

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la
Propriété Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
3 septembre 2015 (03.09.2015)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2015/128582 A1

(51) Classification internationale des brevets :
G02F 1/13 (2006.01) **B09B 3/00** (2006.01)
B03B 9/06 (2006.01) **B09B 5/00** (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2015/050452

(22) Date de dépôt international :
25 février 2015 (25.02.2015)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
FR1451573 27 février 2014 (27.02.2014) FR

(71) Déposant : **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)** [FR/FR]; 3, rue Michel Ange, F-75794 CEDEX 16 Paris (FR).

(72) Inventeurs : **MASCHKE, Ulrich**; UMET UMR CNRS 8207 bâtiment C6, Université Lille 1 Sciences et technologie, F-59655 Villeneuve d'Ascq (FR). **MOUNDOUN-GOU, Idriss**; CRT centre de recherche de Trappes, 1 avenue Albert Einstein, F-78193 cedex Trappes (FR). **FOSSI TABIEGA, Guy Joel**; UMET UMR CNRS 8207, bati-

ment C6, Université Lille 1 Sciences et Technologie, F-59655 Villeneuve d'Ascq (FR).

(74) Mandataire : **SCB**; 23, rue du faubourg d'Arras, F-59000 Lille (FR).

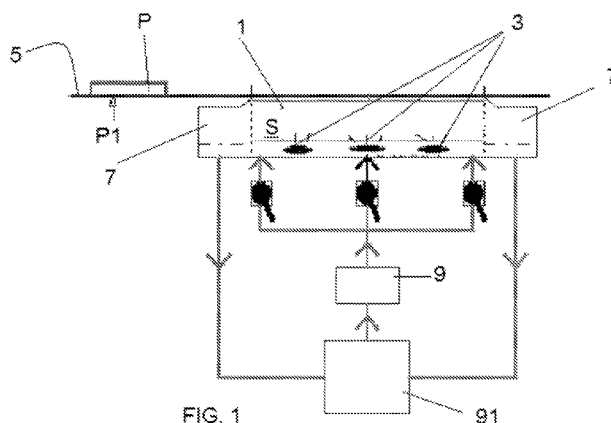
(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : METHOD FOR EXTRACTING THE LIQUID CRYSTALS CONTAINED IN AN ELEMENT THAT COMPRISES A FIRST SUPPORT AND A SECOND SUPPORT - ASSOCIATED DEVICE

(54) Titre : PROCEDE D'EXTRACTION DES CRISTAUX LIQUIDES CONTENUS DANS UN ELEMENT DU TYPE COMPRENANT UN PREMIER ET UN DEUXIEME SUPPORT- DISPOSITIF ASSOCIE



(57) Abstract : The invention relates to a device and a method for extracting the liquid crystals contained in a screen that comprises a first support (P) and a second support (P), each of which has a functional surface (PI). The functional surfaces (PI) are mounted across from each other in such a way as to create a space containing the liquid crystals. In said method, the first and second supports are separated from one another, the functional surfaces thus being at least partially covered by a film of liquid crystals. According to the invention, the functional surface (PI) of the first support (P) and/or the second support (P) is brought in contact with a solution (S) containing at least one solvent that can dissolve the liquid crystals on the functional surface in such a way that said solution is not in contact with the surface opposite the functional surface.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]

WO 2015/128582 A1



SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, —
GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

*avant l'expiration du délai prévu pour la modification des
revendications, sera republiée si des modifications sont
reçues (règle 48.2.h))*

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))

La présente invention concerne un dispositif et procédé d'extraction des cristaux liquides contenus dans un écran du type comprenant un premier et un deuxième support (P) présentant chacun une face fonctionnelle (PI), lesdites faces fonctionnelles (PI) étant montées en regard l'une l'autre de manière à créer un espace contenant lesdits cristaux liquides, selon lequel on sépare lesdits premier et deuxième supports l'un de l'autre, lesdites faces fonctionnelles alors étant au moins partiellement recouvertes d'un film de cristaux liquides. Selon l'invention, on met en contact ladite face fonctionnelle (PI) dudit premier et/ou deuxième support (P) avec une solution (S) contenant au moins un solvant apte à dissoudre lesdits cristaux liquides présents sur ladite face fonctionnelle de manière à ce que ladite solution ne soit pas en contact avec la face opposée à ladite face fonctionnelle.

**PROCEDE D'EXTRACTION DES CRISTAUX LIQUIDES CONTENUS
DANS UN ELEMENT DU TYPE COMPRENANT UN PREMIER ET UN
DEUXIEME SUPPORT- DISPOSITIF ASSOCIE**

5 La présente invention concerne un procédé d'extraction des cristaux liquides contenus dans un élément du type comprenant un premier et un deuxième support.

 Un écran LCD est constitué de deux plaques de verre collées et scellées l'une à l'autre pour former un seul élément appelée la dalle.

10 La dalle est formée de la plaque TFT et de la plaque filtre coloré qui sont montées en face-à-face de manière à former entre elles, un espace qui est rempli de cristaux liquides. La plaque TFT est une plaque de verre recouverte d'une couche de silicium gravée qui forme des transistors (« Thin Film Transistor ») associés à des capacités de stockage. Un film polarisant en
15 acétate de polymère est collé sur sa face externe. La surface de la plaque TFT qui est montée en regard de la plaque filtre coloré est constituée d'une matrice ligne-colonne d'ITO qui permet d'établir les connexions électriques de chaque transistor.

 La plaque filtre coloré est une plaque de verre sur laquelle sont gravés
20 les pixels constitués des trois couleurs: rouge, vert et bleu. Un film polarisant en acétate de polymère est collé sur sa face externe. Toute la surface de la face montée en regard de la plaque TFT est recouverte d'une couche d'ITO d'environ 0,2µm d'épaisseur. Les pixels précités sont situés sous la couche d'ITO. La taille d'un pixel est de 240 x 80µm. Pour augmenter l'effet de
25 contraste, l'ensemble des sous-pixels est entouré d'une zone opaque de couleur noire appelée Black Matrix, également située sous la couche d'ITO.

 L'espace entre ces deux plaques (qui présente une épaisseur de 3 à 5µm) est rempli avec des cristaux liquides. La dalle est reliée à tous les dispositifs électronique et électrique puis intégré dans la coque plastique pour
30 former l'écran de télévision ou d'ordinateur.

