



(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2005/12/16  
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2006/06/29  
(45) Date de délivrance/Issue Date: 2012/03/13  
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2007/05/31  
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2005/013821  
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2006/066903  
(30) Priorité/Priority: 2004/12/20 (GB0427740.6)

(51) Cl.Int./Int.Cl. *C02F 1/50* (2006.01)  
(72) Inventeurs/Inventors:  
EDMUNDS, STEPHANIE, GB;  
GILBERT, PAUL DOUGLAS, GB;  
TALBOT, ROBERT ERIC, GB  
(73) Propriétaire/Owner:  
RHODIA UK LIMITED, GB  
(74) Agent: ROBIC

(54) Titre : TRAITEMENT DE BOUES D'EPURATION  
(54) Title: TREATMENT OF SEWAGE SLUDGES

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention fournit un procédé permettant de réduire la teneur en pathogènes de boues d'épuration comprenant les étapes consistant à (a) ajouter aux boues une quantité efficace d'un composé phosphoré et (b) maintenir le composé phosphoré en contact avec les boues pendant un temps suffisant pour réduire la quantité de pathogènes présente dans les boues d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.



(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  
29 juin 2006 (29.06.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2006/066903 A1**

- (51) Classification internationale des brevets :  
*C02F 1/50* (2006.01)
- (21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/EP2005/013821
- (22) Date de dépôt international :  
16 décembre 2005 (16.12.2005)
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
0427740.6 20 décembre 2004 (20.12.2004) GB
- (71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) : **RHODIA UK LIMITED** [GB/GB]; Oak House, Reeds Crescent, Watford Hertfordshire WD24 4QP (GB).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : **EDMUNDS, Stéphanie** [GB/GB]; 18 St Annes Road, Willenhall West Midlands WV13 1ED (GB). **GILBERT, Paul, Douglas** [GB/GB]; Alexandra, Sunray Avenue, Whitstable Kent CT5 4EJ (GB). **TALBOT, Robert, Eric** [GB/GB]; 3 Meridan Close, Cannock Staffordshire WS11 1QG (GB).
- (74) Mandataires : **ANDRIEU-SIFFLET, Isabelle** etc.; RHODIA SERVICES, Direction de la Propriété Industrielle, 40 Rue de la Haie-Coq, F-93306 Aubervilliers Cedex (FR).
- (81) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (84) États désignés (*sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible*) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Publiée :  
— avec rapport de recherche internationale
- En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

(54) Title: TREATMENT OF SEWAGE SLUDGES

(54) Titre : TRAITEMENT DE BOUES D'EPURATION

(57) Abstract: The invention relates to a method permitting the reduction in content of pathogens in sewage sludges, comprising the steps of (a) addition of an effective amount of a phosphorous compound to the sludges and (b) maintaining the phosphorous compound in contact with the sludge for a time sufficient to reduce the quantity of pathogens present in the sludge by a quantity equivalent to a logarithmic reduction of 2 or more.

(57) Abrégé : La présente invention fournit un procédé permettant de réduire la teneur en pathogènes de boues d'épuration comprenant les étapes consistant à (a) ajouter aux boues une quantité efficace d'un composé phosphoré et (b) maintenir le composé phosphoré en contact avec les boues pendant un temps suffisant pour réduire la quantité de pathogènes présente dans les boues d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.


  
**WO 2006/066903 A1**

## TRAITEMENT DE BOUES D'EPURATION

Cette invention concerne un procédé de traitement des boues d'épuration et les boues traitées par le procédé susdit.

Le traitement des eaux usées brutes fait appel en général à une étape de filtration ou de décantation (dans laquelle les gros solides et le gravier sont éliminés) suivie d'une étape dans laquelle la phase aqueuse est soumise à une action bactérienne aérobie servant à éliminer les substances biodégradables. Cette dernière étape fait intervenir des "boues activées" qui sont essentiellement une masse bactérienne concentrée. Il faut éliminer les substances biodégradables avant de décharger la phase aqueuse dans les cours d'eau, par exemple les rivières, sinon la dégradation bactérienne de ces substances dans la rivière consommerait l'oxygène dissous, conduisant à la mort des poissons, à de mauvaises odeurs et à la dégradation générale de l'environnement. Durant la dégradation des substances biodégradables, il se produit une croissance et une multiplication des bactéries, ce qui se traduit par l'accumulation de boues bactériennes qu'il faut éliminer.

