

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

⑫② Date de dépôt : 05.12.22.

⑫③ Priorité :

⑫④ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 07.06.24 Bulletin 24/23.

⑫⑤ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑫⑥ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : UNIVERSITE CLAUDE BERNARD
LYON 1 (EPSCP) — FR, CENTRE NATIONAL DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS) (EPST) — FR,
INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES
DE LYON (EPSCP) — FR et ECOLE SUPERIEURE DE
CHIMIE PHYSIQUE ELECTRONIQUE DE LYON Asso-
ciation déclarée — FR.

⑦② Inventeur(s) : DARBOST Ulrich, BONNAMOUR Isa-
belle et METTRA Bastien.

⑦③ Titulaire(s) : UNIVERSITE CLAUDE BERNARD LYON 1
(EPSCP), CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIE-
NTIFIQUE (CNRS) (EPST), INSTITUT NATIONAL DES
SCIENCES APPLIQUEES DE LYON (EPSCP), ECOLE
SUPERIEURE DE CHIMIE PHYSIQUE ELECTRONIQUE DE
LYON Association déclarée.

⑦④ Mandataire(s) : REGIMBEAU.

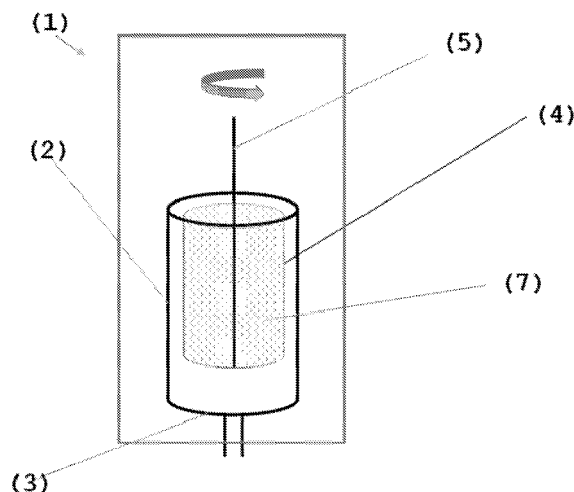
⑤④ Procédé de séparation de boues grasses par filtration thermo-mécanique.

⑤⑦ La présente divulgation porte sur un procédé d'extraction de corps gras contenus dans les boues grasses, notamment des boues grasses de curage des réseaux d'assainissement des eaux usées. Le procédé comprend les étapes suivantes :

(a) filtration thermo-mécanique des boues grasses de manière à séparer les boues grasses en une fraction solide et une fraction liquide, la fraction liquide comprenant les corps gras ;

(b) collecte de la fraction liquide comprenant les corps gras.

Figure à publier avec l'abrégié : figure 1



Description

Titre de l'invention : Procédé de séparation de boues grasses par filtration thermo-mécanique

DOMAINE DE L'INVENTION

[0001] La présente invention concerne un procédé d'extraction des corps gras contenus dans des boues grasses, notamment dans les boues de curage des réseaux d'assainissement des eaux usées.

ARRIERE PLAN TECHNOLOGIQUE

[0002] L'augmentation drastique de la part des gaz à effet de serre dans notre atmosphère a pour conséquence un réchauffement climatique global de notre planète. La diminution de l'empreinte carbone de l'activité humaine en général (transports, production d'énergie, industries) est une priorité pour la communauté scientifique et le monde socio-économique dans son ensemble.

[0003] L'amélioration du cycle de vie du carbone *via* le recyclage des matières carbonées de l'industrie en un produit réutilisable est de première importance. Il permettra en effet d'éviter les rejets de CO₂ dans l'atmosphère lors de l'incinération des déchets et se substituera à l'utilisation de carbone fossile néfaste à l'environnement.

[0004] Du point de vue de la production énergétique, la mise en place d'un « mix » vertueux incluant les énergies renouvelables, le nucléaire et l'hydrogène est incontournable. Ceci contribuera positivement à atteindre les objectifs 2050 de décarbonation et par conséquent de maintien de la température globale en dessous de +1.5 degré au-dessus des niveaux préindustriels, fixé par l'Accord de Paris du 12 décembre 2015.

[0005] L'utilisation de carbone non fossile et renouvelable, issu du recyclage des déchets soit industriels et/ou de la biomasse, pour alimenter l'énergie, la chimie, les transports ou encore la pharmacie aidera à atteindre les objectifs zéro émission net de carbone prévus à l'horizon 2050.

[0006] Les biocarburants liquides tels que le biodiesel de première génération sont principalement issus d'huiles végétales provenant de plantes oléagineuses telles que le colza, le tournesol, le blé, le soja et les palmiers à huile qui sont constituées majoritairement d'un mélange de triglycérides d'acides organiques gras. Des gammes de biodiesels ont ainsi été développées à partir de ces huiles notamment en les transformant en esters méthyliques et éthyliques d'acides gras (EMAG et EEAG). Ces biodiesels sont contenus à hauteur de 7 à 10 % dans les gasoils commerciaux (B7 et B10). Plus récemment, des huiles végétales ainsi que des esters et acides gras hydrotraités (HVO et HEFA), plus stables et substituables à 100 % au pétrodiesel, sans impact sur les moteurs (carburants « drop in ») sont produits dans les bioraffineries de dernières gé-

nération. Ces HVO et HEFA présentent une meilleure stabilité dans le temps et aux températures hautes et basses, ils sont testés en outre pour la conception des nouveaux jet fuels durables.

[0007] Les inconvénients liés à l'utilisation des matières premières issues de l'agriculture sont d'une part la concurrence directe avec l'alimentation humaine et animale et un souci de préservation des surfaces agricoles d'autre part. Aujourd'hui, seul 6 % du marché global des biodiesels est abondé *via* l'utilisation de matière grasse autre que celle issue de l'agriculture. Ces biocarburants dits « de seconde génération » sont issus de déchets divers (huile animale, déchets agricoles, huiles de fritures usagées) et constituent une des composantes du « mix » énergétique vertueux, à condition d'être produits localement.

[0008] Des alternatives à base de déchets renouvelables et locaux sont donc recherchées pour produire ces biocarburants. En outre, la ressource mondiale en carbone fossile et issue de l'agriculture étant limitée, l'obtention de carbone biosourcé et issu du recyclage de déchets est un enjeu à la fois écologique, économique et sociétal. La valorisation de cette source de carbone recyclé et/ou biosourcé ne saurait se limiter aux biocarburants de deuxième génération, mais bien à l'approvisionnement en carbone renouvelable dans son ensemble pour la production de biocombustibles, de lubrifiants, de solvants, de synthons pour la chimie, de cires....

[0009] Ainsi, un besoin demeure pour la mise à disposition d'un procédé permettant d'accéder à des acides gras et leurs dérivés pouvant être utilisés pour la préparation d'esters d'acides gras, d'esters at acides gras hydrotraités (HEFA) ou pour les applications précitées à partir d'une nouvelle source locale de déchets renouvelables. Avantagusement, le procédé proposé devra être simple à mettre en œuvre, respectueux de l'environnement et de la santé humaine et peu coûteux en énergie et en matières premières.

BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION

[0010] La présente invention porte sur un procédé d'extraction des corps gras contenus dans des boues grasses, notamment des boues de curage des réseaux d'assainissement. Il comprend les étapes suivantes :

[0011] (a) filtration thermo-mécanique des boues grasses de manière à séparer les boues grasses en une fraction solide et une fraction liquide, la fraction liquide comprenant les corps gras ;

[0012] (b) collecte de la fraction liquide comprenant les corps gras.

[0013] D'autres aspects de l'invention sont tels que décrits dans les revendications et ci-après.

FIGURES

[0014] La [Fig.1] illustre un exemple de dispositif de filtration thermo-mécanique (1) pour la mise en œuvre du procédé de la présente invention.