 En fin de vie de l'appareil, se pose le problème du démantèlement et de la séparation de chaque constituant pour la valorisation. D'où la nécessité de trouver une solution qui permet d'isoler chaque partie de l'écran sans causer

la dégradation et la pollution des matériaux récupérés. En particulier, il est important d'un point de vue environnemental de pouvoir extraire les cristaux liquides ; d'un point de vue économique, leur recyclage s'avère aussi intéressant.

- 5 Par ailleurs, les fabricants d'écrans n'utilisent pas tous les mêmes cristaux liquides et ceux-ci se modifient de plus dans le temps ce qui complique leur recyclage à l'échelle industrielle.

L'abrégé du document TW 527232 décrit un procédé de traitement d'un écran LCD qui met en œuvre la séparation des deux plaques de la dalle puis
10 leur traitement par immersion dans des bains d'alcools soumis à ultrasons pour dissoudre à la fois les cristaux liquides et le filtre coloré précité.

Un tel procédé ne permet pas de recycler facilement les cristaux liquides extraits du fait de la trop grande complexité du mélange obtenu et de la contamination engendrée, notamment par les bris de verre, la présence
15 d'autres particules, comme par exemple des particules métalliques ou autres provenant la dissolution du filtre coloré et par les films de couverture des deux plaques qui sont également dissouts par la solution alcoolique.

Un but de la présente invention est de fournir un nouveau procédé d'extraction des cristaux liquides contenus dans un élément tel que précité.

- 20 Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé tel que précité qui facilite le recyclage des cristaux liquides, notamment du fait d'une limitation des polluants tant en quantité qu'en nature lors de l'extraction.

Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé tel que précité qui soit facile à mettre en œuvre à l'échelle industrielle.

- 25 Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé d'extraction des cristaux liquides qui soit rapide à mettre en œuvre.

Un autre but de la présente invention est de proposer un procédé d'extraction et de recyclage des cristaux liquides contenus dans un élément tel que précité qui présente un bon rendement.

- 30 Pour atteindre au moins un des buts précités, la présente invention propose un procédé d'extraction des cristaux liquides contenus dans un élément du type comprenant un premier et un deuxième support présentant chacun une face fonctionnelle, lesdites faces fonctionnelles étant montées en

regard l'une l'autre de manière à créer un espace contenant lesdits cristaux liquides, selon lequel on sépare lesdits premier et deuxième supports l'un de l'autre, lesdites faces fonctionnelles alors étant au moins partiellement recouvertes d'un film de cristaux liquides. De manière caractéristique, selon
5 l'invention, on met en contact ladite face fonctionnelle dudit premier et/ou deuxième support avec une solution contenant au moins un solvant apte à dissoudre lesdits cristaux liquides présents sur ladite face fonctionnelle de manière à ce que ladite solution ne soit pas en contact avec la face opposée à ladite face fonctionnelle.

10 Ainsi, selon l'invention, la face fonctionnelle peut seulement affleurer la surface libre de la solution. Le support peut également être disposé dans la solution, le niveau de solution ne dépassant pas alors l'épaisseur du support.

C'est en effet le mérite des inventeurs que d'avoir mis en évidence que la dissolution des cristaux liquides ne nécessite pas l'immersion du support.

15 Au contraire, le seul contact de la face fonctionnelle recouverte de cristaux liquides avec la solution précitée permet de dissoudre les cristaux liquides dans la solution sans dissoudre d'autres matériaux.

L'élément traité peut être un écran d'affichage tel qu'un écran d'ordinateur ou un écran de télévision ou un écran de dispositif d'affichage
20 public.

La solution n'est pas limitée selon l'invention. Il peut s'agir d'une solution organique contenant au moins un solvant choisi parmi l'acétone, l'isopropanol, l'éther de pétrole et les mélanges d'au moins deux de ces solvants. Par « éther de pétrole », on désigne au sens de la présente
25 invention, le mélange d'alcanes correspondant à la fraction de distillation du pétrole ayant le même point d'ébullition que l'éther éthylique. Ce terme désigne en particulier, la fraction 40 à 65 °C, appelée essence G. Tout autre solvant ou mélanges de apolaire aprotique peut être utilisé selon l'invention.

Selon un mode de mise en œuvre, ladite solution est de l'acétone.

30 Avantagusement, on déplace ledit premier et/ou deuxième support dans ladite solution ou à la surface libre de ladite solution. Ce déplacement a pour effet de briser ou d'empêcher la formation d'un film de cristaux liquides à la surface de la solution. Les cristaux liquides ont en effet tendance à former

un tel film qui sature localement la solution et empêche la dissolution des cristaux liquides présents sur la face fonctionnelle dans la solution.

Selon un mode de mise en œuvre, on dispose ladite face fonctionnelle de manière à ce qu'elle soit inclinée vers la surface libre de ladite solution.

- 5 Ceci permet d'éviter la formation d'un film d'air ou de bulles d'air entre les deux surfaces en contact.

- Selon un mode de mise en œuvre particulier qui peut être combiné avec ceux précités, on augmente le niveau de ladite solution de manière à mettre en contact ladite face fonctionnelle avec ladite surface libre de ladite solution. Ceci peut être mis en œuvre lorsque le support est disposé au-dessus de la surface libre de la solution.
- 10

Avantageusement la solution est à une température sensiblement égale ou supérieure à 15°C et sensiblement égale ou inférieure à 30°C, de préférence sensiblement égale 20°C.

- 15 Avantageusement, on génère des ultrasons dans ladite solution de manière à provoquer le phénomène de cavitation, notamment au niveau de ladite face fonctionnelle. Les ultrasons générés favorisent l'arrachage des cristaux liquides situés sur la face fonctionnelle.

- Ces ultrasons peuvent avoir une fréquence sensiblement égale ou supérieure ou égale à 15KHz et sensiblement égale ou inférieure ou égale à 30KHz Hz.
- 20

Avantageusement, on génère des ultrasons ayant une densité de puissance sensiblement égale ou supérieure à 8W/L et de préférence sensiblement égale à 24W/L.