Le cas échéant, l'excès de boues peut être "digéré" dans des conditions anaérobies où, essentiellement, les bactéries se rééquilibrent dans les nouvelles conditions pour produire du méthane et réduire la biomasse mais, au final, il reste une masse irréductible d'excès de boues qu'il faut éliminer. Il existe un certain nombre de procédés d'élimination, tels que décharge contrôlée et rejet en mer, aucun d'eux n'ayant de faveur pour des raisons de pollution. Dans l'alternative, l'excès de boues peut être incinéré (coûteux) ou épandu sur des terres agricoles et, dans ce dernier cas, les boues peuvent être employées comme engrais/agent d'amendement du sol, ce qui est un bénéfice.

Malheureusement, ces boues peuvent contenir des concentrations significatives de pathogènes et, si c'est le cas, les boues nécessitent d'être désinfectées pour réduire à un niveau environnemental et sanitaire acceptable tout organisme pathogène éventuellement présent, avant l'épandage des boues désinfectées sur les terres. Un organisme indicateur, utilisé pour quantifier le risque pathogène, est *E. coli*. Pour satisfaire aux dispositions statutaires du Royaume-Uni, pour des boues traitées classiques, le niveau de *E. coli* dans les boues doit être réduit de 99% (c'est-à-dire une baisse logarithmique de 2) et le niveau maximum acceptable de *E. coli* dans les boues d'épuration traitées est de  $10^5$  par gramme de boues sèches (gbs). Pour des boues traitées améliorées au Royaume-Uni, il ne faut pas que l'espèce *Salmonella* soit présente et il faut que le niveau de *E. coli* soit réduit d'au moins 99,9999% (c'est-à-dire une baisse logarithmique de 6). Le niveau maximum acceptable de *E. coli* dans les boues d'épuration traitées améliorées est de  $10^3$  par gramme de boues sèches. On s'attend à ce que des exigences statutaires semblables soient adoptées dans l'avenir dans toute l'Europe et aux USA.

Pour effectuer la réduction bactérienne, on peut s'y prendre de différentes manières, notamment par traitement à la chaux (salissant, exige des investissements significatifs et pose de sérieux problèmes de manipulation), traitement thermique (très coûteux) ou simplement en stockant les boues jusqu'à ce que les niveaux de bactéries passent au-dessous de la limite requise. Dans ce dernier cas, les très grands volumes de boues impliqués dans la plupart des stations d'épuration d'eaux usées ne peuvent habituellement pas être stockés pendant le temps qu'il faut en raison d'une capacité de stockage insuffisante. Soit il n'est pas pratique d'installer une capacité suffisante en raison du manque de place, soit cela implique de gros investissements.

En théorie, un autre procédé de baisse de la teneur en bactéries des boues serait d'appliquer un désinfectant. Cependant, les désinfectants que l'on a évalués jusqu'à présent se sont révélés prendre relativement longtemps pour réduire la teneur en bactéries à un niveau acceptable, créant ainsi des demandes de stockage au-delà des ressources de la plupart des stations d'épuration d'eaux usées. L'utilisation de désinfectants est également coûteuse.

10 On a découvert que l'utilisation d'un composé phosphoré (notamment d'un sel de phosphonium), seul ou en combinaison avec d'autres traitements, sur des boues d'épuration pouvait engendrer une baisse globale de la teneur en pathogènes des boues traitées, par rapport aux boues brutes non traitées, équivalant à une baisse logarithmique d'au moins 2.