[0015] La [Fig.2] illustre un exemple de dispositif de filtration thermo-mécanique (1) pour la mise en œuvre du procédé de la présente invention ainsi que de son système de chauffe sous forme de générateur de vapeurs.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

[0016] Le procédé proposé répond aux besoins exprimés. Le procédé proposé permet d'extraire les corps gras contenus dans les boues grasses, notamment dans les boues de curage des réseaux d'assainissement, à moindre coût. Par ailleurs, le procédé proposé est respectueux de l'environnement car il ne nécessite pas l'utilisation de solvants organiques. En outre, le procédé peut s'appliquer en mode discontinu (communément désigné par le terme anglais « batch ») ou peut être adapté à un fonctionnement continu. Enfin, le procédé est facilement industrialisable : une montée en échelle est possible *via* l'utilisation d'équipements correctement dimensionnés.

[0017] Le procédé proposé d'extraction des corps gras contenus dans des boues grasses, notamment dans les boues de curage réseaux d'assainissements, comprend les étapes suivantes :

[0018] (a) filtration thermo-mécanique des boues grasses de manière à séparer les boues grasses en une fraction solide et une fraction liquide, typiquement biphasique, la fraction liquide comprenant les corps gras ;

[0019] (b) collecte de la fraction liquide comprenant les corps gras.

[0020] L'expression « filtration thermo-mécanique » désigne une filtration réalisée par apport d'énergie thermique et mécanique. Les conditions de mise en œuvre de la filtration thermo-mécanique et des exemples de filtration thermo-mécanique sont tels que décrits en détails ci-après.

Boues grasses

[0021] Le terme « boues grasses » désigne des boues riches en corps gras (déchets grasseux) issues des activités humaines (ex. : installations industrielles, agro-alimentaires, restaurations, réseaux d'assainissement...). Les boues grasses sont constituées de liquide (eau et matière organique huileuse) et de matière solide (matière organique, matière minérale ou leurs mélanges). Les boues grasses présentent généralement un taux de siccité (% en poids de matière sèche par rapport au poids total des boues grasses) supérieur à 5%, typiquement allant de 5% à 98%. Les boues grasses présentent généralement un taux de substances extractibles à l'hexane d'au moins 5% en poids par rapport au poids total des boues grasses. Les substances extractibles à l'hexane désignent les corps gras.

[0022] Le terme « corps gras » désigne :

- les acides gras issus de la biomasse ainsi que les triglycérides et leurs dérivés partiellement hydrolysés correspondants (di- et mono-glycérides) ; ou
- un mélange d'hydrocarbures (par exemple issu d'une activité industrielle) ; ou
- un mélange de ces deux catégories.

- [0023] Les corps gras peuvent se présenter sous forme d'un mélange solide ou liquide ou d'un mélange hétérogène solide-liquide. Les constituants des corps gras (acides gras, triglycérides et leurs dérivés partiellement hydrolysés ou mélange d'hydrocarbures) dépendent de l'origine des boues grasses.
- [0024] Typiquement, les boues grasses mises en œuvre sont des boues de curage des réseaux d'assainissement, des boues récoltées dans les bâches à graisse des stations d'épuration des eaux usées (STEP), des boues d'usinage ou de rectification, des culots de boues de raffinerie, des boues de laminoir, des boues des fonds de cale des bateaux ou encore des boues des fosses à graisses ou bacs à graisse. De préférence, les boues grasses sont des boues de curage des réseaux d'assainissement.
- [0025] Les réseaux d'assainissements, situés en amont des stations d'épuration urbaine, ont pour rôle d'acheminer les eaux usées domestiques, les effluents des collectivités, et/ou industriels, et périodiquement les eaux de pluies vers ces stations d'épuration. Ces eaux et effluents sont chargés de matières grasses issues essentiellement de la consommation humaine de lipides, à travers notamment l'alimentation et la cuisine (domestique et de restauration). Ces lipides, originellement des triglycérides d'acides gras provenant des huiles alimentaires (huile d'olive, de palme, et d'arachide) sont, de partiellement à totalement, hydrolysés en acides gras *via* la digestion d'une part et l'hydrolyse naturelle générée par le brassage des matières dans le parcours des effluents au contact de l'eau, de l'air et du temps passé dans les réseaux. Ces matières grasses s'agglomèrent et colmatent les canalisations et, en particulier, les postes de relevage de ces réseaux, imposant aux exploitants de curer périodiquement les réseaux et ces différents postes en amont des stations urbaines d'épuration.
- [0026] Les boues de curage des réseaux d'assainissement désignent ainsi les boues collectées lors des opérations de curage et de pompage des ouvrages et canalisations des réseaux d'assainissement, c'est-à-dire les boues collectées en amont des stations d'épuration des eaux usées (STEP). Il peut s'agir des boues collectées au niveau des postes de relevage (PR), dans les canalisations ainsi que dans les différents ouvrages (fosses et bac à graisse). Ces boues de curage, riches en matières grasses, sont actuellement peu valorisées : elles sont typiquement mélangées à d'autres déchets et détruites par incinération ou épandues. Les boues de curage présentent typiquement un taux de siccité allant de 5 à 10%.

Filtration thermo-mécanique des boues grasses

- [0027] La filtration thermo-mécanique des boues grasses permet de séparer les boues grasses

en une fraction solide et une fraction liquide.

- [0028] La filtration thermo-mécanique des boues est typiquement réalisée à haute température, c'est-à-dire réalisée à une température allant de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C ou de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C.
- [0029] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée à la pression atmosphérique à une température allant de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C ou de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C.
- [0030] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée sous pression à une température allant de 50 à 215°C, de préférence de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C ou de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C.
- [0031] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée à une pression allant de 0.5 à 20 bars.
- [0032] La filtration thermo-mécanique est typiquement réalisée dans une enceinte de chauffe.
- [0033] La filtration thermo-mécanique peut être mise en œuvre par vibration d'une grille filtrante sur laquelle reposent les boues, par pressage des boues (par exemple au travers d'une grille filtrante), par brassage des boues placées sur une grille filtrante, par filtration sous vide sur un média filtrant (ex. : verre fritté) ou encore au moyen d'un dispositif tel que décrit en détails dans la section « Mode de réalisation particulier ».
- [0034] Dans certains modes de réalisation, les boues peuvent être agitées lors de la filtration thermo-mécanique.
- [0035] Pour des raisons de gain d'énergie, les boues soumises à l'étape de filtration thermo-mécanique peuvent être, au préalable, partiellement déshydratées, par exemple pour atteindre un taux de siccité supérieur ou égal à 30%, de préférence supérieur ou égal à 50%, ou encore supérieur ou égal à 70%. Les boues soumises à l'étape de filtration thermo-mécanique présentent alors une siccité supérieure à celle des boues issues de la collecte, c'est-à-dire une siccité supérieure à celle des boues collectées au point de collecte. En d'autres termes, les boues soumises à l'étape de filtration thermo-mécanique présentent une teneur en eau inférieure à celle des boues collectées au point de collecte.
- [0036] Ainsi, dans certains modes de réalisation, avant l'étape de filtration thermo-mécanique, les boues peuvent avoir subies ou peuvent subir une étape d'épaississement et/ou de déshydratation visant à éliminer une partie de l'eau contenue dans celles-ci. L'élimination d'une partie de l'eau peut être réalisée selon des méthodes conventionnelles connues de l'homme du métier telles qu'un épaississement par décantation gravitaire ou dynamique, un égouttage à froid par gravité, une centrifugation, un

pressage par exemple au moyen d'une presse à vis ou encore par filtration à froid ou la combinaison de ces méthodes. Par exemple, l'élimination d'une partie de l'eau peut être réalisée au moyen du dispositif permettant la filtration thermo-mécanique sans apport d'énergie thermique, c'est-à-dire à température ambiante (20 – 25 °C).