- 25 Avantageusement, on crée une circulation de ladite solution au moins au niveau de ladite surface libre de ladite solution. Cette mise en circulation de la solution permet d'évacuer la chaleur éventuellement produite par les ultrasons ou autre. En effet, cette mise en circulation augmente la surface de la solution en contact avec l'air extérieur. Cette mise en circulation permet donc de stabiliser la température de la solution acide. La mise en circulation précitée permet également d'homogénéiser la solution: on obtient ainsi une solution contenant une concentration homogène en composés dissouts, à proximité de la face fonctionnelle et ailleurs. La solution n'est ainsi pas saturée
- 30

en cristaux liquides au niveau de la face fonctionnelle ce qui diminuerait son efficacité. La circulation permet d'éviter la formation d'un film de cristaux liquides à la surface de la solution. La mise en circulation peut être mise en œuvre de diverses manières, par agitation, par pompage et injection ou tout
5 autre moyen connu.

La température de la solution peut être maintenue par tout moyen approprié. Les ultrasons provoquent un échauffement de la solution. Avantageusement, on maintient la température de ladite solution en contact avec ladite face fonctionnelle par ajout d'une quantité donnée d'une solution
10 contenant au moins un solvant apte à dissoudre les cristaux liquides, ladite solution étant à une température donnée. Ceci permet également de créer un mouvement dans la solution. Selon l'invention, les supports ne sont pas limités en forme et en matériaux. Le premier et/ou deuxième support peut comporter une face fonctionnelle recouverte d'un filtre coloré lui-même au moins
15 partiellement recouvert par une couche d'ITO et ladite face opposée dudit premier et/ou deuxième support peut comporter un film solide en matériau soluble dans ladite solution. Le premier et/ou deuxième support peut être en verre, en matière plastique ou en tout autre matériau.

Dans le cas précité, le fait de ne pas mettre en contact la face opposée
20 à la face fonctionnelle avec la solution diminue grandement les risques de contamination des cristaux liquides contenus dans la solution qui deviennent ainsi facilement recyclables.

La récupération des cristaux liquides peut être mise en œuvre par distillation ; lorsque la concentration en cristaux liquides dans ladite solution
25 atteint une valeur donnée, on distille, de préférence sous vide, ladite solution de manière à récupérer un mélange de cristaux liquides. Avantageusement, on filtre on filtre la solution avant distillation afin de séparer les particules solides des cristaux liquides

Avantageusement, on filtre ledit mélange de cristaux liquides obtenu.

30 Avantageusement, après filtration, on sépare par chromatographie les différents cristaux liquides en réalisant une chromatographie éclair (« flash ») dudit mélange de manière à obtenir au moins deux fractions.

Selon un mode particulier de mise en œuvre, on analyse une petite quantité de chacune desdites fractions afin de déterminer la composition dudit mélange et de choisir les paramètres opératoires permettant de séparer les divers cristaux liquides contenus dans ladite fraction et l'on fait passer le reste
5 de ladite fraction sur une colonne chromatographique préparative en utilisant lesdits paramètres opératoires. Par « paramètres opératoires », on entend au sens de la présente invention, notamment, la température de l'éluant, sa nature, la pression appliquée

Avantageusement, lorsque la concentration en cristaux liquides dans
10 ladite solution atteint ladite valeur donnée, on renouvelle ladite solution et on teste sur ladite solution contenant ladite quantité donnée de cristaux liquides, lesdits paramètres opératoires déterminés lors du traitement des fractions obtenues la solution précédente. On réalise ainsi une extraction en batch. Quand le bain de solution est saturé en cristaux liquides, on test les
15 paramètres obtenus pour le traitement du bain précédent. Cela permet de prendre en compte la diversité de nature des cristaux liquides utilisés selon les fabricants d'écrans et les modifications dans le temps des cristaux liquides qui réagissent entre eux, par exemple, ou sont dégradés.

La présente invention concerne également un dispositif permettant la
20 mise en œuvre du procédé selon l'invention et qui comprend au moins une cuve remplie d'une solution contenant au moins un solvant apte à dissoudre les cristaux liquides, ladite solution forme une surface libre, le dispositif comporte, en outre, des moyens de convoyage d'un support présentant une face fonctionnelle au moins partiellement recouverte d'une couche de cristaux
25 liquides et ladite cuve et lesdits moyens de convoyage sont adaptés pour mettre en contact ladite face fonctionnelle avec ladite solution de manière à ce que ladite solution ne soit pas en contact avec la face opposée à ladite face fonctionnelle.

Avantageusement, lesdits moyens de convoyage sont conformés pour
30 faire affleurer ladite face fonctionnelle au niveau de ladite surface libre, ce qui permet d'éviter tout contact entre la solution et la face opposée.

Avantageusement, lesdits moyens de convoyage sont conformés pour déplacer ledit support dans ladite cuve, au moins lorsque ladite face

fonctionnelle est en contact avec ladite solution contenue dans ladite cuve. Le temps de passage du support et les dimensions de la cuve sont ajustées pour obtenir la dissolution souhaitée des cristaux liquides.

Les moyens de convoyage ne sont pas limités selon la présente invention. Il peut s'agir de câbles ou de cordes, de moyens de succion du support, ou d'un grillage en acier inoxydable, par exemple.

La cuve peut comporter des moyens générateurs d'ultrasons.

Selon un mode de réalisation, la cuve comporte un bord sensiblement au niveau duquel se situe ladite surface libre formée par ladite solution, au moins une ouverture de débordement est ménagée dans ledit bord, ladite cuve comprend, en outre, un bac de récupération adapté pour recevoir la solution qui déborde par ladite ouverture de débordement et ledit dispositif comporte des moyens formant pompe conformés pour injecter la solution contenue dans ledit bac de récupération dans ladite cuve et créer ainsi une circulation de ladite solution. Les moyens formant pompe permettent également d'augmenter les échanges thermiques avec l'extérieur de manière à refroidir la solution ; en effet, lorsque la solution quitte la cuve et circule dans les conduites reliant la pompe à la cuve, la solution se refroidit à travers les conduites en contact avec l'air ambiant.

Avantageusement, le dispositif de l'invention permet également le recyclage des cristaux liquides et comporte, en outre, une colonne à distiller permettant de séparer les cristaux liquides de ladite solution, un filtre pour filtrer le mélange de cristaux liquides obtenus par distillation, une colonne de chromatographie éclair pour fractionner le mélange filtré, une colonne analytique couplée à des moyens d'identification des composés contenus dans chacune des fractions pour définir les paramètres opératoires à mettre en œuvre pour séparer lesdits composés et une colonne préparative pour séparer lesdits composés de ladite fraction qui est commandée par des moyens de contrôle couplés à ladite colonne analytique et auxdits moyens d'identification de manière à fonctionner en mettant en œuvre lesdits paramètres opératoires.