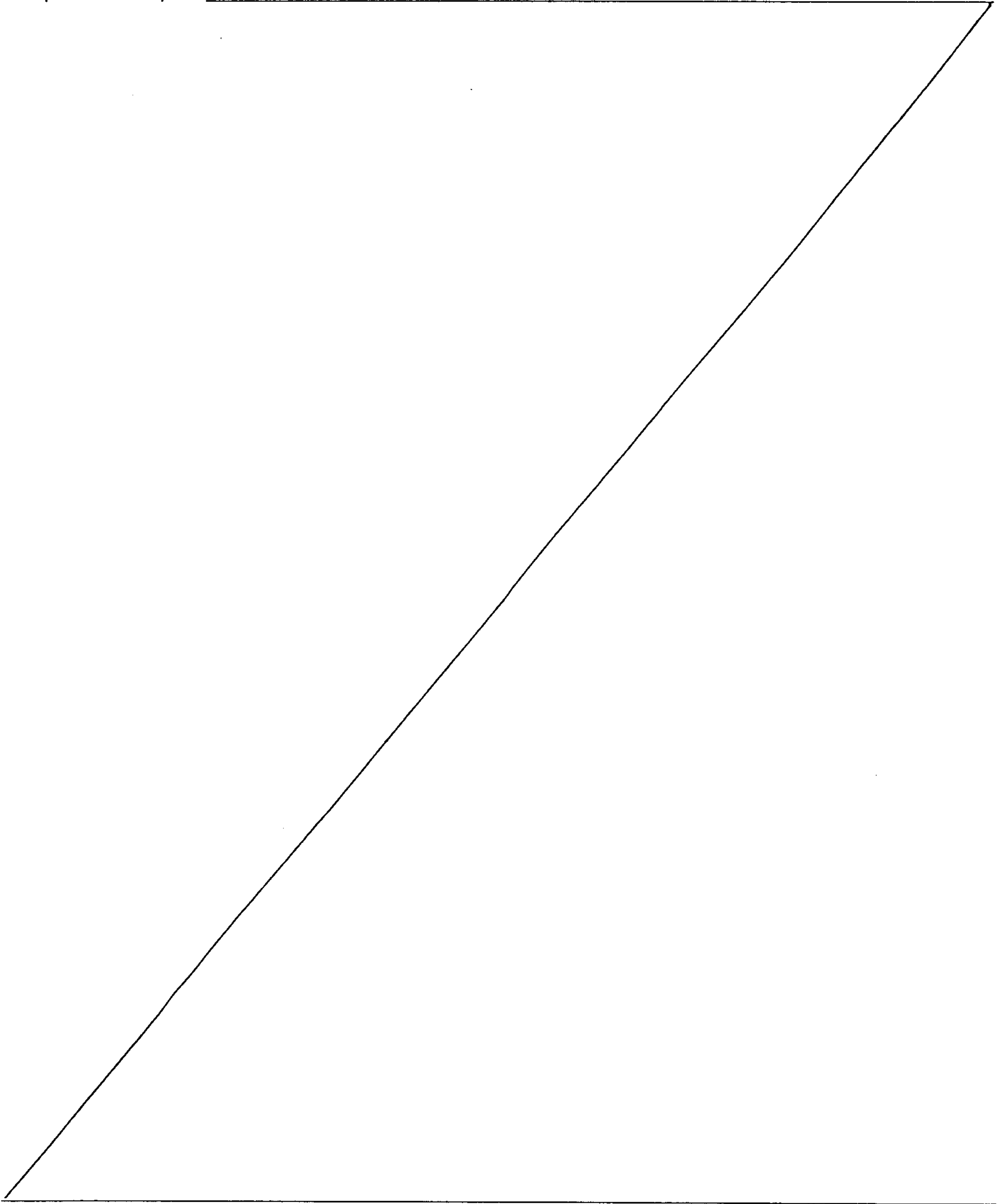
Par conséquent, la présente invention fournit un procédé de traitement de boues d'épuration pour réduire la teneur en pathogènes desdites boues, le procédé comprenant les étapes consistant à :

- 20
- (a) ajouter aux boues une quantité efficace d'un composé phosphoré ; et
  - (b) maintenir le composé phosphoré en contact avec les boues pendant un temps suffisant pour engendrer des boues finalement traitées dans lesquelles la baisse totale de la quantité de pathogènes présente correspond à une quantité équivalant à une baisse logarithmique (log) de 2 ou plus comparée à la quantité de pathogènes présente dans les boues non traitées.

Dans un mode de réalisation, le composé phosphoré peut être ajouté à des boues d'épuration non traitées (brutes). Le composé phosphoré est de préférence ajouté en quantité suffisante pour réduire la quantité totale de pathogènes dans les boues d'épuration non traitées d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.

3a

Dans un deuxième mode de réalisation, lequel est spécifiquement revendiqué ci-après, le composé phosphoré est toutefois ajouté à des boues d'épuration qui



ont déjà été soumises à un ou plusieurs traitements pour réduire la quantité totale de pathogènes présente, ces boues sont appelées dans la suite "boues pré-traitées". Un traitement préféré utilisé pour engendrer des boues prétraitées est la digestion anaérobie.

