

①9 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

①1 N° de publication : **3 092 575**  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)  
②1 N° d'enregistrement national : **19 01325**

⑤1 Int Cl<sup>8</sup> : **C 02 F 1/58** (2019.01), C 02 F 1/52, 101/10, C 01 B 25/  
32

①2 **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION** **A1**

②2 **Date de dépôt** : 11.02.19.

③0 **Priorité** :

④3 **Date de mise à la disposition du public de la demande** : 14.08.20 Bulletin 20/33.

⑤6 **Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire** : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

⑥0 **Références à d'autres documents nationaux apparentés** :

**Demande(s) d'extension** :

⑦1 **Demandeur(s)** : CORTEEL Patricia — FR.

⑦2 **Inventeur(s)** : CORTEEL Patricia.

⑦3 **Titulaire(s)** : CORTEEL Patricia.

⑦4 **Mandataire(s)** : AQUINOV.

⑤4 **Dispositif de déphosphatation de l'eau à partir d'apatite et procédé de fabrication d'apatite pour un tel dispositif.**

⑤7 Dispositif de déphosphatation de l'eau, le dispositif étant à fonction de percolation et comportant de l'apatite, caractérisé en ce que l'apatite est d'origine osseuse et animale excluant toute origine humaine. Ce dispositif peut en particulier être utilisé dans le traitement des eaux usées, tel qu'à partir de filtres plantés.

FR 3 092 575 - A1



## Description

### **Titre de l'invention : Dispositif de déphosphatation de l'eau à partir d'apatite et procédé de fabrication d'apatite pour un tel dispositif**

- [0001] L'invention concerne le domaine de la déphosphatation de l'eau, notamment d'eaux usées telles que de stations d'épuration.
- [0002] L'invention sera plus particulièrement décrite en regard d'une application de déphosphatation d'eaux usées, en particulier à partir de filtres plantés de végétaux, sans toutefois y être limitée. L'invention peut être utilisée pour tout traitement de l'eau visant une déphosphatation.
- [0003] Il est de plus en plus courant d'épurer les eaux usées, en particulier pour les petites et moyennes collectivités, à partir de filtres plantés de végétaux du type roseaux. Ces filtres sont à base de sable et de graviers et utilisent des végétaux pour rendre perméable la boue des eaux usées. Ces filtres sont à écoulement vertical ou horizontal. La granulométrie des graviers, les différentes couches successives drainantes, les moyens d'aération, la saturation hydrique de certaines couches contribuent à la performance de ces ouvrages de traitement.
- [0004] Toutefois, certaines formes azotées et phosphorées des eaux usées ne parviennent pas totalement à être épurées par ces ouvrages filtrants. Plusieurs solutions ont été proposées. Pour l'azote ammoniacal, une solution est la recirculation des effluents via un filtre horizontal ; une autre solution encore est l'utilisation d'un matériau filtrant constitué d'une zéolithe de type chabasite, et intégré au filtre planté ou bien associé à une cuve d'un dispositif filtrant agencé en aval du filtre planté et pompant l'eau traité en sortie du filtre planté. Quant au phosphore, il est connu d'utiliser des sels métalliques, notamment à base d'aluminium ou de fer, ou encore comme décrit dans le brevet FR2873678B1, d'intégrer au filtre planté, en particulier à un filtre saturé en eau du type filtre horizontal, des granules en carbonate de calcium tel que de l'apatite issue de roches, en particulier de la fluoroapatite carbonate ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ ). Par le contact de l'eau avec l'apatite, s'opère sur l'apatite un phénomène d'adsorption-précipitation de sorte à engendrer une cristallisation du phosphore présent dans l'eau à traiter. L'apatite permet ainsi de retenir le phosphore.
- [0005] L'apatite est une roche dont les gisements sont le plus souvent sédimentaires. Aujourd'hui, les gisements sont localisés et exploités en très grande quantité pour la fabrication d'engrais, ce qui rend difficile l'approvisionnement pour d'autres applications telles que celle à des filtres plantés. En outre, l'exploitation de l'apatite rocheuse ne participe pas au développement durable, toute la chaîne d'extraction et de transport ayant un impact sur l'environnement, et l'exploitation des gisements épuisant

les ressources fossiles. Par ailleurs, l'apatite extraite n'est pas toujours pure et peut contenir des métaux lourds qui sont à proscrire dans le traitement de l'eau.