La présente invention, ses caractéristiques et les divers avantages qu'elle procure apparaîtront mieux à la lecture de la description qui suit d'un

mode de réalisation de la présente invention, cité en tant qu'exemple non limitatif et qui fait référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la Fig. 1 représente une vue schématique selon une coupe longitudinale d'un mode de réalisation du dispositif de l'invention ;
- 5 - la Fig. 2 représente une vue schématique en coupe selon la largeur de la cuve du dispositif de la Fig. 1 ;
- la Fig. 3 représente la disposition des moyens générateurs d'ultrasons dans la cuve du dispositif de la Fig. 1 ; et
- la Fig. 4 représente l'installation de séparation qui permet le recyclage
- 10 des cristaux liquides ;

En référence à la Fig. 1, un mode de réalisation particulier du dispositif de l'invention va maintenant être décrit.

Comme représenté sur la Fig. 1, le dispositif de l'invention comporte une cuve 1, de section sensiblement rectangulaire, dont le fond 11 est équipé

15 de cônes générateurs d'ultrasons 3 répartis sur le fond 11 de la cuve. La répartition des cônes sera plus amplement détaillée en référence à la Fig. 3. Le dispositif de l'invention comporte des moyens de convoyage qui comportent dans le cas présent une pluralité de câbles 5, parallèles entre eux. De chaque côté de la cuve 1 se trouve un bac de récupération 7 qui permet de

20 récupérer la solution débordant de la cuve 1. Le dispositif comporte également une pompe 9 et un réservoir 91. Le réservoir 91 est relié par des conduites au fond de chacun des bacs de récupération 7. La pompe 9 est reliée au réservoir 91 et à trois points d'injections ménagés dans le fond 11 de la cuve 1. La pompe 9 est adaptée pour aspirer la solution contenue dans le réservoir 91

25 et l'injecter dans la cuve 1 de manière à faire monter le niveau de la solution S dans la cuve 1.

La Fig. 1 représente le dispositif de l'invention avant passage du support P au-dessus de la cuve 1. Le support P présente une épaisseur e et comporte une face fonctionnelle P1 recouverte d'une couche de cristaux

30 liquides. La face fonctionnelle P1 est posée sur les câbles 5. Les câbles 5 sont tendus au-dessus de la cuve 1 et sont distants de la surface de la solution S contenue dans la cuve 1. Des moyens de mise en mouvement (non représentés) permettent de déplacer les câbles 5 selon leur longueur, ce qui a

pour effet de déplacer le support P posé sur les câbles 5 vers la cuve 1. Les câbles 5 sont parallèles à la longueur de la cuve 1.

Comme représenté sur la Fig. 2, les parois de la cuve 1 qui sont perpendiculaires aux câbles 5 comportent des ouvertures de débordement 13 pour le passage des câbles 5. Les ouvertures de débordement 13 débouchent au niveau du bord supérieur de la cuve 1. Ainsi, lorsque la pompe 9 est à l'arrêt, la surface de la solution S se trouve au niveau du fond des ouvertures de débordement 13 ; les câbles 5 ne sont ainsi pas en contact avec la solution. Un espace d'environ 1mm sépare les câbles 5 du fond des ouvertures 13.

10 Dans le mode de réalisation représenté, le dispositif de l'invention comporte trois câbles 5 parallèles qui passent chacun dans une ouverture de débordement 13 précitée. Les ouvertures de débordement 13 permettent à la solution de déborder dans les bacs de récupération 7, lorsque son niveau dépasse le fond de ces dernières.

15 La Fig. 3 représente la disposition des cônes générateurs d'ultrasons 3 sur le fond 11 de la cuve 1. Les cônes 3 sont disposés selon 4 lignes parallèles à la largeur de la cuve 1 et donc perpendiculaires aux câbles 5. Chaque ligne comprend 8 générateurs d'ultrasons 3. Si l'on considère deux lignes contigües, les cônes 3 d'une ligne sont disposés au niveau des espaces

20 qui séparent les cônes 3 de l'autre ligne.

Le procédé de l'invention va maintenant être décrit en référence aux Fig. 1 et 2. Le support P est disposé sur les câbles 5, la face fonctionnelle P1 recouverte d'un film de cristaux liquides en appui sur ces derniers. Les câbles 5 sont ensuite mis en mouvement. Le mouvement des câbles 5 entraîne le support P vers la cuve 1. La vitesse de déroulement des câbles 5 est ajustée pour obtenir une dissolution satisfaisante du film de cristaux liquides . La pompe 9 est mise en route avant que le support P ne se trouve au-dessus de la cuve 1. Le niveau de la solution dans la cuve 1 augmente et celle-ci déborde au niveau des ouvertures de débordement 13 sans que son niveau ne s'abaisse. Le support P approche de la cuve 1 et la surface fonctionnelle

25

30

affleure alors la surface libre de la solution. Ce contact entre les deux surfaces, se fait sans qu'il n'y ait de bulles ou de film d'air entre les deux surfaces. Les ultrasons générés accélèrent la dissolution des cristaux liquides dans la

solution. Le débordement de la solution au niveau des ouvertures de débordement 13 permet de ne pas avoir un film de cristaux liquides à la surface de la solution, ce qui gênerait la dissolution du film de cristaux liquides recouvrant la face fonctionnelle P1. Les câbles 5 étant toujours en mouvement, le support P continue d'avancer dans la solution S, la pompe 9 ajoute en continue de la solution provenant du réservoir 91 et/ou des bacs de récupération 7 ce qui permet de maintenir le niveau de la solution S dans la cuve, de refroidir cette dernière et d'éviter la formation d'un film de cristaux liquides à la surface de la solution. Les cônes générateurs d'ultrasons 3 génèrent des ultrasons qui provoquent la cavitation au niveau de la face P1 : des microbulles se forment au niveau de la surface de la face P1 ; ces microbulles implosent à la surface de la face fonctionnelle du support, favorisant un décrochage plus rapide des cristaux liquides. On constate que le film de cristaux liquides est dissout car la face fonctionnelle ne présente plus un aspect huileux.