[0037] Ainsi, dans certains modes de réalisation, le procédé de la présente invention présente, avant l'étape de filtration thermo-mécanique, une étape de déshydratation partielle des boues, de préférence de manière à produire des boues présentant un taux de siccité supérieur ou égal à 30%, de préférence supérieur ou égal à 50%, ou encore supérieur ou égal à 70%. Une telle étape est tout particulièrement mise en œuvre lorsque les boues grasses sont des boues de curage, les boues de curage présentant une faible siccité.

[0038] Il est à noter qu'avant d'être soumises à l'éventuelle étape de déshydratation partielle et à l'étape de filtration thermo-mécanique, les boues peuvent au préalable avoir subies un ou plusieurs pré-traitements destinés à rendre le procédé plus efficient. Les boues peuvent être dégrillées, en vue d'éliminer les gros déchets solide, acidifiées et/ou oxydées en pré-traitement pour « casser » les savons présents ou encore pré-chauffées pour faciliter leur transfert.

Collecte de la fraction liquide

[0039] La filtration thermo-mécanique des boues permet de séparer les boues en une fraction solide et une fraction liquide, la fraction liquide est typiquement biphasique. La fraction liquide comprend les corps gras. La fraction liquide est collectée. Le procédé peut comprendre en outre une étape de séchage de la fraction liquide collectée.

[0040] Il sera aisément compris que selon la teneur en eau/siccité des boues soumises à l'étape de filtration thermo-mécanique et/ou selon les moyens de chauffe (ex. : vapeur d'eau introduite dans l'enceinte de chauffe comme détaillé ci-après), la fraction liquide peut être biphasique. La fraction liquide biphasique est alors constituée d'une phase aqueuse et d'une phase organique comprenant les corps gras. La phase aqueuse et la phase organique de la fraction liquide biphasique sont collectées et séparées. La séparation peut être réalisée par décantation de la fraction liquide biphasique collectée suivie d'une séparation des deux phases. Tout autre mode de séparation d'une phase aqueuse et organique connu de l'homme du métier peut être utilisé (centrifugation, débordement...). Dans certains modes de réalisation, la phase organique peut être soutirée en continu.

[0041] Le procédé peut comprendre en outre une étape de séchage et/ou de filtration de la phase organique.

[0042] Dans certains modes de réalisation, le procédé peut être réalisé en mode continu, par exemple *via* l'utilisation d'un « tapis roulant » acheminant les boues d'une étape de déshydratation, par exemple d'essorage, vers l'étape de filtration thermo-mécanique.

Le procédé de la présente invention permet d'atteindre des rendements d'extraction massique en corps gras de l'ordre de 20 à 50 % vis-à-vis de la masse de boue grasse initiale.

Mode de réalisation particulier

- [0043] Le procédé d'extraction des corps gras contenus dans des boues grasses, notamment dans les boues de curage, peut être mis en œuvre dans un dispositif de filtration thermo-mécanique. Le dispositif de filtration thermo-mécanique peut être tel que représenté à la [Fig.1]. Le dispositif de filtration thermo-mécanique (1) comprend :
- une enceinte de chauffe (2) ;
 - un collecteur statique (3) disposé à l'intérieur de l'enceinte de chauffe (2) ;
 - un cylindre troué (4) disposé à l'intérieur du collecteur statique (3), le cylindre troué étant configuré pour recevoir les boues, notamment les boues de curage, et pour être entraîné en rotation ;
 - le collecteur statique (3) étant configuré pour recevoir un liquide (ou des liquides) éjecté du cylindre troué lors de la rotation du cylindre troué (4).
- [0044] Le procédé d'extraction comprend alors les étapes suivantes :
- [0045] (a') introduction des boues grasses, notamment des boues de curage, dans le cylindre troué (4) ;
- [0046] (b') filtration thermo-mécanique des boues grasses à une température allant de 50 à 150 °C par mise en rotation du cylindre troué (4) ; et
- [0047] (c') collecte d'une fraction liquide, typiquement biphasique, éjectée du cylindre troué dans le collecteur statique (3).
- [0048] L'enceinte de chauffe (2) peut intégrer des éléments de chauffe (ex. : circulation d'un liquide caloporteur dans une double enveloppe ou encore la présence d'une résistance électrique) ou être configurée pour permettre l'introduction de chaleur, par exemple pour permettre l'introduction de vapeur d'eau et maintenir la température requise. L'enceinte de chauffe peut être thermostatée.
- [0049] Le collecteur statique (3) représenté à la [Fig.1] est de forme cylindrique. L'homme du métier conviendra qu'il peut être de n'importe quelle forme adaptée. Le collecteur statique est destiné à recevoir des liquides, il est donc constitué d'un matériau adapté à la collecte des liquides (ex. : tout corps gras et de l'eau). Dans certains modes de réalisation, le collecteur statique est en verre.
- [0050] Le cylindre troué (4) est configuré pour recevoir les boues et pour être entraîné en rotation. Il s'agit donc d'un cylindre troué tournant. Dans certains modes de réalisation le cylindre troué est suspendu à un arbre de rotation (5). Dans certaines modes de réalisation, un volume de collecte est présent sous le cylindre troué.
- [0051] Le cylindre troué tournant est constitué d'un matériau adapté pour contenir des boues grasses, notamment des boues de curage. Dans certains modes de réalisation, le

cylindre troué tournant est en acier.

- [0052] Les trous (7) du cylindre troué tournant (4) sont configurés pour permettre l'éjection des liquides lors de la rotation du cylindre troué tournant (ex. : tout corps gras et eau) et retenir les matières solides.
- [0053] Le diamètre des trous varie généralement de 1 μm à 1000 μm , de préférence de 200 à 300 μm . De tels diamètres permettent de retenir les matières solides au sein du cylindre troué et de ne laisser passer que la fraction liquide, typiquement biphasique.
- [0054] Dans certains modes de réalisation, le cylindre troué est un cylindre perforé. Dans d'autres modes de réalisation, le cylindre troué est constitué de micromailles métalliques (par exemple des micromailles métalliques de dimension de passage de 1 μm à 1000 μm , de préférence de 200 à 300 μm).
- [0055] Dans certains modes de réalisation, le diamètre des trous du cylindre peut être supérieur aux diamètres précédemment décrits. En effet, dans certains modes de réalisation, le cylindre troué tournant peut être tapissé, de préférence en son intérieur, d'une membrane microperforée. Les trous de la membrane microperforée présentent typiquement un diamètre allant de 1 μm à 1000 μm , de préférence de 200 à 300 μm . L'utilisation d'une membrane microperforée permet donc d'envisager l'emploi d'un cylindre troué tournant dont les trous ont un diamètre supérieur à 1 mm. La membrane microperforée peut être une membrane en polypropylène, en nylon, en PTFE.
- [0056] Dans certains modes de réalisation, la membrane microperforée ne laisse passer que des substances hydrophobes.
- [0057] Dans ce mode de réalisation particulier mettant en œuvre un dispositif de filtration thermo-mécanique tel que représenté à la [Fig.1], les boues grasses, notamment les boues de curage, sont introduites dans le cylindre troué tournant.
- [0058] Au préalable, comme indiqué ci-dessus, les boues grasses peuvent avoir subies un ou plusieurs pré-traitements destinés à rendre le procédé plus efficient. Les boues peuvent être dégrillées, en vue d'éliminer les gros déchets solide, acidifiées et/ou oxydées en pré-traitement pour « casser » les savons présents ou encore pré-chauffées pour faciliter leur transfert.
- [0059] En particulier, avant introduction dans le cylindre, les boues grasses peuvent avoir été déshydratées, par exemple selon un des modes décrits précédemment, pour éliminer une partie de l'eau contenue dans celles-ci. Dans certains modes de réalisation, la déshydratation partielle des boues grasses peut être réalisée au sein même du présent dispositif avant mise en œuvre de la filtration thermo-mécanique. La déshydratation est alors réalisée par filtration à température ambiante, c'est-à-dire par mise en rotation du cylindre troué sans apport d'énergie thermique. La filtration à température ambiante est typiquement réalisée à une vitesse de rotation du cylindre troué allant de 30 à 1000 tours/min, de préférence allant de 200 à 500 tours/min. La filtration

à température ambiante est typiquement réalisée pendant une durée allant de 5 à 30 minutes, de préférence allant de 5 à 10 minutes. La filtration à température ambiante est typiquement réalisée à la pression atmosphérique. L'eau extraite des boues lors de la filtration à température ambiante et collectée dans le collecteur statique peut être éliminée avant de mettre en œuvre la filtration thermo-mécanique.