- [0006] L'invention a donc pour but de proposer une nouvelle solution dans la déphosphatation de l'eau, qui puisse notamment être simple de mise en œuvre, sans problème d'approvisionnement, restant accessible dans le temps, et limitant les effets sur l'environnement.
- [0007] L'invention est relative à un dispositif de déphosphatation de l'eau, ledit dispositif étant à fonction de percolation (c'est-à-dire qu'il est destiné à être saturé en eau lors de son utilisation), comportant de l'apatite, et caractérisé en ce que l'apatite est d'origine osseuse et animale excluant toute origine humaine (issue d'os d'origine exclusivement animale). L'apatite d'origine osseuse et animale est l'hydroxy-apatite, de formule  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ .
- [0008] Pour assurer l'adsorption et la précipitation du phosphore présent dans l'eau à traiter, la fonction de percolation a son importance, le dispositif de l'invention devant être saturé en eau lors de son utilisation pour garantir un temps de contact approprié entre l'eau et l'apatite d'origine osseuse afin de conduire au moins à l'adsorption et la précipitation du phosphore contenu dans l'eau, de préférence d'au moins une heure, en particulier d'une à cinq heures.
- [0009] Contre toute attente, l'hydroxy-apatite d'origine osseuse (d'origine animale à l'exclusion d'une origine humaine) est tout aussi efficace que la fluoroapatite d'origine rocheuse qui est l'apatite la plus souvent utilisée dans les filtres plantés. L'apatite d'origine osseuse présente l'avantage d'être pure, contrairement à l'apatite d'origine rocheuse qui l'est très rarement. Ainsi, la fonction d'adsorption-précipitation en vue d'une cristallisation efficace est systématiquement assurée avec l'apatite d'origine osseuse, procurant des résultats optimaux et reproductibles.
- [0010] Avantagusement, l'apatite d'origine osseuse animale est issue du recyclage d'os d'origine animale, favorisant ainsi une valorisation des déchets. Les os d'origine animale proviennent de co-produits alimentaires ou de sous-produits animaux. De plus, l'apatite utilisée n'étant pas d'origine rocheuse, elle n'a plus besoin d'être extraite de carrières. L'utilisation de l'apatite osseuse participe ainsi au développement durable.
- [0011] Selon une autre caractéristique, l'apatite d'origine osseuse est constituée uniquement de la partie minérale de l'os en lui ayant ôté toute fraction organique, en particulier via un traitement par pyrolyse et/ou sonication. D'autres procédés de destruction de la matière organique liée à l'os peuvent être envisagés.
- [0012] Les os ont été concassés en vue de leur utilisation.
- [0013] L'apatite d'origine osseuse selon l'invention se présente sous la forme d'un matériau concassé qui garde sa structure alvéolaire, garantissant la fonction d'adsorption-précipitation lors de son utilisation. L'apatite d'origine osseuse se

présente sous forme granulaire, de préférence de granulométrie d'au moins 2 mm, en particulier dans l'application de traitement d'eaux usées pour éviter tout colmatage du filtre. L'apatite d'origine osseuse est notamment calibrée selon des granulométries par exemple entre 2 et 6 mm, 6 et 12 mm et 6 et 10 mm.