La solution contenue dans la cuve 1 peut servir à traiter plusieurs supports. Elle est ensuite traitée afin de recycler les cristaux liquides.

En référence à la Fig. 4, la solution contenue dans la cuve 1 et contenant une quantité donnée de cristaux liquides est introduite dans une colonne à distiller 100 de manière à évaporer la solution. On obtient d'une part la solution régénérée qui est recyclée vers la cuve 1 et un mélange de cristaux liquides. Ce mélange est filtré sur un filtre à poche 200. Le mélange filtré est ensuite analysé.

EXEMPLE

L'efficacité du procédé a été testé grâce à des essais avec une machine pilote sur une trentaine d'écrans LCD de différentes dimensions. Le résultat obtenu est un nettoyage parfait du substrat de verre démontrant ainsi la solubilisation des cristaux liquides dans le solvant qui dans le cas présent était de l'acétone. Comme les cristaux liquides se présentent sous la forme de gel visqueux, ils laissent apparaître sur la surface de la plaque de verre un aspect huileux facilitant ainsi, le contrôle visuel de leur solubilisation.

La cuve pilote a été mise en œuvre pour permettre des essais en laboratoire. Elle présente des dimensions de 750 mm x 600 mm x 30 mm avec

une capacité de 13,5 L de solvant. La hauteur du solvant est donc de 30 mm avec une inclinaison de 1,5°. L'activation ultrasonore est assurée par une série de 16 cônes collés en fond de cuve correspondant à 2 générateurs qui fournissent un total de 800 W mais l'extraction des cristaux liquides ne
5 nécessite que 30% de la puissance totale soit 240 W.

Le solvant utilisé est l'acétone pure. La solution contenue dans la cuve 1 est donc de l'acétone.

Un support provenant d'un écran LCD est traité en 44s selon le procédé de l'invention, quelles que soient ses dimensions.

10 Après traitement de plusieurs écrans, l'acétone contenant les cristaux liquides dissouts est distillée. Les essais de distillation ont été réalisés au laboratoire avec un évaporateur rotatif sous vide.

Pour accélérer davantage l'évaporation, le ballon 1 est plongé dans un bain marie d'eau chaude (la température est ajustée en fonction du point
15 d'ébullition du solvant). On procède ainsi à l'évaporation jusqu'à disparition complète du solvant du ballon. D'un autre côté on recueille le solvant après condensation, autrement dit le solvant recyclé.

Le résidu de la distillation correspondant aux cristaux liquides récupérés et du solvant résiduel est placé dans une étuve maintenue à une
20 température qui prend en compte le point d'ébullition du solvant (56°C pour l'acétone) pendant environ 3h. A la sortie de l'étuve, des opérations successives de pesées et séjours à l'étuve sont effectuées environ toutes les dix minutes pour contrôler l'évaporation complète des résidus de solvant. Cet objectif est atteint lorsqu'une stabilisation de la masse de l'échantillon de
25 cristaux liquides est observée.

La bonne qualité de ces matières a été vérifiée grâce à différentes études de caractérisation physico-chimique. Il ressort des analyses par spectroscopie infrarouge et RMN ^1H que les produits récupérés présentant des noyaux aromatiques et des chaînes aliphatiques conformes à la
30 description théorique de ces molécules. En spectroscopie infrarouge (IRTF), on observe des liaisons C-H (autour de 3000 cm^{-1}) des noyaux aromatiques confirmés par des pics représentant les vibrations des liaisons C-H ($1600\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$) ou C=C ($970\text{-}960\text{ cm}^{-1}$) et des chaînes aliphatiques – CH_2 (1470-

1430 cm^{-1}), CH_3 (1400-1350 cm^{-1}) – et/ou alors d'autres types liaisons telles que N-H (1640-1480 cm^{-1}) ou C-O (1150 cm^{-1}). En spectroscopie RMN ^1H , on observe des signaux correspondant aux groupements chimiques identifiés par IRTF.

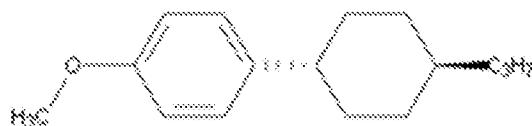
- 5 La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse nous a permis d'identifier un certain nombre de cristaux liquides contenus dans les dalles LCD.

Il est à noter qu'au cours de l'analyse, les premières molécules qui migrent dans la colonne, et qui sont représentées sur l'axe des abscisses (X) entre 0 et 14 minutes de temps d'élution, correspondent à des entités reléguées par le septum (pastille en caoutchouc localisée en tête de colonne).

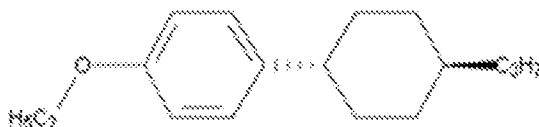
Les molécules correspondantes aux pics du chromatogramme ont été identifiées à la suite de l'exploitation des résultats de la spectrométrie de masse grâce à l'exploitation d'une base de données regroupant un certain nombre de structures moléculaires connues.

Les molécules suivantes ont été identifiées grâce à cette technique dans le cas d'un écran de la marque Samsung® traité selon le procédé de l'invention:

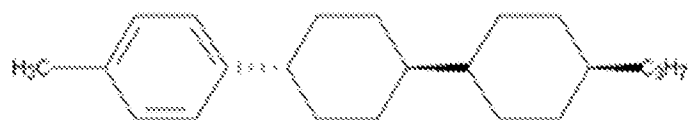
- 20 - 1-methoxy-4-(4-propylcyclohexyl) benzène trans-p-(4-propylcyclohexyl) phenetole ; CAS-81936-32



- 1-Ethoxy-4-(4-propyl-cyclohexyl)-benzène trans-p-(4-propylcyclohexyl) phenetole ; CAS-RN: 80944-44-1



- 25 - 4'-Propyl-4-p-tolyl-bicyclohexyl benzène, 1-methyl-4-[(trans,trans)-4'-propyl[1,1'-bicyclohexyl]-4-yl], CAS/84656-75-7



Revendications :

