

19 RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
COURBEVOIE

11 N° de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

3 100 142

21 N° d'enregistrement national : 19 09486

51 Int Cl<sup>8</sup> : B 09 C 1/02 (2019.12)

12 DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 28.08.19.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la demande : 05.03.21 Bulletin 21/09.

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

60 Références à d'autres documents nationaux apparentés :

Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : RMV EQUIPEMENT AUTO-ENTREPRENEUR — FR et LYON ENVIRONNEMENT DEMOLITION SASU — FR.

72 Inventeur(s) : BOUAJILA Jalloul et DRINE NIZAR.

73 Titulaire(s) : RMV EQUIPEMENT AUTO-ENTREPRENEUR, LYON ENVIRONNEMENT DEMOLITION ?SASU.

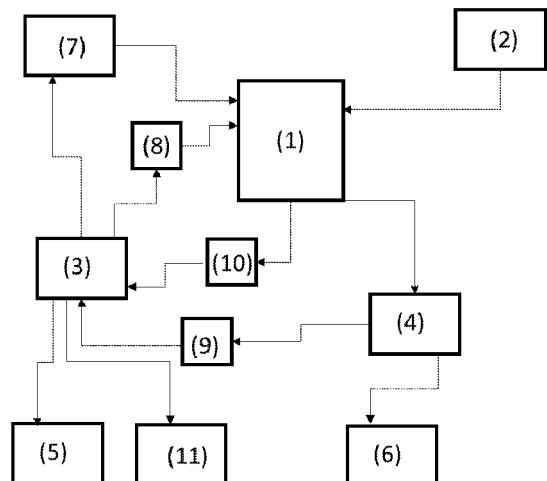
74 Mandataire(s) : RMV EQUIPEMENT.

54 Dispositif d'extraction et de décontamination de substances organiques et/ou inorganiques à partir de matières solides ou semi-solides sous le contrôle de plusieurs paramètres.

57 Dispositif d'extraction et de décontamination de substances organiques et/ou inorganiques à partir de matières solides ou semi-solides sous le contrôle de plusieurs paramètres

La présente invention concerne un dispositif d'extraction et/ou de décontamination de substances organiques et/ou inorganiques, chimiquement et/ou physiquement, pour des matières solides ou semi-solides, par exemple sol, sédiments, aquifères, déchets, mâchefer, boue. Ce dispositif est ex-situ, mobile et/ou fixe, et comprenant plusieurs compartiments : réacteur (1), pompage des solvants (2), récupération des substances organiques et/ou inorganiques (3), séparation solide/liquide (4), évacuation du liquide (5), évacuation du solide traitée (6), recyclage des solvants liquide (7) et gazeux (8), filtration du liquide (9) et gaz (10) et stockage des solvants non recyclables (11).

L'extraction se fait en combinant plusieurs paramètres, de préférence : solvants d'extraction à l'état gazeux et/ou liquide, pression, température, durée du traitement, agitation/vibration et propriétés physico-chimiques de la matière solide ou semi-solide. Les solvants d'extraction sont recyclés. Les substances récupérées peuvent être purifiées et réutilisées par d'autres industries.



FR 3 100 142 - A1



## Description

### **Titre de l'invention : Dispositif d'extraction et de décontamination de substances organiques et/ou inorganiques à partir de matières solides ou semi-solides sous le contrôle de plusieurs paramètres**

- [0001] La présente invention concerne un procédé et un dispositif d'extraction de substances organiques et/ou inorganiques à partir de matières solides ou semi-solides (sol, sédiments, aquifères, déchets, mâchefer, boue...) par séparation chimique (dissolution et/ou désorption) et/ou physique. L'objectif est de valoriser la matière solide après extraction et/ou les substances organiques et/ou inorganiques extraites.
- [0002] Ces matières solides ou semi-solides peuvent contenir des substances organiques et/ou inorganiques sous forme de contaminants ou non contaminants. On cite :
- [0003] – Substances inorganiques (métaux du tableau périodique) sous toutes les formes chimiques, par exemple : Arsenic, Baryum, Cadmium, Chrome, Cuivre, Mercure, Molybdène, Nickel, Plomb, Antimoine, Sélénium, Zinc...
- Substances organiques : hydrocarbures aromatiques polycycliques, benzène, toluène, éthylbenzène, xylènes, composés organohalogénés, polychloro-biphényle, dérivés azoté, dérivés soufrés, dérivés terpéniques, dérivés phénoliques...
- [0004] Généralement les substances organiques et/ou inorganiques peuvent être présentes à des concentrations variables entre ng/kg et g/kg.
- [0005] Les matières solides ou semi-solides à traiter peuvent être par exemple contaminés accidentellement, provenant de construction contenant des matières recyclées, sites industriels traitant une ou plusieurs contaminants organiques et/ou inorganiques...
- [0006] Pour éliminer ou réduire la présence des substances organiques et/ou inorganiques, plusieurs procédés existent mais qui sont spécifiques à quelques substances organiques ou inorganiques et n'éliminent pas l'ensemble des substances organiques et inorganiques en même temps. D'autre part, les protocoles existant sont limités à des approches spécifiques à un procédé particulier et/ou un agent d'extraction particulier (solvant, chélatant...).
- [0007] Dans cette invention, nous proposons des combinaisons de procédé/solvant non évoqué dans la littérature pour les matières solides ou semi-solides et les substances (organiques et/ou inorganiques) ciblées.
- [0008] Parmi les applications de cette invention, le recyclage du sol agricole ou habitable, le recyclage du mâchefer lors de la démolition de constructions contaminées par des substances organiques et/ou inorganiques. Parmi les autres applications, on trouve l'extraction de ces substances organiques et/ou inorganiques présentes en grande