- [0060] La filtration thermo-mécanique est typiquement réalisée à une température allant de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C, de préférence allant de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C. Une température de 50 à 150°C peut être atteinte au moyen d'un liquide caloporteur, typiquement une huile, circulant dans une double enveloppe de l'enceinte de chauffe, au moyen d'une résistance électrique ou au moyen de l'introduction de vapeur d'eau dans l'enceinte de chauffe (2). De préférence, la température allant de 50 à 150 °C dans l'enceinte de chauffe est atteinte par introduction de vapeur d'eau dans celle-ci.
- [0061] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée à la pression atmosphérique à une température allant de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C ou de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C.
- [0062] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée sous pression à une température allant de 50 à 215°C, de préférence de 50 à 150 °C, de préférence allant de 60 à 120 °C ou de 85 à 100 °C, de manière encore plus préférée autour de 95 °C.
- [0063] Dans certains modes de réalisation, la filtration thermo-mécanique est réalisée à une pression allant de 0.5 à 20 bars.
- [0064] La filtration thermo-mécanique est réalisée par mise en rotation du cylindre troué (4). La filtration thermo-mécanique est typiquement réalisée à une vitesse de rotation du cylindre allant de 30 à 1000 tours/min, de préférence allant de 200 à 500 tours/min. Dans certains modes de réalisation, la vitesse de rotation peut être supérieure à 1000 tours/min. Elle est néanmoins généralement inférieure à 2000 tours/min. La filtration thermo-mécanique est typiquement réalisée pendant une durée allant de 30 à 120 minutes, de préférence allant de 45 à 75 min. Typiquement, la filtration thermo-mécanique est réalisée à une vitesse de rotation du cylindre allant de 30 à 1000 tours/min, de préférence allant de 200 à 500 tours/min, pendant une durée allant de 30 à 120 minutes, de préférence allant de 45 à 75 min.
- [0065] La filtration thermo-mécanique est typiquement réalisée à la pression atmosphérique. Néanmoins, elle peut être réalisée sous pression, par exemple par injection de vapeurs sous pression dans une enceinte close.
- [0066] Le liquide éjecté lors de la rotation du cylindre troué (4) lors de la filtration thermo-mécanique est collecté dans le collecteur statique (3). Ce liquide comprend les corps gras. Dans certains modes de réalisation, le liquide contenant les corps gras collecté

dans le collecteur statique peut être soutiré en continu. Dans certains modes de réalisation, la fraction liquide peut être séchée.

- [0067] Comme indiqué précédemment, selon la teneur en eau des boues soumises à l'étape de filtration thermo-mécanique et/ou selon les moyens de chauffe (ex. : vapeur d'eau introduite dans l'enceinte de chauffe), le liquide est éventuellement un liquide biphasique comprenant une phase aqueuse et une phase organique comprenant les corps gras. Ainsi, les corps gras et l'eau contenus dans les boues, notamment dans les boues de curage, et extraits par filtration thermo-mécanique sont collectés à chaud dans le collecteur statique (3).
- [0068] Le collecteur statique (3) peut également contenir de l'eau provenant de la filtration à température ambiante si cette étape a été mise en œuvre et si l'eau extraite et collectée n'a pas été éliminée.
- [0069] Dans certains modes de réalisation, la phase aqueuse collectée dans le collecteur statique peut être soutirée en continu.
- [0070] Dans certains modes de réalisation, la phase aqueuse et la phase organique contenant les corps gras collectés dans le collecteur statique peuvent être soutirés en continu.
- [0071] Lorsque la fraction liquide est biphasique, le procédé mis en œuvre dans ce dispositif comprend typiquement une étape (d') de décantation du liquide biphasique collecté à l'étape (c') et de séparation des phases pour isoler la phase organique. La phase organique contenant les corps gras est collectée. Le procédé peut comprendre en outre une étape de séchage et/ou de filtration de la phase organique.
- [0072] Dans ce mode de réalisation particulier, des rendements d'extraction massique en corps gras de l'ordre de 20 à 50 % vis-à-vis de la masse de boue grasse initiale peuvent être obtenus.
- [0073] Dans ce mode de réalisation particulier, le procédé proposé peut être mis en œuvre en mode batch ou continu. Par exemple, l'utilisation d'un tapis roulant filtrant (vibrant ou passant sous des rouleaux) acheminant les boues à travers une enceinte chauffée et équipée d'une gouttière de collecte permet de réaliser une collecte en continu du liquide, permettant une mise en œuvre du procédé en continu.

Valorisation des corps gras collectés

- [0074] Les corps gras collectés sont constitués d'une huile acide (I_A généralement compris entre 160 et 200 mg KOH/g). Cette huile, pouvant être solide, liquide et/ou un mélange hétérogène solide/liquide à température ambiante contient une part significative d'acides gras issus de la biomasse (alimentation humaine) ainsi que des triglycérides et leurs dérivés partiellement hydrolysés (di- et monoglycérides) correspondants. Les acides gras ont été caractérisés par chromatographie gazeuse et spectrométrie de masse couplés. Les acides stéarique, palmitique et oléique constituent la fraction la plus importante des acides gras détectés. Les acides myristique et linoléique peuvent être

également présents. Des hydrocarbures peuvent également être présents.

[0075] Ces acides gras et leurs dérivés peuvent être directement utilisés comme biocombustibles, par exemple pour four et chaudière industrielle.

[0076] Alternativement, les acides gras collectés peuvent être modifiés par des méthodes bien connues de l'homme du métier.

[0077] Par exemple, ces acides gras peuvent être hydrogénés en HEFA (Hydroprocessed esters and fatty acids) ou HVO (Hydrotreated Vegetable Oil – huile végétale hydrotraitée) pour faire du biodiesel.

[0078] Par exemples, les acides gras peuvent être estérifiés. Par exemples, ils peuvent être estérifiés en esters méthyliques ou éthyliques d'acides gras. La transformation peut se faire de deux façons :

- par estérification directe en milieu catalytique acide et en présence d'un alcool, de préférence biosourcé,
- par un raffinage préalable des acides gras après extraction puis une séquence estérification/transestérification.

[0079] Ces esters d'acides gras peuvent trouver des débouchés en tant que biodiesel, lubrifiants/solvants de nettoyage (en particulier pour le nettoyage de pièces métalliques, le nettoyage en imprimerie, comme agent de démoulage du béton), fluidifiant pour le bitume, solvants pour la chimie, synthons pour la chimie.

[0080] Les exemples qui suivent sont donnés à titre illustratif, mais ne doivent en aucun cas être considérés comme limitatifs de la présente invention.

