

(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) : **RHO-
DIA UK LIMITED** [GB/GB]; Oak House, Reeds Cres-
cent, Watford Hertfordshire WD24 4QP (GB).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **ED-
MUNDS, 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 Indus-
trielle, 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 abrégia-
tions, 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 faveurs 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.

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 :

- (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.

Dans un deuxième mode de réalisation, le composé phosphoré peut être 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

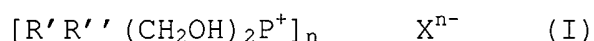
totale de la teneur en pathogènes des boues d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus comparée à la teneur en pathogènes des boues non traitées, pour donner des boues finalement traitées.

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(hydroxy-organo)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-pressé, 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

La performance du sel de phosphonium dans l'intervalle de concentrations de 250 à 1 000 mg/l est illustrée sur la figure 1 des dessins annexés. 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.

A titre de comparaison, les niveaux de *E. coli* dans les boues non traitées baissent naturellement lentement, sur une durée indiquée sur la figure 2. 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 (figure 1) se manifeste donc pleinement.

EXEMPLE 4

La performance du sel de phosphonium comparée à celle du DBNPA est illustrée sur la figure 3 des dessins annexés. On a étudié les deux biocides à concentration égale de principe actif, de 500 mg/l. Le DBNPA présente une performance anti-microbienne éton-

namment 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 :

- (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

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 est présentée sur la figure 4 des dessins annexés.

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.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement de boues d'épuration pour réduire la teneur en pathogènes desdites boues, 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.

2. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le composé phosphoré est ajouté à des boues d'épuration non traitées.

3. Procédé selon la revendication 1 dans lequel le composé phosphoré est ajouté à des boues d'épuration qui ont déjà été soumises à un ou plusieurs traitements pour réduire la quantité totale de pathogènes présente.

4. Procédé selon la revendication 3 dans lequel le traitement pour réduire la quantité totale de pathogènes présente est une digestion anaérobie.

5. Procédé selon la revendication 3 ou la revendication 4 dans lequel le composé phosphoré est ajouté à des 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,

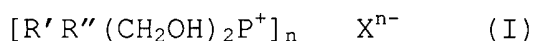
soit d'une quantité équivalant à une baisse logarithmique de 2 ou plus.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 5 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.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel le composé phosphoré est un composé organophosphoré.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel le composé phosphoré est un composé phosphonium.

9. Procédé selon la revendication 8 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 ;

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

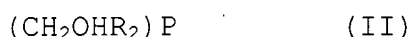
10. Procédé selon la revendication 9 dans lequel R' et R'' font entre 1 et 20 atomes de carbone de longueur.

11. Procédé selon la revendication 9 ou la revendication 10 dans lequel X est choisi dans le groupe constitué par un chlorure, un sulfate, un phosphate, un acétate, un oxalate et un bromure.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 7 à 11 dans lequel le composé phosphoré est un composé phosphonium et 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 tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium ou l'oxalate de tétrakis(hydroxyméthyl)phosphonium.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7 dans lequel le composé phosphoré est une phosphine alkyl-substituée 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.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes 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.

15. Procédé selon la revendication 14 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues in étape (a) du procédé de la présente invention est de 100 - 2 500 mg/l.

16. Procédé selon la revendication 15 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues dans l'étape (a) du procédé de la présente invention est de 200 - 1 000 mg/l.

17. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter aux boues est exprimée par rapport au poids d'extrait sec et la quantité à ajouter peut atteindre environ 30% en poids d'extrait sec.

18. Procédé selon la revendication 17 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter est de 0,1 à 20% en poids d'extrait sec.

19. Procédé selon la revendication 18 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter est de 0,1 à 10% en poids d'extrait sec.

20. Procédé selon la revendication 17 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter est de 0,2 à 5% en poids d'extrait sec.

21. Procédé selon la revendication 17 dans lequel la quantité de composé phosphoré à ajouter est de 0,4 à 2% en poids d'extrait sec.

22. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes dans lequel l'étape (b) du procédé de la présente invention est réalisée sur une durée de 1 seconde à 14 jours.

23. Procédé selon la revendication 22 dans lequel l'étape (b) du procédé de la présente invention est réalisée sur une durée de 6 à 24 heures.

24. Procédé selon la revendication 22 dans lequel l'étape (b) du procédé de la présente invention peut être réalisée sur une durée de 15 secondes à 24 heures.

25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 et des revendications 6 à 24 dans lequel les pathogènes présents dans les boues sont choisis dans le groupe constitué par les bactéries, les virus, les protozoaires et les helminthes.

26. Procédé selon la revendication 25 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*.

27. Procédé selon la revendication 25 dans lequel les virus sont choisis dans le groupe constitué par les rotavirus, les calcivirus, les adénovirus du groupe F et les astrovirus.

28. Procédé selon la revendication 25 dans lequel les protozoaires sont choisis dans le groupe constitué par l'espèce *Entamoeba*, l'espèce *Giardia*, *Balantidium coli* et l'espèce *Cryptosporidium*.