Le composé phosphoré est de préférence ajouté aux boues prétraitées en quantité efficace pour réduire la quantité de pathogènes présente dans les boues pré-traitées de telle sorte que la baisse totale de la teneur en pathogènes, après prétraitement et traitement avec le composé phosphoré, comparée aux boues non traitées, soit d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.

Dans un autre mode de réalisation, le composé phosphoré est maintenu en contact avec les boues pré-traitées pendant un temps suffisant pour engendrer une baisse totale de la teneur en pathogènes, par rapport aux boues non traitées, d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus; et la baisse totale de la teneur en pathogènes que l'on atteint en ajoutant le composé phosphoré est d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique inférieure à 2.

Par conséquent, par exemple, les boues d'épuration non traitées peuvent avoir été soumises à un traitement de digestion anaérobie avant l'étape (a). L'étape de digestion anaérobie pourrait, par exemple, engendrer une baisse de la teneur en pathogènes d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 1,0 à 1,8, de préférence de 1,5. Les boues non traitées après le traitement par une étape de digestion anaérobie pourraient être appelées boues prétraitées. Un composé phosphoré pourrait ensuite être ajouté aux boues prétraitées pour abaisser encore davantage la teneur en pathogènes. Le composé phosphoré pourrait engendrer une baisse supplémentaire de la teneur en pathogènes d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 0,2 à 1,0 ou plus, de préférence de 0,5 ou plus, respectivement par rapport à la teneur en pathogènes des boues non traitées. Ce procédé pourrait engendrer une baisse

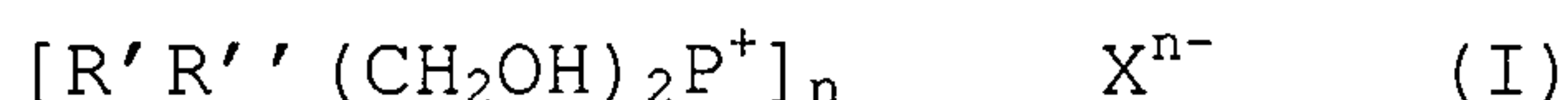
totale de la teneur en pathogènes des boues d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus comparée à la teneur en pathogènes des boues non traitées, pour donner des boues finalement traitées.

De préférence, le procédé selon la présente invention procure une baisse de la teneur en pathogènes d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de deux à six de la teneur en pathogènes présente dans les boues finalement traitées, après un traitement par le procédé de la présente invention, comparée à la teneur en pathogènes des boues non traitées.

De préférence, le composé phosphoré est maintenu en contact avec les boues pendant un temps suffisant pour réduire la quantité totale de pathogènes présente dans les boues, comparée aux boues brutes non traitées, d'une baisse logarithmique de 3 ou plus et mieux encore de 4 ou plus.

De préférence, le composé phosphoré est un composé organophosphoré.

De préférence, le composé phosphoré est un composé phosphonium, notamment un sel de tétrakis(hydroxyorgano)phosphonium ou un composé de formule (I)



dans laquelle :

n est la valence de X ;

R' et R'', qui peuvent être identiques ou différents, sont choisis parmi un groupement alkyle, hydroxyalkyle, alcényle ou aryle, et X est un anion.

R' et R'' font de préférence entre 1 et 20 atomes de carbone de longueur.

X est de préférence choisi dans le groupe constitué par un chlorure, un sulfate, un phosphate, un acétate, un oxalate et un bromure.

Tout particulièrement, le composé phosphonium est le sulfate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium.

Dans l'alternative, le composé phosphonium peut être, par exemple, le chlorure de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, le bromure de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, le phosphate de tétrakis(hydroxy-

méthyl)phosphonium, l'acétate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium ou l'oxalate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium.

Dans l'alternative, le composé phosphoré peut être une phosphine portant un substituant alkyle, par exemple la tris(hydroxyméthyl)phosphine telle que celle représentée par la formule (II) :



dans laquelle :

chacun des radicaux R, qui peuvent être identiques ou différents, est choisi parmi un groupement alkyle, hydroxyalkyle, alcényle ou aryle.

La quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues dans l'étape (a) du procédé de la présente invention est avantageusement jusqu'à 10 000 mg/l, de préférence de 100 - 2 500 mg/l, et notamment de 200 - 1 000 mg/l.

Dans l'alternative, la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues peut être exprimée par rapport au poids de l'extrait sec. Avantageusement, la quantité à ajouter peut atteindre environ 30% en poids de l'extrait sec. De préférence, la quantité de composé phosphoré à ajouter peut être de 0,1 à 20%, par exemple de 0,1 à 10%, comme de 0,2 à 5% ou de 0,4 à 2%, en poids de l'extrait sec.

L'étape (b) du procédé de la présente invention peut être réalisée sur une période de 1 seconde à 14 jours. Par exemple, de 6 à 24 heures, de 1 à 6 heures, de 1 à 60 minutes, de 1 à 60 secondes ou de 1 à 15 secondes.

La baisse logarithmique de la teneur totale en pathogènes peut être mesurée sur la base des boues liquides de telle sorte que les boues liquides finalement traitées obtenues après le traitement par le procédé de la présente invention présentent une baisse du niveau total de pathogènes d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus. L'expression boues liquides est définie ici comme contenant une teneur en extrait sec de 1 à 4% en poids.

De préférence, la baisse totale de la teneur en pathogènes équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus que permet d'obtenir le procédé de la présente invention est atteinte en un laps de temps qui est plus court que le laps de temps qu'il faut si l'on n'utilise pas de composé phosphoré. Par exemple, la baisse totale de la teneur en pathogènes équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus que permet d'obtenir le procédé de la présente invention est de préférence atteinte en l'espace de 20 à 30 heures, mieux encore en l'espace de 24 heures.

Dans l'alternative, la baisse logarithmique de la teneur totale en pathogènes peut être mesurée par rapport au gâteau de boues de telle sorte que les boues finalement traitées obtenues après le traitement par le procédé de la présente invention présentent une baisse du niveau total de pathogènes, quand elles sont séchées pour former un gâteau de boues, d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus. Un gâteau de boues est défini ici comme contenant une teneur en extrait sec de 20 à 30% en poids.

De préférence la baisse totale de la teneur en pathogènes équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus que permet d'obtenir le procédé de la présente invention est atteinte en un laps de temps qui est plus court que le laps de temps qu'il faut si l'on n'utilise pas de composé phosphoré.

Le présent procédé garantit donc que, indépendamment du fait que les boues traitées soient utilisées sous forme de liquide ou sous forme de gâteau, la baisse nécessaire des niveaux de pathogènes est atteinte pour permettre aux boues traitées d'être employées comme on l'exige.

La vitesse d'addition du composé phosphoré et la vitesse de mélange sont importantes pour rendre maximal le rendement du procédé. Pour rendre maximal le rendement, les deux doivent être aussi courts que le permet la pratique et le temps de contact doit être maximisé.

Dans les procédés qui font appel à une sédimentation par gravité naturelle des boues d'épuration, l'étape (b) dure de préférence 6 à 24 heures. Dans les procédés dans lesquels les boues traitées sont, le cas échéant, égouttées, par exemple à la centrifugeuse ou au filtre-presse, pour produire un "gâteau de boues", l'étape (b) est de préférence réalisée en 15 secondes à 24 heures. Des adjuvants d'égouttage tels que des chlorures de polydiallyldiméthylammonium, des polyamines, des polyacrylamides cationisés et des polyacrylamides anioniques peuvent être employés dans la production d'un gâteau de boues.

Les pathogènes présents dans les boues sont avantageusement choisis dans le groupe constitué par :

- les bactéries, notamment *Escherichia coli*, l'espèce *Salmonella*, l'espèce *Shigella*, *Vibrio cholerae*, *Bacillus cereus*, *Listeria monocytogenes*, l'espèce *Campylobacter* et *Yersinia pestis* ;

- les virus, notamment les rotavirus, les calcivirus, les adénovirus du groupe F et les astrovirus ;

- les protozoaires, notamment l'espèce *Entamoeba*, l'espèce *Giardia*, *Balantidium coli* et l'espèce *Cryptosporidium* ; et

- les helminthes et leurs œufs, notamment les nématodes, par exemple, *Ascaris lumbricoides* (ascaris), *Trichuris trichiura* (trichocéphale), *Ancylostoma duodenale* (ankylostome), *Strongyloides stercoralis* (anguillule) ; les trématodes, par exemple, l'espèce *Schistosoma* ; et les cestodes, par exemple, *Taenia saginata* (ténia du bœuf) et *Taenia solium* (ténia du porc).