concentration dans des déchets urbains (équipements électroniques, vêtements, poubelles...). Ce déchet urbain initialement toxique devient non toxique et/ou son recyclage devient plus facile et adapté au développement durable. Une des autres applications, est d'extraire des substances organiques et/ou inorganiques d'intérêts pour les utiliser dans d'autres domaines, par exemple enrichir un sol par les substances provenant d'un autre sol plus riche.

- [0009] Les substances organiques et inorganiques récupérées peuvent être purifiées et réutilisées par les entreprises chimiques et/ou autres industries.
- [0010] La majorité des procédés de la littérature sont limités à une partie des substances organiques ou inorganiques mais ne combinent pas les deux grandes familles et ne balayent pas une large gamme des familles des substances chimiques. D'autre part, la majorité des procédés existants demandent des traitements assez longs pour pouvoir éliminer qu'une partie des substances organiques et inorganiques.
- [0011] Au regard des limitations des procédés déjà disponibles, il demeure un besoin de disposer d'un procédé multisubstances organiques et inorganiques qui soit à la fois efficace, rapide, économique, protège l'environnement, facile à mettre en œuvre, fixe ou mobile et accessibles à des endroits encombrants. Il est donc désirable de mettre à disposition de nouveaux procédés propres et robustes pour la décontamination et le traitement des matières solides et semi-solides.
- [0012] Cette invention se base sur un dispositif qui se repose sur l'utilisation de solvant (s) spécifique (s) ayant différentes propriétés physico-chimiques combinées à des procédés pour extraire les substances organiques et/ou inorganiques pour des nouvelles applications pour résoudre des problèmes d'efficacité de traitement et d'environnement.
- [0013] La demande EP0161698 (1984) concerne un procédé pour le nettoyage et la décontamination de sols par a) une séparation d'extraction du sol contaminé principalement par des hydrocarbures ou d'autres substances organiques, des métaux lourds et/ou des cyanures, en agitant le sol contaminé en utilisant comme agent d'extraction de l'eau à un pH déterminé b) la séparation du sol nettoyé ou au moins partiellement nettoyé, de l'eau, c) la réparation des contaminants de l'eau et d) le recyclage de l'eau utilisée comme agent d'extraction.
- [0014] L'invention EP0335162 (1988) concerne un procédé, ainsi qu'un dispositif, pour l'épuration de couches de sol contenant des substances nocives, au moyen d'un agent d'épuration, recueillant les substances nocives, introduit à travers un tube de forage dans les couches du sol, qui est aspiré hors des couches du sol. L'épuration a lieu à l'intérieur d'une chambre entourant le tube de forage, qui, ensemble avec le tube de forage ou séparé de celui-ci, est descendue dans le sol à épurer.
- [0015] EP0365898 (1988) évoque un procédé et dispositif d'assainissement de matériaux de

sol contaminés. Les substances toxiques sont tout d'abord extraites par délavage du matériau de sol au dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) liquide. Le CO<sub>2</sub> est ensuite porté à l'état gazeux. Les substances toxiques sont séparées du CO<sub>2</sub> gazeux, le CO<sub>2</sub> est à nouveau liquéfié et réutilisé.