EXEMPLES

Matériel et méthodes

[0081] • Spectrométrie de masse:

[0082] Les analyses de masse ont été réalisées sur un spectromètre équipé d'une trappe à ions (amaZon SL, Bruker) et d'une source à ion électrospray (ESI) opérant en mode positif ou négatif.

[0083] Paramètres :

[0084] - tension capillaire : ± 4500 V

[0085] - décalage de plaque d'extrémité : ± 500 V

[0086] - pression gaz nébuliseur : 0.3 bar

[0087] - pression gaz sec : 4.0 L/min

[0088] - température des gaz secs : 200°C

[0089] - plage de balayage 50-1000 m/z

[0090] Préparation et l'introduction de l'échantillon : en général, les échantillons sont dilués par 100 dans un solvant composé à 46,1 % de méthanol, 38,4 % de dichlorométhane, 15,4 % d'eau milliQ et 0,1 % d'acide formique (% en volume). L'échantillon ainsi

dilué est ensuite introduit directement dans la source grâce à un pousse-seringue avec un débit de 10 µL/min.

- Mesure du taux de siccité des boues

[0091] La teneur en matières sèches est exprimée en pourcentage par rapport au poids de l'échantillon. La méthode de mesure consiste à mettre à l'étuve à 105 °C un échantillon de boue, jusqu'à obtention d'une masse constante. Soit m_1 la masse de l'échantillon humide et m_2 sa masse après traitement à l'étuve à 105°C.

[0092] [Math.1]

$$Siccité = \frac{m_2 \times 100}{m_1}$$

- Analyse des indices d'acides et de saponification :
 - Mesure de l'indice d'acidité

[0093] Principe :

[0094] Dosage par de la potasse alcoolique des acides libres. La valeur étant très variable il faut faire des tests pour trouver la concentration de potasse alcoolique adaptée. Il faut préalablement vérifier la neutralité du solvant utilisé.

[0095] Mode opératoire :

[0096] Mesure de l'acidité des solvants : 25mL d'éthanol à 95% et de 25mL de toluène sont introduits dans un ballon en présence de phénolphthaleïne (10 gouttes). On dose par de la potasse alcoolique à 0,005M.

[0097] 25mL d'éthanol à 95% et de 25mL de toluène sont introduits dans un ballon. Peser, m grammes de corps gras. Dissoudre l'échantillon et doser (très rapidement – en agitant modérément) l'acidité par la potasse alcoolique de concentration x M.

[0098] Le dosage est suivi par colorimétrie et/ou pH-métrie.

[0099] Résultat :

[0100] Soient V_2 , V_1 ml le volume nécessaire au dosage respectivement du corps gras et du mélange de solvant, y la concentration molaire de la solution de potasse, M la masse molaire de la potasse et m g la masse de la prise d'essai.

[0101] [Math.2]

$$I_a = \frac{n_{KOH,eq} * M_{KOH} * 10^3}{m} = \frac{y * (V_2 - V_1) * M_{KOH}}{m}$$

- Mesure de l'indice de saponification

[0102] Principe :

[0103] Les corps gras seront traités par de la potasse alcoolique en grand excès et à chaud. L'excès de potasse est ensuite dosé par de l'acide chlorhydrique.

[0104] Mode opératoire :

[0105] Pour l'échantillon, isoler directement dans un ballon de 100mL, m grammes de corps

gras que l'on dissout dans 20mL de toluène. Ajouter 25mL de potasse alcoolique de concentration x M. Réaliser un témoin dans les mêmes conditions.

[0106] Les deux ballons munis d'un réfrigérant sont portés à douce ébullition au bain de sable pendant 1h30.

[0107] Retirer les ballons du bain de sable et les laisser refroidir à température ambiante puis sous un filet d'eau froide. Rincer les cannes réfrigérantes avec 5mL d'éthanol pour récupérer d'éventuelles projections.

[0108] Doser l'excès de potasse par l'acide chlorhydrique de concentration y M en présence de phénolphthaléine. Suivie colorimétrique et/ou pH-métrie.

[0109] Résultats :

[0110] Soient V_2 , V_1 ml le volume nécessaire au dosage respectivement de l'échantillon et du témoin, y la concentration molaire de la solution d'acide chlorhydrique, M la masse molaire de la potasse et m g la masse de la prise d'essai.

[0111] [Math.3]

$$I_s = \frac{m_{KOH, qui a réagit sur l'huile}}{m} = \frac{yM_{KOH} (V_1 - V_2)}{m}$$

- Méthode de détermination du pourcentage massique de corps gras au sein des boues grasses

[0112] Le pourcentage massique de corps gras au sein des boues grasses est déterminé par extraction solide-liquide à l'hexane :

[0113] Dans une cartouche filtrante, peser environ exactement 20g de boues grasses à extraire (m_{boue}). La cartouche filtrante RS-CAR252780 est introduite dans un montage type « Soxhlet » surmonté d'un réfrigérant. Dans le ballon réceptacle préalablement taré introduire 120 mL d'hexane et trois grains de pierre ponce. Porter au reflux puis laisser opérer des cycles d'extraction solide-liquide pendant 20h. Refroidir et récupérer la phase organique résiduelle dans la cartouche. Réunir les jus organiques puis évaporer l'hexane sous pression réduite. Le résidu au fond du ballon est pesé (m_{gras}) et correspond aux corps gras extraits sous forme d'une huile qui se solidifie totalement ou partiellement à température ambiante.

[0114] Le pourcentage massique de corps gras est exprimé tel que :

[0115] [Math.4]

$$\%_{massique \text{ de corps gras}} = \frac{m_{corps \text{ gras}}}{m_{boue}} \times 100$$

Boues de curage

[0116] Les boues de curage utilisées proviennent de prélèvements sur les parois d'un poste de relevage d'un réseau d'assainissement. Dans l'exemple mis en œuvre, 3 kg de boues (références BAL0522A) ont été prélevées dans un poste de relevage le 04/05/2022, co-

ordonnées du poste de relevage : point GPS 45.926247005143246, 4.652735136978171), les boues sont stockées par congélation à -18°C.

Composition des boues de curage

[0117] Après leur prélèvement, les boues ont été homogénéisées par agitation mécanique pendant 3 heures à température ambiante. La quantité de corps gras de ces boues a été calculée sur la moyenne de deux expériences d'extraction par un solvant (hexane) à chaud par la méthode du Soxhlet telle que décrite ci-dessus (reflux pendant 24 heures, 6 cycles à l'heure). La quantité mesurée de corps gras est de 63.5 % en poids pour ces boues (voir tableau 1).

[0118] [Tableaux1]

Essais	m boues (g)	V hexane (mL)	m résidu + eau (g)	m corps gras (g)	% massique corps gras
1	14.3	120	4.54	8.9	62.2
2	13.6	120	4.45	8.8	64.8

[0119] Tableau 1 : résultats des extractions solide-liquide par la méthode du Soxhlet sur les boues BAL0522A

Dispositif de filtration thermo-mécanique

[0120] Le dispositif de filtration thermo-mécanique (1) est tel qu'illustré à la [Fig.2].

[0121] Dans ce mode de réalisation, l'enceinte (2) est chauffée par introduction de vapeurs d'eau provenant d'un générateur de vapeurs (8) tel que représenté.

[0122] Ce générateur de vapeurs (8) est constitué par un ballon tricol Pyrex (4 L) (9) disposé dans un chauffe-ballon (10) surmonté d'une ampoule de coulée (11) de 100 mL et d'un tube d'équilibrage de pression (12) (longueur (L) de 45 cm, diamètre ($\varnothing$) externe de 0,7 cm et diamètre ($\varnothing$) interne de 0,4 cm).