La présente invention fournit en outre des boues d'épuration qui ont été traitées selon le procédé décrit ci-dessus. Les boues d'épuration peuvent être des boues liquides ou peuvent être un gâteau de boues.

La présente invention va être illustrée au moyen des exemples suivants.

Dans les exemples, le composé phosphoré employé pour traiter les boues d'épuration était à 75% en poids du sulfate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, disponible auprès de Rhodia Consumer Specialties Limited. Pour les besoins de ce mémoire descriptif, le produit sera appelé dans la suite "sel de phosphonium".

A titre de comparaison, les boues d'épuration ont été traitées avec un composé désinfectant classique, le dibromonitrilopropionamide (DBNPA).

Dans chaque exemple, la bactérie observée était *E. coli*.

#### **EXEMPLES 1 A 4**

##### 1.1                    METHODOLOGIE

La méthodologie adoptée pour évaluer la performance biocide a été l'essai de suspension quantitatif (ESQ) employant comme milieu ESQ des boues de digesteur anaérobie stériles, inoculées en retour avec des cultures de *E. coli* préalablement isolées des boues. De cette façon, on a pu utiliser un environnement chimique cohérent (boues stériles) en conjonction avec une provocation bactérienne définie. Cela permet d'obtenir une cohérence entre les essais.

##### 1.2                    EVALUATIONS MICROBIOLOGIQUES

On a préparé des boues stériles à partir d'échantillons de boues brutes en les passant à l'autoclave à 121°C pendant 20 minutes. Les souches de *E. coli* employées dans l'ESQ avaient été isolées d'échantillons de boues brutes.

L'ESQ a été réalisé de la manière suivante :

- Les boues stériles (19 ml) ont été placées dans des flacons universels en matière plastique stériles, à bouchon à vis, de capacité nominale 30 ml.

- On a ajouté à chaque échantillon 0,5 ml d'une suspension cellulaire de *E. coli* lavée, préparée à partir d'une culture de 16 heures incubée à 44°C dans du bouillon de tryptose soja, qui avait été centrifugé (à 14 500 tours/min pendant 10 min) et remis en suspension dans du tampon phosphate stérile (0,2M à pH 7,2). Un inoculum de 0,5 ml a été suffisant pour

fournir une concentration cellulaire finale d'environ  $10^8$  par ml dans 20 ml de milieu ESQ.

- On a préparé des solutions titrées fraîches des produits chimiques de traitement étudiés dans du tampon phosphate stérile (0,2M à pH 7,2) à des concentrations telles que, en ajoutant 0,5 ml au milieu ESQ (volume final de 20 ml), on obtienne la concentration finale de biocide voulue.

- On a bien mélangé le milieu ESQ et on l'a maintenu à 22°C pendant la durée de l'essai.

- A intervalles de temps pendant l'essai, on a bien mélangé les boues et on a prélevé des échantillons (1,0 ml) dans le milieu ESQ que l'on a inoculés dans premier le tube de dilutions successives contenant du bouillon de MacConkey enrichi avec du thiosulfate de sodium (5,0 g/l), pour inactiver tout biocide résiduel éventuellement entraîné dans les dilutions successives. Cette opération a été réalisée en double exemplaire.

- Le reste des dilutions successives (par étapes de 1/10) a été réalisé dans du bouillon de MacConkey seul et les tubes incubés à 44°C pendant 16 heures. Le virage a été marqué comme étant la dilution la plus élevée de la série présentant un changement de couleur du pourpre au jaune et ayant fait apparaître un trouble.

On a choisi du bouillon de MacConkey car ce milieu contient l'indicateur de pH pourpre de bromocrésol qui vire du pourpre au jaune lorsque le milieu devient acide. Il s'agit d'un indicateur indirect utile de la croissance microbienne (production d'acide organique) lorsque celle-ci ne peut pas être évaluée par l'apparition d'un trouble dans un milieu limpide à l'origine. Etant donné que les boues contiennent des solides en suspension, les 2 premiers tubes de la série de dilutions font apparaître instantanément un trouble dès l'instant où l'on ajoute des boues. Cela fait qu'on ne peut pas utiliser un trouble seul comme indicateur de la croissance microbienne.