- [0016] La méthode EP0438568 (1989) résume la décontamination *in situ* de la couche contaminée de sol par l'injection de vapeur dans des puits d'injection et par l'extraction des liquides et des vapeurs issus de ces puits d'extraction, dans des conditions de pression subatmosphérique par lesquelles la vapeur traverse la zone contaminée suivant une direction essentiellement horizontale.
- [0017] La demande EP0509474 (1991) cible la décontamination du sol pollué par des produits nocifs par traitement avec un milieu d'extraction après un préclassement et une séparation des matières légères et des métaux; grâce à ce milieu d'extraction, les produits nocifs sont dilués, extraits et/ou transformés en matières insolubles. Pour ce traitement, ils commencent par générer des espaces de pores ou encore par agrandir des espaces de pores existants dans le sol à traiter, à travers lesquels on guide le milieu d'extraction, les durées de contact entre le sol et le milieu d'extraction étant choisies de telle manière que les produits nocifs sont accueillis par celui-ci par le moyen d'une diffusion. Il est utile de diviser le sol à traiter dans des fractions de graines différentes et de les traiter séparément.
- [0018] EP0548766 (1991) présente un système pour remédier à un gradient de pression élevé, pour la décontamination de sol, qui comporte au moins un puit d'extraction fonctionnant indépendamment ou en liaison avec un puit d'injection. Le puit d'injection est employé pour injecter de la vapeur, de l'air ambiant ou chauffé, à travers le sol, et une sonde d'extraction qui extrait les fluides, les contaminants et éventuellement l'eau du sol.
- [0019] L'invention EP0548765 (1991) concerne un système pour décontaminer un volume de terre qui comporte une sonde constituée par un tube creux allongé, une pointe formant une vis hélicoïdale insérable de telle sorte que la sonde puisse être plantée de façon amovible dans le sol et un certain nombre d'ouvertures formées sur le tube pour une injection d'un fluide sous pression dans le sol afin d'en extraire les fluides et les substances polluées. Au moins une sonde peut être utilisée indépendamment en tant que sonde d'extraction par aspiration des substances polluées.
- [0020] WO9404289 (1992) propose la décontamination des matières solides contaminées par des polluants organiques. Les matières solides sont mélangées avec une micro-émulsion, le cas échéant après avoir été broyées et mécaniquement désagrégées. Les impuretés organiques sont solubilisées dans le compartiment apolaire de la micro-émulsion et la micro-émulsion est décomposée, notamment par un changement de la température, en une phase riche en agents tensio-actifs et en une phase contenant les

polluants. Une installation de mise en œuvre du procédé comprend un dispositif d'extraction en plusieurs étapes, dans lequel les matières solides polluées sont mélangées avec la micro-émulsion et les impuretés se concentrent dans la phase huileuse apolaire.

- [0021] Cette demande EP0608238 (1992) cite la combinaison d'une source d'extraction par le vide, destinée à aspirer des contaminants volatils et des liquides, et de courant électrique pour chauffer *in situ* les contaminants volatils et la couche géologique afin d'éliminer des contaminants de la zone vadose.
- [0022] WO9507773 (1993) se rapporte à un procédé et à un dispositif destinés respectivement à la détection de la pollution du sol et au nettoyage du sol pollué *in situ*. Selon ce procédé, de l'air pollué et/ou un liquide pollué est extrait du sol pollué par une ou plusieurs conduites d'extraction qui sont situées dans le sol au-dessus du niveau de la nappe phréatique, sont respectivement analysés ou décontaminés.
- [0023] Douglas et al (48th Proceedings of the Industrial Waste Conference (1994), 179-85) ont évoqué l'utilisation du CO<sub>2</sub> supercritique pour extraire quelques composés organiques du sol.
- [0024] WO9702906 (1995) porte sur un processus de décontamination d'un mélange de terre contaminé par des métaux qui permet d'obtenir un produit comprenant un fragment de terre traité dont la teneur en métaux est inférieure au mélange de terre contaminé par des métaux. L'opération consiste à préparer un coulis de terre aqueux de départ contenant le mélange de terre contaminé, à le mélanger avec au moins un dialkyledithiocarbamate soluble dans l'eau de manière à pouvoir produire un coulis de terre aqueux comprenant un ou plusieurs complexes de métal-dialkyledithiocarbamate insolubles dans l'eau, à séparer un ou plusieurs complexes insolubles dans l'eau du coulis de terre aqueux obtenu.
- [0025] Fisher et al (*Environ. Sci. Technol.* 19973141120-1127, 1997) ont étudié le sol contaminé par des pesticides et/ou des hydrocarbures aromatiques polycycliques par l'extraction accélérée au solvant comparée à l'extraction Soxhlet et par sonication. Le solvant utilisé est dichlorométhane/acétone 1:1.
- [0026] La présente invention WO0000871 (1998) concerne un appareil amélioré et un procédé pour la décontamination et la biorestauration de sols chargés d'hydrocarbures organiques et de composés inorganiques toxiques. Le sol à traiter est placé dans un bac de traitement lui-même placé à l'intérieur d'une chambre de traitement. Un dispositif de chauffage par rayonnement à grilles multiples est placé au-dessus de la chambre de traitement et les composés contaminants sont chauffés et volatilisés. Un ventilateur soufflant crée une dépression qui extrait les gaz d'hydrocarbures organiques et autres contaminants volatilisés, à travers le sol, et les évacue vers l'unité d'extraction/condensation de vapeur des contaminants où les composés sont liquéfiés et

conditionnés.