[0123] Le système de filtration comprend une enceinte de chauffe (2) ($\varnothing_{\text{interne}}$ =15 cm, $\varnothing_{\text{externe}}$ =19 cm et H=27 cm) servant également de collecteur (3), un cylindre troué (4) ($\varnothing$ =10 cm et hauteur (H) de 15 cm et trous (7) de diamètre de 0,3 cm) tapissé d'une membrane en son intérieur, un arbre de rotation (5) (L=46 cm, $\varnothing$ =0,8 cm) et un tube réfrigérant (13). Le liquide biphasique récolté comprend une phase aqueuse (14) et huileuse (15) qui sont par suite séparées en sortie de collecteur. L'enceinte de chauffe est reliée au générateur de vapeurs par une canule en verre (16) (L=45 cm, $\varnothing_{\text{externe}}$ =19 cm, H=27 cm). Un thermomètre (17) est également présent dans l'enceinte de chauffe pour mesurer la température.

[0124] **Exemple 1** : Extraction des corps gras sur les boues BAL0522A

[0125] 513 g de boues BAL0522A sont introduites dans le cylindre troué (4) tapissé en son intérieur d'une membrane en polypropylène poreuse de type BP-3472035-X3 (200-300

microns) de la marque Toucan. Le cylindre perforé tapissé (4) est fermé par un couvercle puis positionné dans l'enceinte de chauffe (2). L'arbre de rotation est fixé au moteur. Un égouttage d'abord statique (10 min.), puis un essorage par mise en rotation du cylindre perforé (4) (200 T/min, durée 5min) est réalisé. 104,5 g d'eau sont récupérés puis soutirés du collecteur (3) après cette opération d'égouttage/essorage. Toujours en rotation à 200 T/min, le générateur de vapeur tel que décrit sur la [Fig.1] est ensuite démarré à une puissance de 66% de chauffe. 25 minutes sont nécessaires à l'obtention des premières vapeurs dans l'enceinte de chauffe (2). Par condensation, de l'eau ruisselle sur les parois de l'enceinte de chauffe (2) et s'accumule au fond du collecteur (3), cette eau n'est pas soutirée à cette étape de l'opération. A partir d'une température de 41.2°C dans l'atmosphère de l'enceinte de chauffe (2) soit 8 minutes après les premières vapeurs, les premières gouttes de gras ruissellent sur les parois du collecteur (3) puis viennent former une couche surnageante non-miscible foncée sur la phase aqueuse nettement plus claire au fond du collecteur. Après une stagnation de la température de l'atmosphère de l'enceinte de chauffe à 62°C, la puissance de chauffe est portée à 80 % pour atteindre au bout de 15 minutes un plateau autour de 95°C dans l'atmosphère de l'enceinte de chauffe (2). Les phases aqueuse et huileuse voient leur volume progressivement augmenter, la phase aqueuse (inférieure) est soutirée, collectée et mesurée au fur et à mesure. Le volume de la phase huileuse augmentant moins rapidement visuellement, la vitesse de rotation est ensuite portée à 260 puis 330, puis 400 T/min pendant 15 minutes au total pour terminer l'opération de filtration thermo-mécanique. L'apport de vapeur est stoppé, et, pendant le refroidissement, la phase aqueuse puis la phase huileuse sont soutirées l'une après l'autre, puis stockées séparément. Le corps gras GAL0722VC1 est conditionné puis stocké à 4°C. Les valeurs expérimentales sont reportées dans le tableau 2.

- [0126] Les résidus solides dans la membrane sont pesés, la phase huileuse (corps gras extraits) est pesée, les résultats sont présentés au tableau 3. Le corps gras GAL0722VC1 extrait a été analysé par : spectrométrie de masse (tableau 4), Indice d'acidité = 172 mg KOH/g, indice de saponification = 181 mg KOH/g, teneur en eau = 2.2 %.

[0127] [Tableaux2]

Durée (min.)	Action	Puissance Vapeur (%)	T°C at- mosphère enceinte de chauffe	Vitesse rotation (tours/m in)	m eau collectée (g)	Observations
T0	Egouttage	0	33,5	0	100,2	
10	Essorage	0	33,5	200	4,3	
15	Mise en chauffe	66	31,6	200		
30		66	30,0	200		
39		66	30,4	200		Premières vapeurs
45		66	39,2	200	1	
47		66	41,2	200	32,6	Premières gouttes d'huile
52		66	55,0	200	-	
62	Augmentati on puissance chauffe	80	62,0	200	-	
75		80	94,5	200	155,9	
82		80	96,7	200	44,9	
90	Augmentati on vitesse rotation	80	96,2	260	107	
92		80	95,9	330	99,6	
95		80	94,9	330	70	
100		80	94,2	330	50	
105 (fin)	Arrêt chauffe et soutirage phase huileuse	0	92	400	0	Soutirage de la phase huileuse

[0128] Tableau 2

[0129] [Tableaux3]

Masse boue BAL0522A introduite dans le cylindre	513 g
Masse d'eau collectée lors de l'égouttage	100,2 g
Masse eau collectée lors de l'essorage	4,3 g
Masse phase organique corps gras collectée	158 g
Masse résidus solide	108,2 g
Rendement massique corps gras sur boues humides	21,1 %
Rendement massique en corps gras sur boues essorées	38,7 %

[0130] Tableau 3

[0131] L'analyse du corps GAL0722VC1 par spectrométrie de masse a permis de révéler qu'il comprend les composés présentés dans le tableau 4.

[0132] [Tableaux4]

Ionisation positive (GAL0722VC1)			
Pic détecté	M. mesurée	Formule brute/Masse acide g/mol)	Acide identifié
257.4	MH ⁺ (C ₁₆ H ₃₄ O ₂)	C ₁₆ H ₃₃ O ₂ / 256.4	Palmitique (C ₁₆)
279.4	MNa ⁺ (C ₁₆ H ₃₃ O ₂ Na)	C ₁₆ H ₃₃ O ₂ / 256.4	Palmitique (C ₁₆)
281.4	MH ⁺ (C ₁₈ H ₃₃ O ₂)	C ₁₈ H ₃₂ O ₂ / 280.4	Linoléique (C ₁₈ , 2Δ)
283.4	MH ⁺ (C ₁₈ H ₃₅ O ₂)	C ₁₈ H ₃₄ O ₂ / 282.4	Oleique (C ₁₈ , 1 Δ)
301.4	MH ⁺ (C ₁₈ H ₃₇ O ₃)	C ₁₈ H ₃₆ O ₃ / 300.4	10 OH-Stéarique (C ₁₈ , 1 OH)
303.4	MNa ⁺ (C ₁₈ H ₃₂ O ₂ Na)	C ₁₈ H ₃₂ O ₂ / 280.4	Linoléique (C ₁₈ , 2Δ)
305.4	MNa ⁺ (C ₁₈ H ₃₄ O ₂ Na)	C ₁₈ H ₃₄ O ₂ / 282.4	Oleique (C ₁₈ , 1 Δ)
319.4	MNa ⁺ (C ₁₈ H ₃₂ O ₃ Na)	C ₁₈ H ₃₂ O ₃ / 296.4	OH Linolénique (C ₁₈ , 1 OH, 2Δ)
321.4	MNa ⁺ (C ₁₈ H ₃₄ O ₃ Na)	C ₁₈ H ₃₄ O ₃ / 298.4	OH Linolénique (C ₁₈ , 1 OH, 1Δ)
323.4	MNa ⁺ (C ₁₈ H ₃₆ O ₃ Na)	C ₁₈ H ₃₆ O ₃ / 300.4	10 OH-Stéarique (C ₁₈ , 1 OH)
335.4	MNa ⁺ (C ₂₀ H ₄₀ O ₂ Na)	C ₂₀ H ₄₀ O ₂ / 312.5	Arachidique (C ₂₀)
Ionisation négative (GAL0722VC1)			
255.2	(M-H) ⁻ (C ₁₆ H ₃₂ O ₂)	C ₁₆ H ₃₃ O ₂ / 256.4	Palmitique (C ₁₆)
279.2	(M-H) ⁻ (C ₁₈ H ₃₁ O ₂)	C ₁₈ H ₃₂ O ₂ / 280.4	Linoléique (C ₁₈ , 2Δ)
281.2	(M-H) ⁻ (C ₁₈ H ₃₃ O ₂)	C ₁₈ H ₃₄ O ₂ / 282.4	Oleique (C ₁₈ , 1 Δ)
283.5	(M-H) ⁻ (C ₁₈ H ₃₅ O ₂)	C ₁₈ H ₃₆ O ₂ / 284.4	Stéarique (C ₁₈)
299.2	(M-H) ⁻ (C ₁₈ H ₃₅ O ₃)	C ₁₈ H ₃₆ O ₃ / 300.4	10 OH-Stéarique (C ₁₈ , 1