Les biocides utilisés dans les évaluations sont présentés dans le tableau qui suit.

TYPE DE BIOCIDES	PRINCIPE ACTIF (pa)	POURCENTAGE DE pa
Sel de phosphonium	THPS	75
DBNPA	DBNPA	98

#### EXEMPLES 1 à 3

10 La performance du sel de phosphonium dans l'intervalle de concentrations de 250 à 1 000 mg/l a été testée. Des concentrations de 250 et 500 mg/l ont donné des résultats semblables, avec une courbe de destruction en fonction du temps bien plate pendant les 6 premières heures de contact, suivie d'une baisse des nombres jusqu'à la destruction totale en l'espace de 48 heures.

En revanche, la réponse donnée par la courbe de destruction en fonction du temps à 1 000 mg/l était bien plus rapide. La courbe de destruction en fonction du temps durant les 6 premières heures de contact était plus progressive et on a obtenu une destruction totale en l'espace de 24 heures.

20 A titre de comparaison, les niveaux de *E. coli* dans les boues non traitées baissent naturellement lentement. Même en partant d'un bas niveau de *E. coli* de  $10^4$  cfu/gbs, il a fallu 6 jours pour arriver à une destruction totale. En partant d'un niveau plus élevé de  $10^{8,5}$  cfu/gbs, le niveau ne s'est abaissé qu'à  $10^4$  cfu/gbs au bout de 8 jours. Le bénéfice du traitement au sel de phosphonium se manifeste donc pleinement.

#### EXEMPLE 4

La performance du sel de phosphonium comparée à celle du DBNPA a également été testée. On a étudié les deux biocides à concentration égale de principe actif, de 500 mg/l. Le DBNPA présente une performance anti-microbienne étonnamment mauvaise, qui n'atteint qu'une baisse logarithmique de 2,5 en nombre au bout de 48 heures.

Les exemples qui précèdent mettent en évidence les caractéristiques suivantes de la présente invention :

- 10 (a) Augmenter la concentration du sel de phosphonium utilisée dans le traitement de 500 à 1 000 mg/l apporte une amélioration significative de la performance.
- (b) Dans tous les traitements évalués, on a obtenu une destruction totale.
- (c) Comparée avec la performance du DBNPA, la performance du sel de phosphonium était meilleure.

#### EXEMPLE 5

#### EXEMPLE 5

20 La performance du sel de phosphonium pour traiter des eaux usées brutes non traitées n'ayant pas été soumises à des étapes de prétraitement telles qu'une digestion anaérobie a également été testée.

La performance du sel de phosphonium a été étudiée à concentration de principe actif égale, de 375 mg/l et de 500 mg/l.

On a obtenu une baisse logarithmique de 3 du nombre de *E. Coli* après seulement un peu plus d'une minute de contact entre les boues d'épuration brutes non traitées et le sel de phosphonium à une concentration de 500 mg/l et après seulement un moins moins

de deux minutes de contact entre les boues d'épuration brutes non traitées et le sel de phosphonium à une concentration de 375 mg/l.

### REVENDEICATIONS

1. Procédé de traitement pour réduire la teneur en pathogènes de boues d'épuration qui ont déjà été soumises à un ou plusieurs pré-traitements pour réduire la quantité totale de pathogènes présente dans celles-ci, le procédé comprenant les étapes consistant à:

- (a) ajouter aux boues une quantité efficace d'un composé phosphoré ; et
- (b) maintenir le composé phosphoré en contact avec les boues pendant un temps suffisant pour engendrer des boues finalement traitées dans lesquelles la baisse totale de la quantité de pathogènes présente correspond à une quantité équivalant à une baisse logarithmique (log) de 2 ou plus comparée à la quantité de pathogènes présente dans les boues non traitées.

10

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le pré-traitement pour réduire la quantité totale de pathogènes présente est une digestion anaérobie.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel le composé phosphoré est ajouté auxdites boues qui ont déjà été soumises à un ou plusieurs traitements pour réduire la quantité totale de pathogènes présente, en quantité efficace pour abaisser encore davantage la quantité de pathogènes présente de telle sorte que la baisse totale de la teneur en pathogènes, après prétraitement et traitement avec le composé phosphoré, comparée à des boues non traitées, soit d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.