- [0027] Richter et al (Journal of Chromatography A, 874, 2, 2000, 217-224) ont utilisé l'extraction accélérée au solvant pour la décontamination des hydrocarbures des sols secs et humides. Les températures de 125 à 200°C et différents solvants ont été étudiées (hexane, heptane, dichlorométhane, acétone) avec des mélanges. Les solvants non polaires n'ont pas pu récupérer complètement les contaminants des sols humides aux températures étudiées. Les récupérations quantitatives des matières organiques de la gamme diesel et des huiles organiques usées ont été obtenues en utilisant les conditions optimales. Ces résultats montrent qu'une extraction accélérée au solvant peut générer des résultats comparables à ceux obtenus avec Soxhlet ou la sonication.
- [0028] L'invention WO0172343 (2000) concerne un système et un procédé permettant d'accélérer la décontamination des sols contaminés, de la zone non saturée et/ou des eaux souterraines. Les contaminants sont éliminés par apport d'énergie thermique via des tranchées ou une tuyauterie de distribution à forage et à installation dirigés ou horizontaux, par apport d'oxygène pur *via* une tuyauterie séparée, par bioventilation, par barbotage et par biorestauration. Enfin par extraction des contaminants volatils du sol via des puits verticaux, qui sont tous contenus dans un système de traitement mobile. Les contaminants sont séparés des gaz souterrains par filtrage ou oxydation. Des contaminants résiduels sont soumis à une volatilisation par augmentation de température due à un apport d'énergie thermique et/ou à une oxydation *via* des micro-organismes dégradant les contaminants.
- [0029] Cette demande JP2002307047 (2001) cite une méthode et un dispositif de purification de sol contaminé avec injection à haute pression. Le procédé est réalisé en formant un trou avec une profondeur permettant d'atteindre le sol contaminé par un axe rotatif comportant une buse, une injection d'air et d'eau à haute pression *via* la buse permettant de créer un espace par excavation du sol contaminé et de décharger le sol.
- [0030] L'invention WO03027331 (2001) porte sur un détergent actif de type colloïde dont les microsphères colloïdales ont une grosseur de particule prédéterminée. Le détergent actif de type colloïde est dilué dans une concentration d'eau spécifique, avec des nutriments et des agents d'oxydation en vue de procéder à la dégradation et à la biore-médiation de composés organiques qui sont réduits par l'oxyde en mélanges non contaminants. L'invention porte également sur un procédé qui comprend la dégradation chimique dans une cuve de traitement, la biodégradation par des bactéries (en milieu aérobie ou anaérobie) dans une cuve de rétention, la dégradation, le lavage par immersion et la bioremédiation du sol ciblé contaminé. L'installation de traitement comprend une cuve pour l'injection du remède écologique contre les contaminants et de l'eau phréatique traitée, cette cuve possédant des tubes d'injection, des puits

d'extraction et un équipement de circulation et de traitement associé.

- [0031] WO03035290 (2001) concerne un procédé qui permet d'éliminer les contaminants d'un sol contaminé. Il est possible extraire des vapeurs d'un puits d'extraction de vapeur et appliquer de la chaleur sur le sol contaminé à partir d'une pluralité de puits chauffants à une vitesse inférieure ou égale à celle à laquelle la quantité estimée de vapeur d'eau s'évaporerait. L'application de chaleur peut augmenter la perméabilité du sol.
- [0032] KR2002082973 (2002) cite un système de bioremédiation pour purifier les sols contaminés par le pétrole en utilisant l'extraction du sol par des vapeurs d'air sous pression. Le système de bioremédiation comprend plusieurs puits installés sous terre jusqu'à l'extraction des gaz ou liquide.
- [0033] La demande KR2002082974 (2002) cite un système pour assainissement des sols pour traiter la contamination des sols. Le système comprend une extension équipé d'un premier organe de pompage d'air pour fournir une certaine puissance de pompage pour l'extraction des gaz et liquide. Un dispositif d'injection d'air est équipé d'un second élément de pompage pour fournir un certain pouvoir de pompage afin d'injecter sélectivement de l'air dans les éléments de puits.
- [0034] WO03091534 (2002) concerne un procédé de récupération d'un filon houiller, d'une substance organique ou d'une substance organique fossile dans le sous-sol au moyen d'un processus de gazéification sans combustion à son endroit d'origine. Ledit processus consiste à pousser du CO<sub>2</sub> supercritique depuis la surface du sol. Ce procédé cible les substances organiques de petite taille telles que le CH<sub>4</sub> sans traiter les composés les moins volatils du sol.
- [0035] La demande de brevet JP2005180968 (2003) est basée sur un système de prélèvement et méthode d'analyse du contaminant organique. Le système proposé n'utilise que le CO<sub>2</sub> supercritique à une pression assez élevée (300 bar) combinée à 130°C.
- [0036] La demande de brevet EP2412454 (2010) concerne l'application de CO<sub>2</sub> à l'état gazeux ou liquide dans l'assainissement des sols, sédiments et nappes aquifères contaminés. Ce procédé vise à favoriser la désorption et/ou la dissolution des contaminants organiques et/ou inorganiques de sols/sédiments. Les mécanismes de désorption et/ou de dissolution du CO<sub>2</sub> permettent d'obtenir : - l'extraction et/ou la récupération des contaminants ; - le transport de contaminants provenant des couches plus profondes vers les couches les plus superficielles du sol ; - la disponibilité des contaminants pour des procédés d'élimination ultérieurs (procédés biologiques, chimiques et/ou physiques). L'invention couvre les systèmes de remédiation *in-situ*, sur site et *ex-situ*. En cas de traitement sur site ou *ex-situ*, l'invention concerne l'injection/diffusion de CO<sub>2</sub> dans un sol excavé ou des sédiments dragués, recueillis en tas ou envoyés dans des réacteurs dédiés. Le CO<sub>2</sub> peut être injecté dans le sol et les

sédiments à l'état gazeux ou liquide. Dans tous les cas, *in situ*, sur site ou *ex-situ*, le CO<sub>2</sub> peut être injecté pur ou mélangé et/ou combiné avec d'autres gaz inertes, oxydants et/ou réducteurs.