	)		OH)
311.2	(M-H) ⁺ (C ₂₀ H ₃₉ O ₂) ⁺	C ₂₀ H ₄₀ O ₂ / 312.5	Arachidique (C ₂₀)
	)		

[0133] Tableau 4

[0134] **Remarque** : Des espèces « dimériques » des acides gras sont observées, notamment le dimère du 10 OH-Stéarique (2x(C₁₈, 1 OH)), MH⁺ = 601.5, Formule brute = C₃₆H₇₂O₆

[0135] **Exemple 2** : Transformation du corps gras collecté en EMAG

[0136] Le corps gras collecté GAL0722VC1 est estérifié par du méthanol en milieu catalytique acide (H₂SO₄) pour conduire à l'obtention de l'EMAG référencé GN0722MeOH.

[0137] Dans un montage de laboratoire de type ballon monocol surmonté d'un réfrigérant droit, adapté pour le chauffage et équipé d'un bain d'huile siliconé, d'une plaque chauffante et magnétique pour l'agitation par une « olive » aimanté, 40.7 g de corps gras référencé GAL0722VC1, puis 17.2 g de méthanol anhydre, puis 0.546 g d'acide sulfurique à 96% sont introduits. Le mélange réactionnel est porté à reflux sous agitation pendant 2h45. Après retour à température ambiante le mélange est transféré dans une ampoule à décanter, puis les phases sont laissées au repos 15h jusqu'à décantation. La phase inférieure, contenant l'alcool non réagi et les fractions aqueuses acides, est soutirée. Deux lavages à l'eau (2 x 25 mL) sont réalisés sur la phase supérieure contenant l'EMAG et le corps gras non réagi. En vue d'optimiser la conversion du corps gras en EMAG, la phase contenant l'EMAG et le corps gras non réagi est remise en réaction 1h30 au reflux avec 17g de méthanol et 0.4 g d'acide sulfurique selon la même procédure que précédemment. Après arrêt du chauffage, le milieu réactionnel est décanté 15h, puis lavé à l'eau (2x25 mL), puis filtré sur MgSO₄ anhydre en vue d'éliminer l'eau résiduelle.

[0138] 29.3 g d'un liquide translucide jaune or correspondant à l'EMAG référencé GN0722MeOH sont obtenus. Spectrométrie de masse (tableau 5) ; Indice d'acidité = 0.56 mg KOH/g, indice de saponification = 177.6 mg KOH/g, teneur en eau = 2.2 %.

[0139] [Tableaux5]

Ionisation positive (GN0722MeOH)			
Pic détecté	M. mesurée	Formule brute/Masse acide g/mol)	Acide identifié
295.4	MH ⁺ (C ₁₉ H ₃₅ O ₂)	C ₁₉ H ₃₄ O ₂ / 294.4	EMAG Linoléique (C ₁₈ , 2Δ)
297.4	MH ⁺ (C ₁₉ H ₃₇ O ₂)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ / 296.5	EMAG Oleique (C ₁₈ , 1 Δ)
317.3	MNa ⁺ (C ₁₉ H ₃₄ O ₂ Na)	C ₁₉ H ₃₄ O ₂ / 294.4	EMAG Linoléique (C ₁₈ , 2Δ)
319.3	MNa ⁺ (C ₁₉ H ₃₆ O ₂ Na)	C ₁₉ H ₃₆ O ₂ / 296.5	EMAG Oleique (C ₁₈ , 1 Δ)
337.3	MNa ⁺ (C ₁₉ H ₃₈ O ₂ Na)	C ₁₉ H ₃₈ O ₃ / 314 .5	EMAG 10 OH-Stéarique (C ₁₈ , 1 OH)

[0140] Tableau 5

[0141] Remarque : Des espèces « dimériques » des EMAG sont observées, notamment le dimère de l'EMAG 10 OH-Stéarique (2x(C₁₈, 1 OH)), MNa⁺ = 629.4, Formule brute = C₃₈H₇₆O₆

Revendications

- [Revendication 1] Procédé d'extraction des corps gras contenus dans des boues grasses comprenant les étapes suivantes :
- (a) filtration thermo-mécanique des boues grasses de manière à séparer les boues grasses en une fraction solide et une fraction liquide, la fraction liquide comprenant les corps gras ;
 - (b) collecte de la fraction liquide comprenant les corps gras.
- [Revendication 2] Procédé selon la revendication 1 dans lequel les boues grasses sont des boues de curage des réseaux d'assainissement, des boues récoltées dans les bâches à graisse des stations d'épuration des eaux usées (STEP), des boues d'usinage ou de rectification, des culots de boues de raffinerie, des boues de laminoir, des boues des fonds de cale des bateaux ou des boues des fosses à graisses ou bacs à graisse, de préférence des boues de curage des réseaux d'assainissement.
- [Revendication 3] Procédé selon la revendication 1 ou 2 dans lequel la filtration thermo-mécanique des boues grasses est réalisée à une température allant de 50° à 150 °C, de préférence à pression atmosphérique.
- [Revendication 4] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 comprenant avant l'étape a), une étape de déshydratation partielle des boues grasses, de préférence par égouttage et/ou essorage.
- [Revendication 5] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 dans lequel les boues grasses soumises à l'étape (a) présentent un taux de siccité d'au moins 30%.
- [Revendication 6] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 dans lequel la fraction liquide est une fraction liquide biphasique comprenant une phase aqueuse et une phase organique et comprenant en outre une séparation des phases organique et aqueuse de la fraction liquide biphasique, de préférence par décantation de la fraction liquide biphasique puis séparation des phases.
- [Revendication 7] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel la filtration thermo-mécanique est réalisée par vibration d'une grille filtrante sur laquelle reposent les boues grasses, par pressage des boues grasses, par brassage des boues grasses placées sur une grille filtrante ou par filtration sous vide sur un média filtrant.
- [Revendication 8] Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 dans lequel la filtration thermo-mécanique des boues est mise en œuvre dans un dispositif de filtration thermo-mécanique (1) comprenant :

- une enceinte de chauffe (2) ;
 - un collecteur statique (3) disposé à l'intérieur de l'enceinte de chauffe (2) ;
 - un cylindre troué (4) disposé à l'intérieur du collecteur statique (3), le cylindre troué étant configuré pour recevoir les boues de curage et pour être entraîné en rotation ;
- le collecteur statique (3) étant configuré pour recevoir un liquide éjecté du cylindre troué lors de la rotation du cylindre troué (4).

[Revendication 9] Procédé selon la revendication 8 dans lequel le cylindre troué présente des trous dont le diamètre varie de 1 μm à 1000 μm , de préférence de 200 à 300 μm .