20

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel la baisse totale de la teneur en pathogènes que l'on atteint en ajoutant le composé phosphoré est d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique inférieure à 2.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel le composé phosphoré est un composé organophosphoré.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel le composé phosphoré est un composé phosphonium.

7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel le composé phosphonium est un sel de tétrakis(hydroxyorgano)phosphonium ou un composé de formule (I):



dans laquelle:

n est la valence de X;

10 R' et R'', qui peuvent être identiques ou différents, sont choisis parmi un groupement alkyle, hydroxyalkyle, alcényle ou aryle, et X est un anion.

8. Procédé selon la revendication 7, dans lequel R' et R'' ont entre 1 et 20 atomes de carbone.

9. Procédé selon la revendication 7 ou 8 dans lequel X est choisi dans le groupe constitué par un chlorure, un sulfate, un phosphate, un acétate, un oxalate et un bromure.

10. Procédé selon la revendication 6, dans lequel le composé phosphonium est choisi parmi le sulfate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, le chlorure de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, le bromure de tétrakis(hydroxyméthyl) phosphonium, le phosphate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium, l'acétate de  
20 tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium ou l'oxalate de tétrakis(hydroxyméthyl) phosphonium.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel le composé phosphoré est une phosphine alkyl-substituée telle que celle représentée par la formule (II):



(II)

dans laquelle:

chacun des radicaux R, qui peuvent être identiques ou différents, est choisi parmi un groupement alkyle, hydroxyalkyle, alcényle ou aryle.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues dans l'étape (a) du procédé de la présente invention peut atteindre 10 000 mg/l.

13. Procédé selon la revendication 12, dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues in étape (a) du procédé de la présente invention est  
10 de 100 - 2 500 mg/l.

14. Procédé selon la revendication 13, dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues dans l'étape (a) est de 200 - 1 000 mg/l.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues est exprimée par rapport au poids d'extrait sec et choisie pour atteindre environ 30% en poids d'extrait sec.

16. Procédé selon la revendication 15, dans lequel la quantité de composé phosphoré ajoutée est de 0,1 à 20% en poids d'extrait sec.

17. Procédé selon la revendication 16, dans lequel la quantité de composé phosphoré ajoutée est de 0,1 à 10% en poids d'extrait sec.

20 18. Procédé selon la revendication 15, dans lequel la quantité de composé phosphoré ajoutée est de 0,2 à 5% en poids d'extrait sec.

19. Procédé selon la revendication 15, dans lequel la quantité de composé phosphoré ajoutée est de 0,4 à 2% en poids d'extrait sec.

20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 19, dans lequel l'étape (b) est réalisée sur une durée de 1 seconde à 14 jours.
21. Procédé selon la revendication 20, dans lequel l'étape (b) est réalisée sur une durée de 6 à 24 heures.
22. Procédé selon la revendication 20, dans lequel l'étape (b) est réalisée sur une durée de 15 secondes à 24 heures.
23. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 22, dans lequel les pathogènes présents dans les boues sont choisis dans le groupe constitué par les bactéries, les virus, les protozoaires et les helminthes.
- 10 24. Procédé selon la revendication 23, dans lequel les bactéries sont choisies dans le groupe constitué par *Escherichia coli*, l'espèce *Salmonella*, l'espèce *Shigella*, *Vibrio cholerae*, *Bacillus cereus*, *Listeria monocytogenes*, l'espèce *Campylobacter* et *Yersinia pestis*.
25. Procédé selon la revendication 23, dans lequel les virus sont choisis dans le groupe constitué par les rotavirus, les calcivirus, les adénovirus du groupe F et les astrovirus.
26. Procédé selon la revendication 23, dans lequel les protozoaires sont choisis dans le groupe constitué par l'espèce *Entamoeba*, l'espèce *Giardia*, *Balantidium coli* et l'espèce *Cryptosporidium*.
- 20 27. Procédé selon la revendication 23, dans lequel les helminthes sont choisis dans le groupe constitué par *Ascaris lumbricoides* (ascaris), *Trichuris trichiura* (trichocéphale), *Ancylostoma duodenale* (ankylostome), *Strongyloides stercoralis* (anguillule), l'espèce *Schistosoma*, *Taenia saginata* (ténia du boeuf) et *Taenia solium* (ténia du porc), et leurs oeufs.