- [0037] La méthode citée dans ce travail KR2011092171 (2011) consiste à: (1) ajouter un agent chélatant dans un sol contaminé par des métaux lourds et du pétrole pour obtenir un mélange, (2) dans un réacteur et en le maintenant à 40-50 °, (3) alimenté par le CO<sub>2</sub> supercritique en maintenant la pression à 12-16 MPa (120-160 bar) et en fournissant des ondes ultrasonores pour extraire les contaminants.
- [0038] L'invention WO2012165025 (2011) fournit un procédé destiné à éliminer une pollution causée par des substances radioactives par application d'une technique de traitement d'oxydation/réduction, et à décontaminer des déchets, une terre et un sol pollués dans un environnement extérieur, tout en permettant la réutilisation après purification de l'effluent mis en œuvre pour la décontamination. Le procédé de l'invention comporte : une étape d'extraction, une étape de nettoyage à l'aide d'une eau soumise à un traitement de réduction; une étape de séparation solide/liquide; une étape d'adsorption à l'aide d'un adsorbant; et une étape de traitement de microbulles par cavitation.
- [0039] L'invention WO2015187692 (2014) concerne un procédé de décontamination du sol. Le procédé comprend le forage de trous d'injection et d'extraction dans le sol, l'injection d'un réactif dans le trou d'injection, le traitement du sol par un agent chélatant à chélater un métal présent dans le sol, la réaction du métal chélaté avec un peroxyde pour produire des ions hydroxyde. Les contaminants piégés sont libérés et transférés à la surface du sol.
- [0040] La présente invention CN105436200 (2015) décrit une solution d'extraction de volatile/semi-volatile du sol contaminé. Le procédé traite des sites contaminés par un dispositif comprenant un système de vapeur chaud suivi de la condensation des composés volatils sur du charbon actif.
- [0041] La présente invention KR1671753 (2016) concerne un purificateur souterrain avec un système de lavage par une solution oxydante *in-situ* dans le sol pour les polluants pétroliers et huiles en même temps la désorption des contaminants adsorbés sur le sol par le processus d'injection d'eau.
- [0042] L'invention CN107350278 (2017) concerne un système de remédiation *in situ* et un procédé permettant de supprimer de manière synergique un organisme polluants dans le sol et les eaux souterraines. Le procédé comprend l'injection d'un oxydant dans le sol et les eaux souterraines, à haute température. La pression dans le puits favorise la désorption du sol des composés organiques et semi-volatile, puis traitement dans un réservoir d'adsorption de charbon actif, et déchargement.



## DESCRIPTION DETAILLEE

- [0043] Le procédé et le dispositif sont susceptibles de comporter une première étape de broyage de la matière à extraire pour avoir des tailles inférieures à 50 mm (dispositif de tamis vibrant par exemple). Par la suite, la matière solide ou semi-solide est avantageusement introduite dans un réacteur qui résiste à la combinaison de la pression (1-500 bar), de la température (15-300°C), des solvants organiques apolaires ou polaires (gaz et liquide), à l'eau ( $0 < \text{pH} < 14$ ) et avec un système d'agitation et/ou de vibration.
- [0044] Ledit procédé et sa conception, à titre illustratif, combine un dispositif contenant plusieurs compartiments selon l'invention [fig.1] :
- [0045] - un système de broyage si la matière n'est pas assez fine suivi du tamisage ;
- [0046] - un système à base d'un réacteur d'extraction (1) résistant à tous les paramètres et variables de l'extraction, alimenté par une entrée principale pour la matière solide et les solvants liquides ; un dispositif d'agitation/vibration et de malaxage de la matière à extraire avec les solvants d'extraction (gaz et/ou liquide) à l'intérieur du réacteur ; un équipement de pompage pour contrôler la pression, la température et l'humidité à l'intérieur du réacteur avec des durées d'applications nécessaires ;
- [0047] - un système de pompage (pression et température contrôlées) pour alimenter le réacteur par le volume nécessaire du ou des solvants à l'état gaz (2) ; les gaz utilisés proviennent soit de bouteilles sous pression soit de l'utilisation de générateur pour certains gaz.
- [0048] - un système de récupération et de concentration et/ou condensation des substances volatiles et non volatiles (3) ;
- [0049] - un système de séparation solide/liquide : la matière solide ou semi-solide traitée séparée de la partie liquide (filtrat ou lixiviat) contenant les substances organiques et/ou inorganiques (4) ;
- [0050] - un système d'évacuation de la phase liquide contenant les substances extraites (5) ;
- [0051] - un système d'évacuation de la matière solide ou semi-solide traitée (6) ;
- [0052] - un système de recyclage (réservoir ou récipient) des solvants liquide (7) et gazeux (8) contrôlé par la température et la pression (re-compression et/ou re-liquéfaction) ;
- [0053] - un système de filtration de la partie liquide (9) ;
- [0054] - un système de filtration de la partie gazeuse (10) ;
- [0055] - un système de stockage des solvants usés non recyclables (par exemple cryogénique) (11).
- [0056] Néanmoins, le dispositif est constitué de l'ensemble des conduites sous forme de tuyaux adaptés aux substances étudiées, vannes, filtres etc. Plus précisément, le dispositif prévoit un nettoyage des conduites, des réacteurs, des filtres ...