- [0014] Dans un exemple de réalisation préféré, le dispositif de déphosphatation est utilisé dans un dispositif d'épuration d'eaux usées (domestiques, agricoles, industrielles ou autres), en particulier dans les couches d'un filtre planté de roseaux ou en aval du filtre (à la suite du filtre dans une installation séparée). Dans une telle utilisation de filtre planté, la granulométrie est d'au moins 2 mm afin d'éviter un colmatage du filtre.
- [0015] Selon une autre caractéristique, le pH de l'eau destinée à être contenue dans le dispositif de déphosphatation de l'invention, est d'au moins 5,5, afin que l'eau ne soit pas trop acide et ainsi éviter tout risque de dissolution de l'apatite.
- [0016] La concentration en calcium de l'eau entrant dans le dispositif de déphosphatation de l'invention, ne doit pas constituer un élément limitant de la cristallisation du phosphore. Aussi veillera-t-on si besoin à adapter le taux de calcium dans l'eau à traiter.
- [0017] Le dispositif de déphosphatation de l'invention peut être utilisé quel que soit le type d'écoulement de l'eau, écoulement vertical, horizontal, tidal, ou autre. Le dispositif de déphosphatation pourra en effet être utilisé selon un écoulement tidal, du moment à respecter un temps de contact suffisant de l'eau avec l'apatite.
- [0018] L'invention est également relative à un procédé de fabrication d'apatite d'origine osseuse pour son utilisation dans un dispositif de déphosphatation de l'invention précité, le procédé comprenant les étapes suivantes sans ordre nécessairement prédéfini :
- récupération d'os d'origine animale,
  - traitement des os pour ôter toute fraction organique, de préférence par pyrolyse et/ou sonication,
  - concassage des os,
  - éventuellement tri des os concassés selon différentes granulométries, et nécessité du tri en cas d'utilisation des os au moins pour le traitement d'eaux usées afin d'éliminer toute granulométrie inférieure à 2 mm.
- [0019] Après l'étape de traitement des os pour retirer toute fraction organique, l'os restant est purement un matériau minéral.
- [0020] L'invention est également relative à une nouvelle utilisation de l'apatite d'origine osseuse et animale (non humaine), caractérisée en ce que ladite apatite d'origine osseuse et animale est utilisée pour la déphosphatation de l'eau, notamment dans le traitement des eaux usées. A titre d'exemples préférés, l'apatite d'origine osseuse est utilisée dans la rétention du phosphore dissous dans des plans/retenues d'eau eu-

trophisées, ou dans des eaux de ruissellement issues de parcelles agricoles, ou dans des baignades naturelles également appelées piscines biologiques.

- [0021] La présente invention est maintenant décrite à l'aide d'un exemple uniquement illustratif et nullement limitatif de la portée de l'invention.
- [0022] Le dispositif de déphosphatation est mis en œuvre dans une station d'épuration dimensionnée par exemple pour 200 équivalent-habitants, recevant uniquement des eaux usées domestiques (réseau séparatif).
- [0023] La station d'épuration est conçue de la manière suivante :
- un premier étage de filtre planté de roseaux à écoulement vertical, alimenté par bâchées des eaux usées à traiter,
  - un deuxième étage de filtre planté de roseaux à écoulement vertical, alimenté par bâchées depuis le premier étage,
  - un troisième étage de filtre planté de roseaux à écoulement horizontal, alimenté depuis le deuxième étage.
- [0024] Selon l'invention, le dispositif de déphosphatation contenant l'hydroxy-apatite d'origine osseuse et animale est de préférence intégré au troisième étage. Le dispositif de déphosphatation est alimenté en continu. Il est saturé en eau à traiter.
- [0025] Le premier étage de filtre(s) planté(s) de roseaux, à écoulement vertical, présente une superficie par exemple de 240 m<sup>2</sup>. Il comporte de manière connue, du haut vers le bas pour un filtre planté :
- une couche filtrante composée de gravillons fins (2 à 6 mm, par exemple), et étant le siège de l'enracinement des roseaux,
  - au moins une couche de transition composée de gravillons moyens (une couche avec des gravillons de 6 à 12 mm, puis une couche avec des gravillons de 12 à 20 mm, par exemple), et
  - une couche de drainage en fond du filtre composée de graviers grossiers (de granulométrie de 20 à 40 mm, par exemple).
- [0026] La hauteur totale du massif filtrant de ce premier étage est par exemple de 80 cm. Les effluents sont récupérés via un réseau de drains en fond du filtre.
- Le deuxième étage de filtre(s) planté(s) de roseaux, à écoulement vertical, est alimenté par le premier étage. Sa superficie est par exemple de 160 m<sup>2</sup>. Le deuxième étage comporte pour chaque filtre de haut en bas, dont l'épaisseur totale est par exemple de 80 cm :
- une couche filtrante composée de sable (par exemple de granulométrie de 0 à 4 mm),
  - au moins une couche, de préférence deux ou trois couches de transition composées de gravillons moyens (par exemple de granulométrie de 4 à 10 mm pour une couche, puis de 10 à 20 mm pour la couche suivante), et

- une couche de drainage composée de graviers grossiers (de granulométrie de 20 à 40 mm par exemple).