29. Procédé selon la revendication 25 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 bœuf) et *Taenia solium* (ténia du porc), et leurs œufs.

30. Boues d'épuration qui ont été traitées par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 29.

31. Boues d'épuration selon la revendication 30 dans lesquelles les boues sont des boues liquides.

32. Boues d'épuration selon la revendication 30 dans lesquelles les boues sont au moins partiellement égouttées pour former un gâteau de boues.

33. Procédé de traitement de boues d'épuration essentiellement tel que décrit ici à l'aide des exemples et des figures annexés.

34. Boues traitées essentiellement de la manière décrite ici à l'aide des exemples et des figures annexés.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International application No
 PCT/EP2005/013821

 A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 C02F1/50

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

 Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
 C02F C05F

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, BIOSIS, PAJ, WPI Data, COMPENDEX

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	RUTISHAUSER BARBARA V ET AL: "Phosphine formation from sewage sludge cultures" ANAEROBE, vol. 5, no. 5, October 1999 (1999-10), pages 525-531, XP002369039 ISSN: 1075-9964 page 525 - page 526, right-hand column, paragraph 1	30-34
X	US 4 673 509 A (DAVIS ET AL) 16 June 1987 (1987-06-16) column 1 - column 3, line 3; claims 1-14	1-29
A	US 5 741 757 A (COOPER ET AL) 21 April 1998 (1998-04-21) claims 1-25	1-34
	----- -/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

22 February 2006

Date of mailing of the international search report

10/03/2006

 Name and mailing address of the ISA/
 European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Glod, G

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2005/013821

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 03/021031 A (RHODIA CONSUMER SPECIALTIES LIMITED; OTTER, GRAHAM, PHILIP; BREEN, STE) 13 March 2003 (2003-03-13) page 10, line 12 - page 11, line 2 -----	1-34
P,X	WO 2004/113237 A (RHODIA CONSUMER SPECIALTIES LIMITED; THAMES WATER UTILITIES LIMITED; E) 29 December 2004 (2004-12-29) claims 1-32; examples 1-4 -----	1-34

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International application No

PCT/EP2005/013821

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4673509	A	16-06-1987	AU 563765 B2 23-07-1987
			AU 3247384 A 28-02-1985
			CA 1245126 A1 22-11-1988
			DE 3469162 D1 10-03-1988
			EP 0139404 A1 02-05-1985
			FI 843357 A 27-02-1985
			GB 2145708 A 03-04-1985
			KR 9109128 B1 31-10-1991
			NO 843399 A 27-02-1985
US 5741757	A	21-04-1998	NONE
WO 03021031	A	13-03-2003	NONE
WO 2004113237	A	29-12-2004	NONE

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE C02F1/50		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) C02F C05F		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, BIOSIS, PAJ, WPI Data, COMPENDEX		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	RUTISHAUSER BARBARA V ET AL: "Phosphine formation from sewage sludge cultures" ANAEROBE, vol. 5, no. 5, octobre 1999 (1999-10), pages 525-531, XP002369039 ISSN: 1075-9964 page 525 - page 526, colonne de droite, alinéa 1	30-34
X	----- US 4 673 509 A (DAVIS ET AL) 16 juin 1987 (1987-06-16) colonne 1 - colonne 3, ligne 3; revendications 1-14	1-29
A	----- US 5 741 757 A (COOPER ET AL) 21 avril 1998 (1998-04-21) revendications 1-25 ----- -/--	1-34
☒ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents ☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe		
* Catégories spéciales de documents cités: *A* document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent *E* document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date *L* document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) *O* document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens *P* document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée *T* document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention *X* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément *Y* document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier *Z* document qui fait partie de la même famille de brevets		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée 22 février 2006		Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale 10/03/2006
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Fonctionnaire autorisé Glod, G

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 03/021031 A (RHODIA CONSUMER SPECIALTIES LIMITED; OTTER, GRAHAM, PHILIP; BREEN, STE) 13 mars 2003 (2003-03-13) page 10, ligne 12 - page 11, ligne 2 -----	1-34
P, X	WO 2004/113237 A (RHODIA CONSUMER SPECIALTIES LIMITED; THAMES WATER UTILITIES LIMITED; E) 29 décembre 2004 (2004-12-29) revendications 1-32; exemples 1-4 -----	1-34

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs

membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2005/013821

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4673509	A	16-06-1987	AU 563765 B2 23-07-1987
			AU 3247384 A 28-02-1985
			CA 1245126 A1 22-11-1988
			DE 3469162 D1 10-03-1988
			EP 0139404 A1 02-05-1985
			FI 843357 A 27-02-1985
			GB 2145708 A 03-04-1985
			KR 9109128 B1 31-10-1991
			NO 843399 A 27-02-1985
US 5741757	A	21-04-1998	AUCUN
WO 03021031	A	13-03-2003	AUCUN
WO 2004113237	A	29-12-2004	AUCUN