- [0057] Les paramètres physico-chimiques de la matière solide ou semi-solide à extraire ainsi que le taux des substances (organiques et/ou inorganiques) ciblées sont à mesurer pour estimer la quantité, le type du ou des solvants d'extraction à ajouter, la durée, le nombre de cycle, etc.
- [0058] Ainsi, les solvants à utiliser sont les moins toxiques en priorité avec des mélanges et des proportions bien définies, En particulier, par exemple selon l'invention : eau, air, azote, oxygène, CO<sub>2</sub> gaz ou liquide, éthanol, éther diéthylique, cyclohexane, acétate d'éthyle, dichloromethane ou le méthanol etc. Cette liste est non exhaustive.
- [0059] L'extraction est basée généralement sur une ou plusieurs étapes selon l'invention :
- [0060] – Extraction et condensation de la partie des substances volatiles en combinant les proportions des solvants (gaz ou liquide), la température, la pression et le temps. Il est possible de relancer plusieurs cycles.
- Extraction d'une partie liquide à partir du solide ou semi-solide par macération et agitation en combinant les proportions des solvants, la température, la pression et le temps. Le système fonctionne par malaxage (agitation et/ou vibration) pour une durée suffisante à l'extraction puis une séparation du filtrat par rapport à la partie solide. Il est possible de relancer plusieurs cycles.
- Extractions combinée de la partie des substances volatiles suivie de l'extraction des substances liquides ou l'inverse notamment en combinant les proportions des solvants, la température, la pression et le temps. Il est possible de relancer plusieurs cycles.
- [0061] Lesdites substances organiques et/ou inorganiques extraites sont sous forme de substances volatiles et/ou des substances non volatiles dans le filtrat. Ils seront concentrés en recyclant les solvants qui seront réutilisés pour de nouvelles extractions. Selon un mode de réalisation, les substances organiques et/ou inorganiques extraites seront (i) soit utilisées par des industriels chimiques pour d'autres applications, (ii) soit traitées par des entreprises spécialisées suivant la réglementation en vigueur. Le choix du meilleur traitement dépendra de la composition du mélange.
- [0062] L'extraction selon l'invention à partir de la matière solide ou semi-solide peut avoir l'intérêt, soit de nettoyer cette dernière de substances organiques et/ou inorganiques soit d'extraire des substances organiques et/ou inorganiques d'intérêt à valoriser.
- [0063] Il existe plusieurs types de protocoles d'extraction de substances organiques ou inorganiques à partir d'une matière solide surtout le sol. Les différents protocoles utilisent généralement soit l'extraction de matières organiques soit l'extraction de matières inorganiques.
- [0064] Plus particulièrement, la présente innovation met en place également procédé qui peut extraire les deux familles organiques et inorganiques en même temps ou séparément en temps assez rapide. Ainsi, ce procédé et ce dispositif sont très intéressants

pour décontaminer des matières contenant des substances organiques et/ou inorganiques toxiques à la fois.

[0065] Pour le dispositif du recyclage, un contrôle de pression et de température, entre d'autres selon l'invention, permettra de recycler les solvants sans réinjecter des substances cibles dans le réacteur. Une des possibilités envisagées est de prévoir éventuellement des analyseurs (infrarouge, Raman,...) en ligne spécifiques aux différents solvants analysés.

[0066] Avant l'extraction, une analyse complète des différents paramètres physico-chimiques de la matière solide ou semi-solide et l'analyse des quantités des substances (organiques et/ou inorganiques) ciblées selon l'invention est indispensable pour adapter le protocole à appliquer (en fonction de leurs concentrations, volatilité, polarité, toxicité, etc.) et les précautions de sécurité nécessaires. La priorité sera donnée aux solvants verts et en fonction de l'application prévue pour la matière solide ou semi-solide extraite.

[0067] Après traitement, une analyse de la matière traitée selon l'invention sera effectuée notamment pour s'assurer d'une élimination efficace des substances organiques et inorganiques (des teneurs au moins inférieures à la réglementation pour l'utilisation de la matière traitée). Un contrôle supplémentaire sera effectué aussi pour le résidu des solvants organiques utilisés.