[0027] Les effluents sont récupérés via un réseau de drains en fond du filtre du second étage.

[0028] Le troisième étage de filtre planté de roseaux, à écoulement horizontal, mesure par exemple 400 m<sup>2</sup>, en présentant une largeur par exemple de l'ordre de 30 m. Ce troisième étage comprend de l'entrée vers la sortie :

- un gabion d'alimentation en galets (de granulométrie de 60 à 100 mm par exemple) de préférence sur 50 cm de long environ,

- des gravillons moyens (de granulométrie par exemple 6 à 12 mm) de préférence sur 10 m de long,

- de l'apatite d'origine osseuse et animale (de granulométrie par exemple de 6 à 12 mm) de préférence sur 4,5 m de long, et

- un gabion d'évacuation en galets (de granulométrie de 60 à 100 mm par exemple) de préférence de 50 cm de long environ.

[0029] Au moins le volume du filtre comprenant l'apatite d'origine osseuse et animale constitue le dispositif de déphosphatation de l'invention. Au moins ce volume du filtre comprenant l'apatite d'origine osseuse et animale est saturé en eau. De préférence, les effluents mettent 1 à 5 heures pour passer jusqu'au gabion d'évacuation. Ce temps est suffisant pour obtenir au moins une adsorption et une précipitation du phosphore contenu dans les effluents grâce à l'apatite, procurant ainsi une captation du phosphore.

[0030] Le dispositif de déphosphatation à partir de l'apatite d'origine osseuse et animale est particulièrement efficace, puisqu'en sortie du filtre, la concentration de phosphore est inférieure à 2 mg/l, voire même 1 mg/l.

[0031] En outre, cette apatite d'origine osseuse et animale pourra également retenir certains métaux lourds, en particulier le plomb.

## Revendications

- [Revendication 1] Dispositif de déphosphatation de l'eau, comportant de l'apatite, caractérisé en ce que l'apatite est d'origine osseuse et animale excluant toute origine humaine.
- [Revendication 2] Dispositif de déphosphatation selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'apatite d'origine osseuse animale est issue du recyclage d'os d'origine animale.
- [Revendication 3] Dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'apatite d'origine osseuse est constituée uniquement de la partie minérale de l'os en lui ayant ôté toute fraction organique, en particulier via un traitement par pyrolyse et/ou sonication.
- [Revendication 4] Dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que l'apatite d'origine osseuse se présente sous forme granulaire, de préférence de granulométrie d'au moins 2 mm, notamment en étant calibrée selon des granulométries entre 2 et 6 mm, 6 et 12 mm et 6 et 10 mm.
- [Revendication 5] Dispositif d'épuration d'eaux usées, caractérisé en ce qu'il comporte un dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications précédentes, en particulier dans les couches d'un filtre planté de roseaux ou en aval du filtre, de préférence avec une granulométrie d'au moins 2 mm.
- [Revendication 6] Procédé de déphosphatation caractérisé en ce qu'il met en œuvre un dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, le dispositif étant saturé en eau lors de son utilisation pour garantir un temps de contact approprié entre l'eau et l'apatite d'origine osseuse afin de conduire au moins à l'adsorption et la précipitation du phosphore contenu dans l'eau, de préférence d'au moins une heure, en particulier d'une à cinq heures.
- [Revendication 7] Procédé de déphosphatation caractérisé en ce qu'il met en œuvre un dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, ou procédé de déphosphatation selon la revendication précédente, caractérisé en ce que le pH de l'eau contenue dans le dispositif de déphosphatation, est d'au moins 5,5.
- [Revendication 8] Procédé de fabrication d'apatite d'origine osseuse pour son utilisation dans un dispositif de déphosphatation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, le procédé comprenant les étapes suivantes sans ordre

nécessairement prédéfini :

- récupération d'os d'origine animale,
- traitement des os pour ôter toute fraction organique, de préférence par pyrolyse et/ou sonication,
- concassage des os,
- éventuellement tri des os concassés selon différentes granulométries, et nécessité du tri en cas d'utilisation des os au moins pour le traitement d'eaux usées afin d'éliminer toute granulométrie inférieure à 2 mm.

