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon la revendication 1, caractérisé en ce que la matière première est issue de la graisse des ovins, bovins et /ou caprins .
3. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de prétraitement de la matière première comporte une étape de lavage, séchage, broyage et tamisage de la matière première.
4. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de l'activation physique par sonication se fait en trompant la matière première uniquement dans de l'eau distillée dans un bain à ultrason.
5. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1,2 et 4, caractérisé en ce que l'étape de l'activation se fait dans un bain à ultrason avec une puissance d'environ 140 Watts et une fréquence d'environ 50/60 Hz, pour une durée comprise entre 10 minutes et 1 heure.
6. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1,2, 4 et 5, caractérisé en ce que l'étape d'activation se fait idéalement pendant 30 minutes.
7. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1 et 2, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation se fait dans un four à microonde avec une puissance d'environ 600 Watts.
8. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1, 2 et 7, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation se fait pour une durée allant de 15 minutes à une heure.
9. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon les revendications 1, 2, 7 et 8, caractérisé en ce que l'étape de carbonisation se fait idéalement pendant 30 minutes .
10. Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif, selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il donne un rendement de production de charbon actif allant jusqu'à 50%.

Dessins

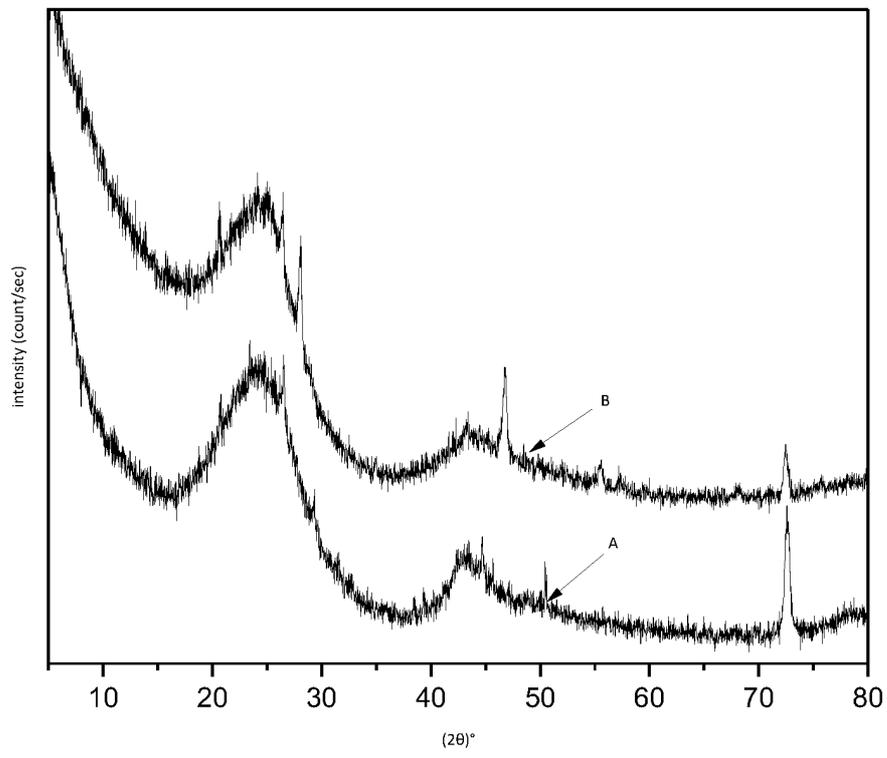


Figure 1

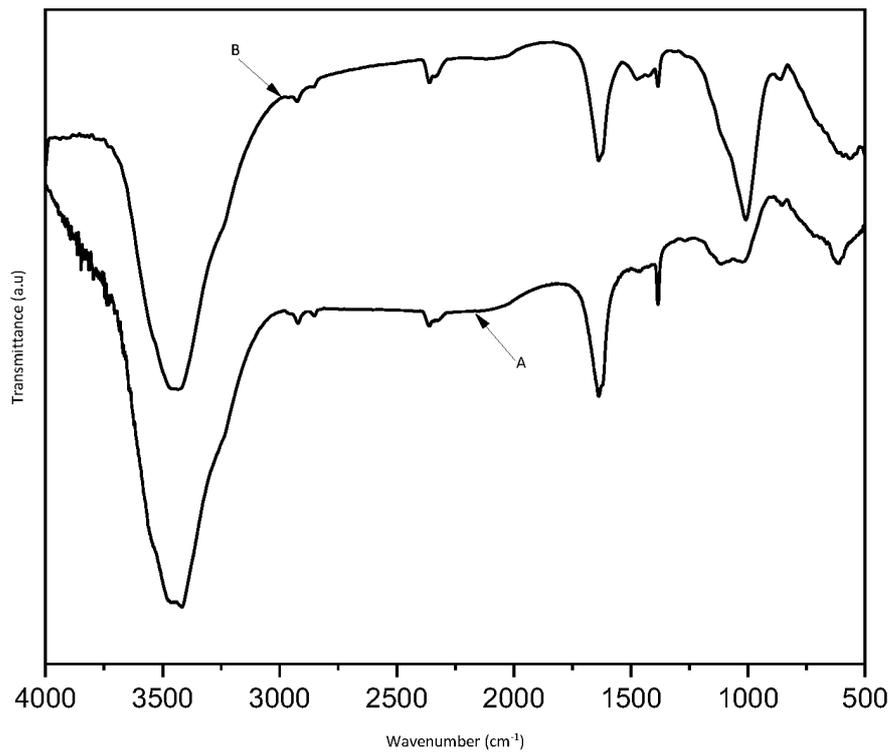


Figure 2

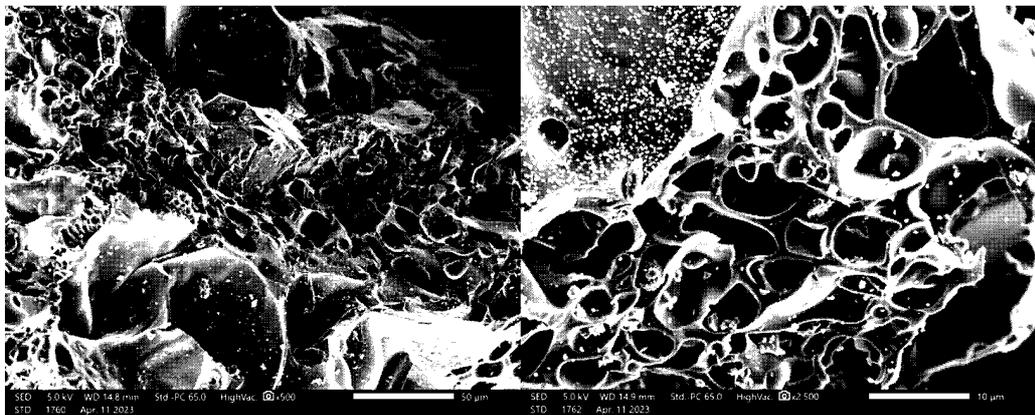


Figure 3

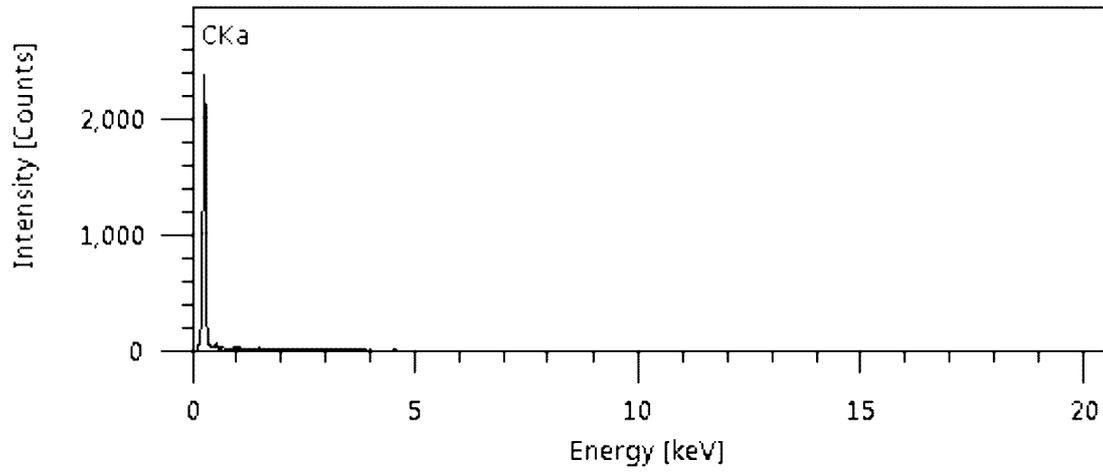


Figure 4

**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 : 60147	Date de dépôt : 13/04/2023
Déposant : Université Sidi Mohammed Ben Abdellah	
Intitulé de l'invention : Nouveau procédé écologique de préparation de charbon actif à partir des déchets gras éliminés lors du processus de tannage	
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: Meslohi Hicham	Date d'établissement du rapport : 02/06/2023
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
10
- Planches de dessin
3 Pages