[0068] De la même façon, les substances concentrées extraites seront analysées notamment pour adapter le type de traitement à appliquer. Le traitement et/ou l'élimination du résidu extrait sera traité en fonction de la réglementation en vigueur dans le pays du traitement.

[0069] La présente invention prévoit de fixer un périmètre de sécurité aux alentours du dispositif lors d'un traitement et qui dépendra de la composition de la matière solide à traiter, des substances ciblées et du procédé choisi.

### **EXEMPLE 1**

#### **Extraction de substances organiques**

[0070] Dans cet exemple, nous traitons le cas d'une matière solide ou semi-solide contenant des substances organiques à extraire.

[0071] Le protocole à appliquer commencera par extraire les substances organiques volatiles en se servant du CO<sub>2</sub> supercritique ou un autre gaz combiné à des solvants organiques spécifiques aux familles chimiques présentes. Les paramètres quantité de CO<sub>2</sub> ou un autre gaz, quantité des solvants, température, pression et temps d'extraction seront combinés pour avoir une extraction efficace et économique.

[0072] Dans un second lieu et en fonction des familles chimiques, un ou des solvants peuvent être appliqués pour extraire les substances organiques non volatiles. Les pa-

ramètres quantité du ou des solvants, pression, température, temps d'extraction seront combinés pour une extraction efficace et économique.

### **EXEMPLE 2**

#### **Extraction de substances inorganiques**

[0073] Dans cet exemple, nous traitons le cas d'une matière solide ou semi-solide contenant des substances inorganiques à extraire.

[0074] Le protocole à appliquer vise à extraire les substances inorganiques en se servant d'une combinaison de plusieurs solvants spécifiques aux substances inorganiques présentes. Les paramètres quantité du ou des solvants, température, pression et temps d'extraction seront combinés pour avoir une extraction efficace et économique.

### **EXEMPLE 3**

#### **[0075] Extraction de substances organiques et inorganiques**

[0076] Dans cet exemple, nous traitons le cas d'une matière solide ou semi-solide contenant des substances organiques et inorganiques en même temps à extraire.

[0077] Le protocole à appliquer commencera par extraire les substances volatiles en se servant du CO<sub>2</sub> supercritique ou un autre gaz combiné à un ou des solvants organiques spécifiques aux familles chimiques présentes. Les paramètres quantité de CO<sub>2</sub> ou un autre gaz, quantité du ou des solvants, température, pression et temps d'extraction seront combinés pour avoir une extraction efficace et économique.

[0078] Dans un second lieu et en fonction des familles chimiques non volatiles, un ou des solvants peuvent être appliqués pour les extraire. Les paramètres quantité du ou des solvants, pression, température, temps d'extraction seront combinés pour une extraction efficace et économique.

## Revendications

[Revendication 1]

Un dispositif mobile et/ou fixe, pour une extraction et/ou de décontamination de substances organiques et/ou inorganiques à partir des matières solides ou semi-solides, de préférence sol, sédiments, aquifères, déchets, mâchefer, boue, comprenant plusieurs compartiments :

- a.** un système de broyage si une matière solide ou semi-solide n'est pas assez fine de préférence de taille inférieure à 50 mm suivi d'un tamisage ;
- b.** un réacteur (1) d'extraction et/ou de décontamination, de préférence pour un dispositif mobile ou fixe, comprenant une entrée principale de préférence pour une matière solide ou semi-solide et des solvants liquides, de préférence eau ( $0 < \text{pH} < 14$ ), éthanol, éther diéthylique, cyclohexane, acétate d'éthyle et/ou dichlorométhane, cette liste est non exhaustive ; un réacteur contient aussi un dispositif d'agitation et/ou malaxage et un équipement de pompage et de pilotage d'une pression, d'une température et d'une humidité ;
- c.** un système de pompage (2) de préférence par des vannes où une pression et une température sont contrôlées pour alimenter un réacteur par des solvants gazeux, de préférence : air, CO<sub>2</sub>, azote, oxygène, eau ou autre gaz ; ces gaz sont produits de préférence par des générateurs et/ou stockés de préférence dans des bouteilles ;
- d.** un système de récupération des substances organiques et/ou inorganiques extraites, sous forme de volatiles et/ou non volatiles, par concentration et/ou condensation par un compartiment contrôlé par une température et une pression avec des vannes (3) ;
- e.** un système de séparation solide/liquide de préférence par des filtres et de préférence sous pression par des vannes : une matière solide ou semi-solide traitée est séparée d'une partie liquide contenant des substances organiques et/ou inorganiques extraites (4) ;
- f.** un système d'évacuation d'une phase liquide contenant des substances organiques et/ou inorganiques extraites (5) ;
- g.** un système d'évacuation d'une matière solide traitée (6) ;
- h.** un système de recyclage des solvants liquide (7) et gazeux (8), de préférence dans un réservoir ou un récipient, contrôlé par une température et une pression, de préférence par re-compression et/ou re-liquéfaction ;
- i.** un système de filtration d'une partie liquide de préférence par des