[Revendication 9]

Utilisation d'apatite d'origine osseuse et animale excluant toute origine humaine, caractérisée en ce que ladite apatite d'origine osseuse est utilisée pour la déphosphatation de l'eau, notamment dans le traitement des eaux usées.

**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 868023  
FR 1901325

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS   |  | Revendication(s)<br>concernée(s)   | Classement attribué<br>à l'invention par l'INPI |
|---|--|--|---|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes   |  |   |
| X   | H Korir ET AL: "The development of bone char-based filters for the removal of fluoride from drinking water",<br>1 <sup>er</sup> janvier 2009 (2009-01-01), XP055637701,<br>Extrait de l'Internet:<br>URL:https://wedc-knowledge.lboro.ac.uk/resources/conference/34/Korir_H_-_189.pdf<br>[extrait le 2019-10-30]<br>* pages 2-5 *<br>* tableau 1 * | 1-9  | C02F1/58<br>C02F1/52<br>C02F101/10<br>C01B25/32 |
| X   | JP S56 40483 A (ATAKA CONSTRUCTION & ENG)<br>16 avril 1981 (1981-04-16)<br>* abrégé *<br>* figure 1 *  | 1-7,9  |   |
| X   | Justin Thomas: "Bone Char: A Very Effective Filter - MetaEfficient",<br>6 <sup>ème</sup> mai 2014 (2014-05-06), XP055637832,<br>Extrait de l'Internet:<br>URL:https://metaefficient.com/water-filters/bonechar-underrated-amazingly-effective-filter.html<br>[extrait le 2019-10-31]<br>* le document en entier *                                  | 1-5,8  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHÉS (IPC)<br>C02F |
|   | -----<br>-/--<br>-----   |  |   |
| Date d'achèvement de la recherche   |  | Examineur  |   |
| 31 octobre 2019   |  | Janssens, Christophe   |   |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS   |  | T : théorie ou principe à la base de l'invention   |   |
| X : particulièrement pertinent à lui seul   |  | E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. |   |
| Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie |  | D : cité dans la demande   |   |
| A : arrière-plan technologique  |  | L : cité pour d'autres raisons   |   |
| O : divulgation non-écrite  |  | .....  |   |
| P : document intercalaire   |  | & : membre de la même famille, document correspondant  |   |

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)



**RAPPORT DE RECHERCHE  
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement national

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FA 868023  
FR 1901325

| DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS   |   | Revendication(s) concernée(s)  | Classement attribué à l'invention par l'INPI |
|---|---|--|--|
| Catégorie   | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes   |  |  |
| X   | SARTZ LOTTA ET AL: "Treatment of Acidic and Neutral Metal-Laden Mine Waters with Bone Meal Filters",<br>MINE WATER AND THE ENVIRONMENT, SPRINGER BERLIN HEIDELBERG, BERLIN/HEIDELBERG, vol. 32, no. 4,<br>1 novembre 2013 (2013-11-01), pages 293-301, XP035323939,<br>ISSN: 1025-9112, DOI: 10.1007/S10230-013-0248-2<br>[extrait le 2013-11-01]<br>* figure 1 * | 1-5  |  |
| X   | -----<br>KR 2007 0119283 A (UNIV IND & ACAD COLLABORATION [KR])<br>20 décembre 2007 (2007-12-20)<br>* revendication 1 *<br>-----  | 1,2,4  |  |
|   |   |  | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)         |
|   |   | Date d'achèvement de la recherche  | Examineur                                    |
|   |   | 31 octobre 2019  | Janssens, Christophe                         |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS   |   | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>.....<br>& : membre de la même famille, document correspondant |  |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |   |  |  |

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1901325 FA 868023**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **31-10-2019**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

| Document brevet cité<br>au rapport de recherche |   | Date de<br>publication | Membre(s) de la<br>famille de brevet(s) | Date de<br>publication |
|---|---|------------------------|---|------------------------|
| JP S5640483                                     | A | 16-04-1981             | AUCUN                                   |                        |
| -----   |   |                        |   |                        |
| KR 20070119283                                  | A | 20-12-2007             | AUCUN                                   |                        |
| -----   |   |                        |   |                        |