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01B 32/30, C01B32/324, C01B32/366

CPC : C01B 32/30, C01B32/324, C01B32/366, Y02W30/52

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	Chojnacka, Katarzyna, et al. "Progress in sustainable technologies of leather wastes valorization as solutions for the circular economy." Journal of Cleaner Production 313 (2021): 127902.	1-10
A	IN3851/DEL/2014 A, PAWAN KUMAR BHARTI, 23/12/2014	1-10

***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 1-10	Oui
	Revendications Aucune	Non
Activité inventive	Revendications 1-10	Oui
	Revendications Aucune	Non
Application Industrielle	Revendications 1-10	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 : Progress in sustainable technologies of leather wastes valorization as solutions for the circular economy.

1. Nouveauté

Aucun des documents cités ci-dessus ne divulgue l'ensemble des caractéristiques techniques de la revendication 1, d'où l'objet de ladite revendication est nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Par la suite les revendications 2-10 dépendantes sont aussi nouvelles.

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 est une revue qui présente les dernières solutions technologiques durables liées à l'industrie du cuir et les orientations potentielles pour la valorisation des déchets de cuir, notamment l'obtention du charbon activé.

La différence entre la revendication 1 et le document D1 réside dans le procédé de préparation du charbon activé.

L'effet technique lié à cette différence est le rendement et la faible consommation d'énergie du procédé.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut-être considéré comme la fourniture d'un autre procédé de préparation de charbon actif à partir des déchets éliminés lors du processus de tannage.

La solution proposée dans la présente demande implique une activité inventive. En effet, il n'existe pas d'incitations dans le document D1 pour que l'homme du métier puisse arriver à l'objet de la présente revendication sans faire preuve d'inventivité.

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.

Les revendications 2-10 dépendent de la première revendication dont l'objet est considéré inventif pour les raisons énoncées ci-dessus. Ainsi, elles satisfont également, en tant que telles, aux exigences de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 concernant l'activité inventive.

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.