1. Procédé d'extraction des cristaux liquides contenus dans élément du type comprenant un premier et un deuxième support présentant chacun une face fonctionnelle, lesdites faces fonctionnelles étant montées en regard l'une
5 l'autre de manière à créer un espace contenant lesdits cristaux liquides, selon lequel on sépare lesdits premier et deuxième supports l'un de l'autre, lesdites faces fonctionnelles étant alors au moins partiellement recouvertes d'une couche de cristaux liquides, caractérisé en ce que l'on met en contact ladite face fonctionnelle dudit premier et/ou deuxième support avec une solution
10 contenant au moins un solvant apte à dissoudre lesdits cristaux liquides présents sur ladite face fonctionnelle de manière à ce que ladite solution ne soit pas en contact avec la face opposée à ladite face fonctionnelle.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite solution est une solution organique contenant au moins un solvant choisi parmi
15 l'acétone, l'isopropanol, l'éther de pétrole et les mélanges d'au moins deux de ces solvants.
3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que ladite solution est de l'acétone.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,
20 caractérisé en ce que l'on déplace ledit premier et/ou deuxième support dans ladite solution.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on dispose ladite face fonctionnelle de manière à ce qu'elle soit inclinée vers la surface libre de ladite solution.
- 25 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on augmente le niveau de ladite solution dans ledit bain de manière à mettre en contact ladite face fonctionnelle avec ladite surface libre de ladite solution.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes,
30 caractérisé en ce que ladite solution est à une température sensiblement égale ou supérieure à 15°C et sensiblement égale ou inférieure à 30°C, de préférence sensiblement égale 20°C.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on génère des ultrasons dans ladite solution de manière à provoquer le phénomène de cavitation, notamment au niveau de ladite face fonctionnelle.

5 9. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'on génère des ultrasons ayant une fréquence sensiblement égale ou supérieure ou égale à 15KHz et sensiblement égale ou inférieure ou égale à 30KHz.

10 10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que l'on génère des ultrasons ayant une densité de puissance sensiblement égale ou supérieure à 8 W/L et de préférence sensiblement égale à 24W/L.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on crée une circulation de ladite solution au moins au niveau de ladite surface libre de ladite solution.

15 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'on maintient la température de ladite solution en contact avec ladite face fonctionnelle par ajout d'une quantité donnée d'une solution contenant au moins un solvant apte à dissoudre les cristaux liquides, ladite solution étant à une température donnée.

20 13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit premier et/ou deuxième support comporte une face fonctionnelle recouverte d'un filtre coloré lui-même au moins partiellement recouvert par une couche d'ITO et en ce que ladite face opposée dudit premier et/ou deuxième support comporte un film solide en matériau soluble
25 dans ladite solution.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que lorsque la concentration en cristaux liquides dans ladite solution atteint une valeur donnée, on distille, de préférence sous vide, ladite solution de manière à récupérer un mélange de cristaux liquides.

30 15. Procédé selon la revendication 14, caractérisé en ce que l'on filtre ledit mélange de cristaux liquides obtenu.

16. Procédé selon la revendication 14, caractérisée en ce qu'après filtration, on sépare par chromatographie les différents cristaux liquides en réalisant une

chromatographie éclair dudit mélange de manière à obtenir au moins deux fractions.

17. Procédé selon la revendication 16, caractérisé en ce que l'on analyse une petite quantité de chacune desdites fractions afin de déterminer la composition dudit mélange et de choisir les paramètres opératoires permettant de séparer les divers cristaux liquides contenus dans ladite fraction et en ce que l'on fait passer le reste de ladite fraction sur une colonne chromatographique préparative en utilisant lesdits paramètres opératoires.

18. Procédé selon la revendication 17, caractérisé en ce que lorsque la concentration en cristaux liquides dans ladite solution atteint ladite valeur donnée, on renouvelle ladite solution et en ce que on teste sur ladite solution contenant ladite quantité donnée de cristaux liquides, lesdits paramètres opératoires déterminés lors du traitement des fractions obtenues la solution précédente.

19. Dispositif permettant la mise en œuvre du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une cuve (1) remplie d'une solution contenant au moins un solvant apte à dissoudre les cristaux liquides, en ce que ladite solution forme une surface libre, en ce qu'il comporte, en outre, des moyens de convoyage (50) d'un support présentant une face fonctionnelle au moins partiellement recouverte d'un film de cristaux liquides et en ce que ladite cuve (1) et lesdits moyens de convoyage sont adaptés pour mettre en contact ladite face fonctionnelle avec ladite solution de manière à ce que ladite solution ne soit pas en contact avec la face opposée à ladite face fonctionnelle.

20. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que lesdits moyens de convoyage sont conformés pour faire affleurer ladite face fonctionnelle au niveau de ladite surface libre.

21. Dispositif selon l'une des revendications 19 à 20, caractérisé en ce que lesdits moyens de convoyage comportent au moins un câble apte à venir en contact avec ladite face fonctionnelle pour supporter ledit support

22. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 19 à 21, caractérisé en ce que ladite cuve (21) comporte des moyens générateurs d'ultrasons (3).

23. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 19 à 22, caractérisé en ce que ladite cuve (1) comporte un bord sensiblement au niveau duquel se situe ladite surface libre formée par ladite solution, en ce qu'au moins une ouverture de débordement (13) est ménagée dans ledit bord, en ce que ladite cuve (1) comprend, en outre, un bac de récupération (7) adapté pour recevoir la solution qui déborde par ladite ouverture de débordement (13) et en ce que ledit dispositif comporte des moyens formant pompe (9) conformés pour injecter la solution contenue dans ledit bac de récupération dans ladite cuve (1) et créer ainsi une circulation de ladite solution dans ladite cuve.

24. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 19 à 23, caractérisé en ce qu'il comporte, en outre, une colonne à distiller (100) permettant de séparer les cristaux liquides de ladite solution, un filtre (200) pour filtrer le mélange de cristaux liquides obtenus par distillation, une colonne de chromatographie éclair pour fractionner le mélange filtré, une colonne analytique couplée à des moyens d'identification des composés contenus dans chacune des fractions pour définir les paramètres opératoires à mettre en œuvre pour séparer lesdits composés et une colonne préparative pour séparer lesdits composés de ladite fraction qui est commandée par des moyens de contrôle couplés à ladite colonne analytique et auxdits moyens d'identification de manière à fonctionner en mettant en œuvre lesdits paramètres opératoires.