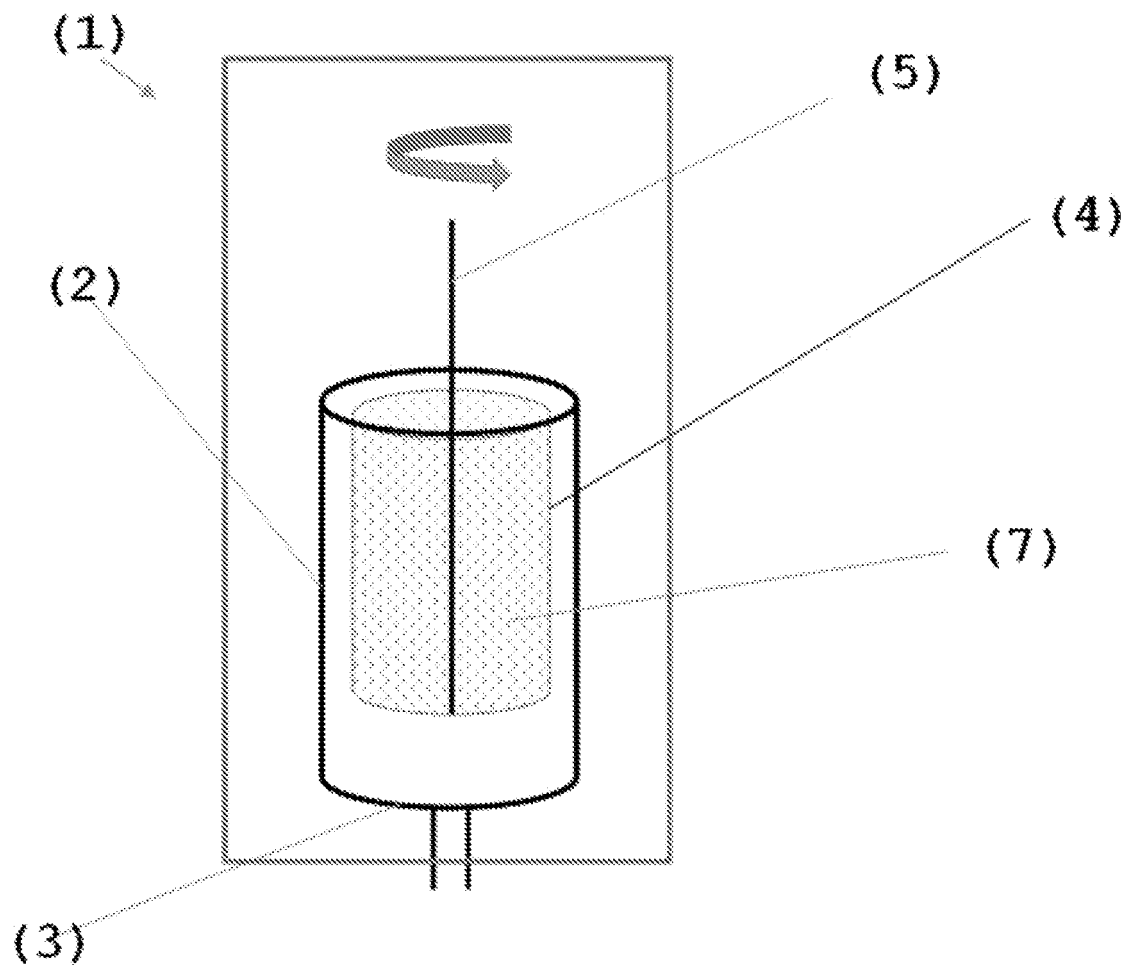
[Revendication 10] Procédé selon la revendication 8 ou 9 dans lequel le cylindre troué est revêtu d'une membrane microperforée.

[Revendication 11] Procédé selon la revendication 8, 9 ou 10 dans lequel la filtration thermo-mécanique de l'étape (b) est réalisée par mise en rotation du cylindre troué (4) à une vitesse allant de 30 à 1000 tours/min, de préférence allant de 200 à 500 tours/min.

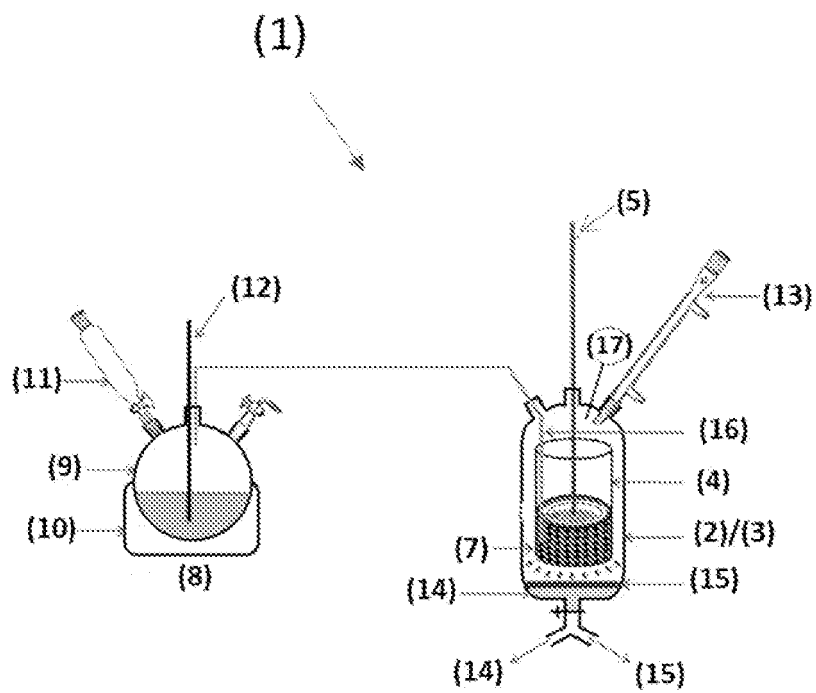
[Revendication 12] Procédé selon la revendication 8, 9, 10 ou 11 dans lequel la filtration thermo-mécanique de l'étape (b) est réalisée par mise en rotation du cylindre troué (4) pendant une durée allant de 30 à 120 minutes, de préférence allant de 45 à 75 min.

[Revendication 13] Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 à 12 dans lequel une température allant de 50 ° à 150 °C dans l'enceinte de chauffe est atteinte par introduction de vapeur d'eau dans l'enceinte de chauffe.

[Fig. 1]



[Fig. 2]



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

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

N° d'enregistrement
national

FA 913332
FR 2212780

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	EP 3 492 558 A1 (UNIV TONGJI [CN]) 5 juin 2019 (2019-06-05) * figure 1 * * alinéa [0042] - alinéa [0063] * -----	1-13	B01D37/00 B01D29/00 C02F11/12
X	US 2011/162258 A1 (DESHAZO EUGENE F [US]) 7 juillet 2011 (2011-07-07) * figures 1-3 * * alinéa [0030] - alinéa [0039] * -----	1-13	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			C02F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
24 mai 2023		Châtellier, Xavier	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention 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. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2212780 FA 913332**

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 **24-05-2023**
 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 au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 3492558	A1	05-06-2019	CN 109642163 A	16-04-2019
			EP 3492558 A1	05-06-2019
			US 2019161374 A1	30-05-2019
			WO 2018018615 A1	01-02-2018

US 2011162258	A1	07-07-2011	BR 112012000298 A2	13-06-2017
			CA 2768176 A1	13-01-2011
			CL 2012000007 A1	24-08-2012
			CN 102471111 A	23-05-2012
			CO 6430452 A2	30-04-2012
			EA 201200085 A1	30-10-2012
			EP 2451752 A2	16-05-2012
			JP 2012532746 A	20-12-2012
			KR 20120120106 A	01-11-2012
			MA 33415 B1	03-07-2012
			SG 177517 A1	28-02-2012
			US 2011162258 A1	07-07-2011
			WO 2011005883 A2	13-01-2011
			ZA 201200043 B	29-08-2012