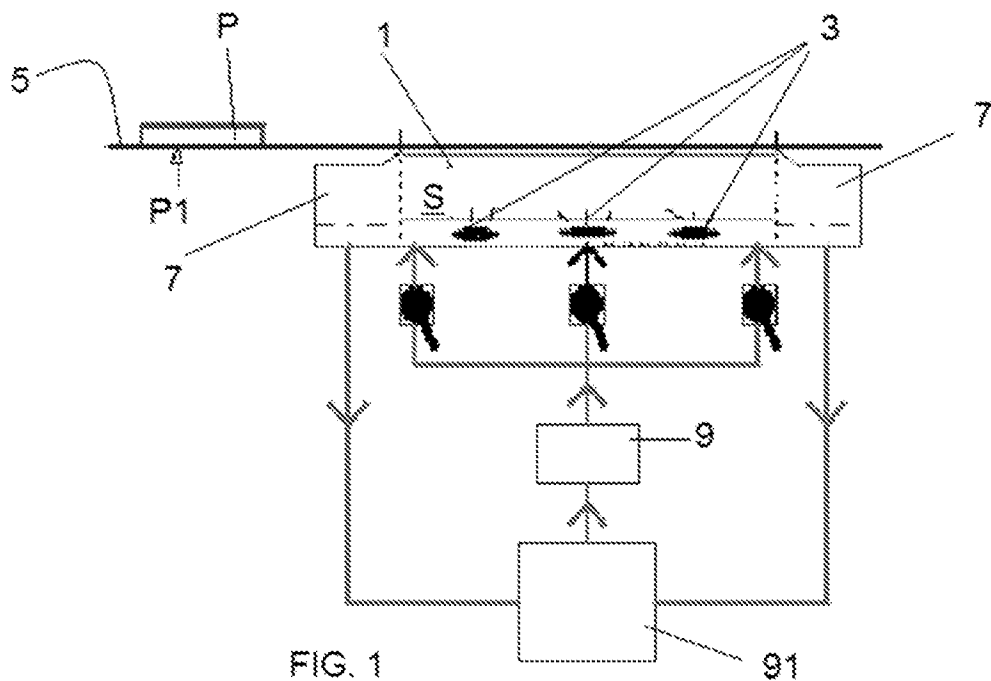


FIG. 1

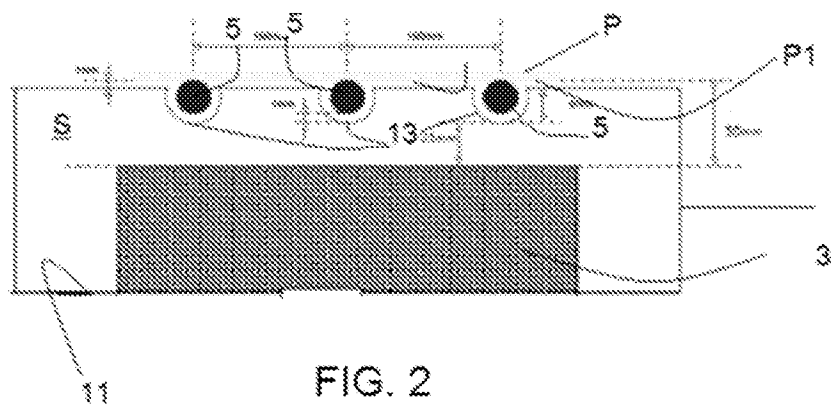


FIG. 2

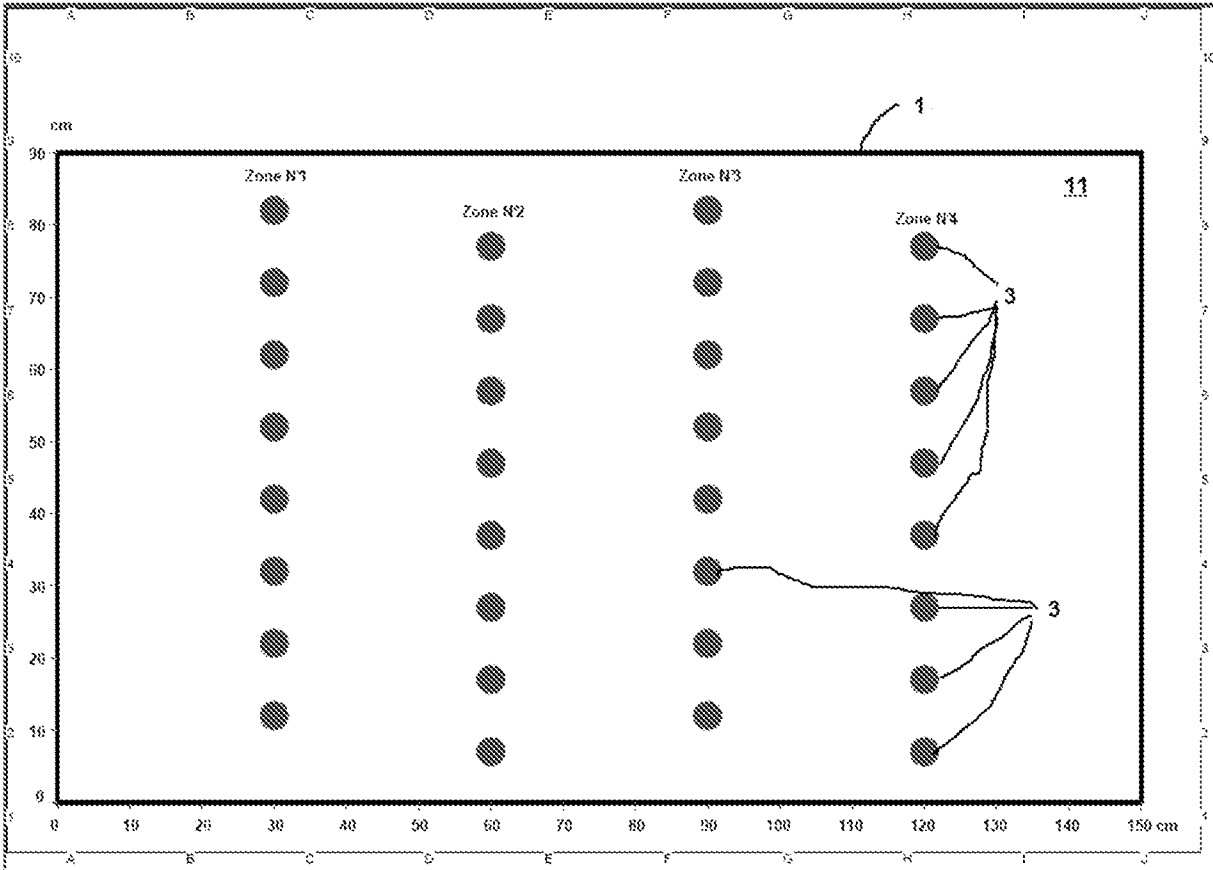
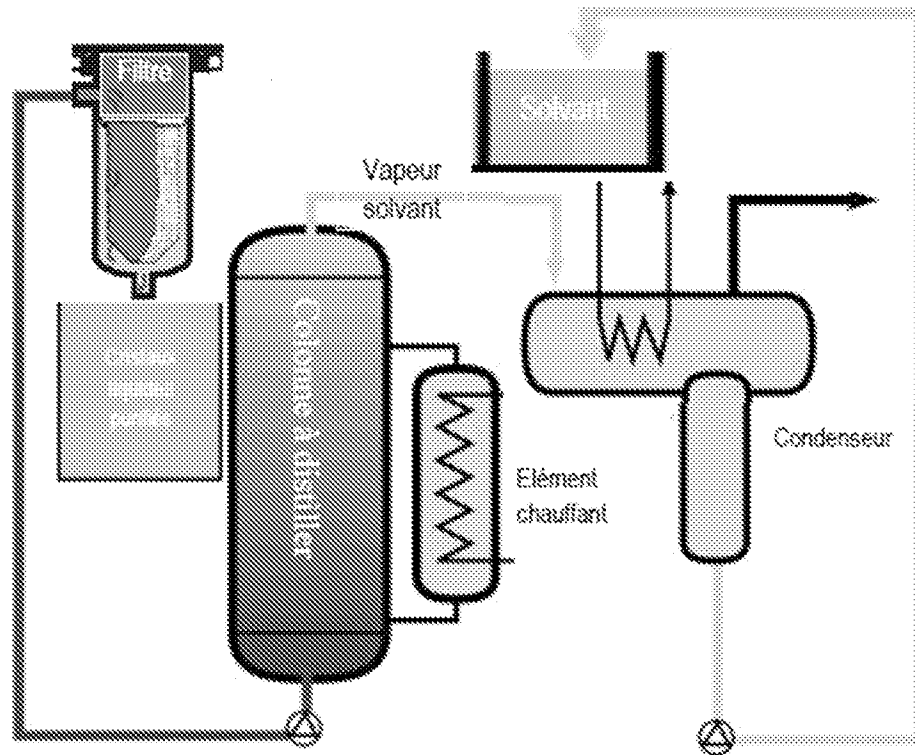


FIG. 3

3/3

FIG. 4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2015/050452

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. G02F1/13 B03B9/06 B09B3/00 B09B5/00 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) G02F B03B B09B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002 254059 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP) 10 September 2002 (2002-09-10) paragraphs [0026] - [0055]; figures 1,2 -----	1-24
A	JP 2010 089075 A (IND TECH RES INST) 22 April 2010 (2010-04-22) paragraphs [0001], [0010] - [0020], [0024], [0029], [0032], [0039]; figures 1,2 -----	1-24
A	JP 2002 126688 A (SHARP KK) 8 May 2002 (2002-05-08) paragraphs [0006] - [0010], [0019] - [0035]; figure 1 ----- -/--	1-24
☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 19 June 2015		Date of mailing of the international search report 13/07/2015
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Tassinari, Francesca

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/FR2015/050452

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	LI J ET AL: "Recovery of valuable materials from waste liquid crystal display panel", WASTE MANAGEMENT, ELSEVIER, NEW YORK, NY, US, vol. 29, no. 7, 1 July 2009 (2009-07-01), pages 2033-2039, XP026084229, ISSN: 0956-053X, DOI: 10.1016/J.WASMAN.2008.12.013 [retrieved on 2009-01-20] page 233 - page 236 -----	1-24
A	JP 2010 119967 A (TOYOTA MOTOR CORP) 3 June 2010 (2010-06-03) paragraphs [0009], [0013] - [0022]; figures 1-3 -----	19-24

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/FR2015/050452

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 2002254059	A	10-09-2002	NONE	

JP 2010089075	A	22-04-2010	JP 4740362 B2	03-08-2011
			JP 2010089075 A	22-04-2010
			KR 20100019975 A	19-02-2010

JP 2002126688	A	08-05-2002	NONE	

JP 2010119967	A	03-06-2010	NONE	

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/FR2015/050452

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. G02F1/13 B03B9/06 B09B3/00 B09B5/00 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) G02F B03B B09B		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	JP 2002 254059 A (MITSUBISHI MATERIALS CORP) 10 septembre 2002 (2002-09-10) alinéas [0026] - [0055]; figures 1,2 -----	1-24
A	JP 2010 089075 A (IND TECH RES INST) 22 avril 2010 (2010-04-22) alinéas [0001], [0010] - [0020], [0024], [0029], [0032], [0039]; figures 1,2 -----	1-24
A	JP 2002 126688 A (SHARP KK) 8 mai 2002 (2002-05-08) alinéas [0006] - [0010], [0019] - [0035]; figure 1 ----- -/-	1-24
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "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 "&" document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 19 juin 2015		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 13/07/2015
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Tassinari, Francesca

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	LI J ET AL: "Recovery of valuable materials from waste liquid crystal display panel", WASTE MANAGEMENT, ELSEVIER, NEW YORK, NY, US, vol. 29, no. 7, 1 juillet 2009 (2009-07-01), pages 2033-2039, XP026084229, ISSN: 0956-053X, DOI: 10.1016/J.WASMAN.2008.12.013 [extrait le 2009-01-20] page 233 - page 236 -----	1-24
A	JP 2010 119967 A (TOYOTA MOTOR CORP) 3 juin 2010 (2010-06-03) alinéas [0009], [0013] - [0022]; figures 1-3 -----	19-24

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/FR2015/050452

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2002254059 A	10-09-2002	AUCUN	
JP 2010089075 A	22-04-2010	JP 4740362 B2 JP 2010089075 A KR 20100019975 A	03-08-2011 22-04-2010 19-02-2010
JP 2002126688 A	08-05-2002	AUCUN	
JP 2010119967 A	03-06-2010	AUCUN	