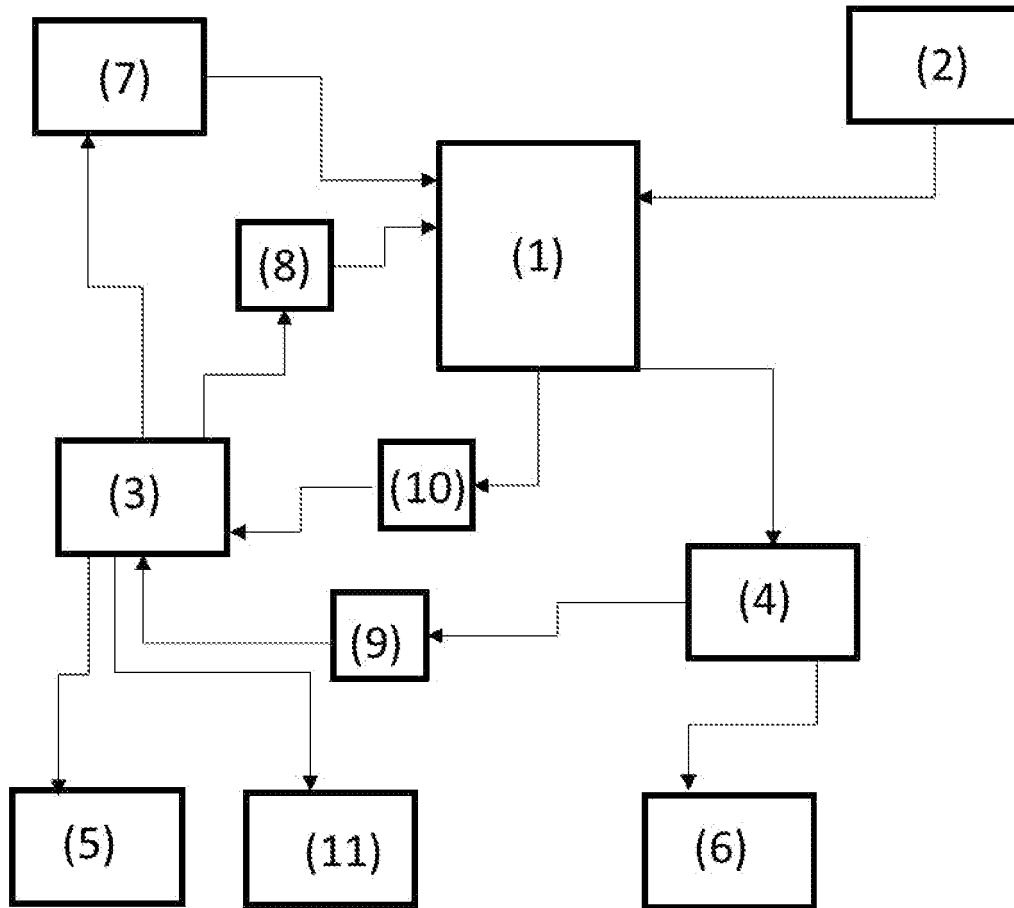
filtres (9) ;

**j.** un système de filtration d'une partie gazeuse de préférence par des filtres (10) ;

**k.** un système de stockage des solvants liquides usés non recyclables de préférence cryogénique (11) ;

**l.** ce dispositif est constitué aussi de l'ensemble des conduites sous forme de tuyaux adaptés aux substances organiques et/ou inorganiques étudiées, vannes, filtres. Ce dispositif prévoit un nettoyage des conduites, des réacteurs, des filtres.

[Fig. 1]



**RAPPORT DE RECHERCHE  
 PRÉLIMINAIRE**

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

 N° d'enregistrement  
 national

 FA 878269  
 FR 1909486

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		
Y	CN 103 230 932 A (UNIV NORTH CHINA ELEC POWER) 7 août 2013 (2013-08-07) * revendications 1-4 *	1	B09C1/02
Y,D	EP 2 412 454 A1 (ACETILENE & DERIVATI S I A D S P A IN ABBREVIATED FORM SIAD S P A SOC) 1 février 2012 (2012-02-01) * revendications 1-4,7,11,12 *	1	
Y	US 5 986 147 A (PLUNKETT ERLE L [US]) 16 novembre 1999 (1999-11-16) * le document en entier *	1	
Y,D	KR 2011 0092171 A (GYEONGGI DO [KR]) 17 août 2011 (2011-08-17) * alinéas [0010], [0022] - [0026] *	1	
Y	EP 0 365 898 A1 (LINDE AG [DE]) 2 mai 1990 (1990-05-02) * colonnes 4-5; revendication 6 *	1	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
			B09C B01D B09B C02F B01J
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
24 juin 2020		Devilers, Erick	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention	
X : particulièrement pertinent à lui seul		E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un		à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date	
autre document de la même catégorie		de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : arrière-plan technologique		D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite		L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire		& : membre de la même famille, document correspondant	



**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 1909486 FA 878269**

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 **24-06-2020**  
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
CN 103230932	A	07-08-2013	AUCUN	
-----				
EP 2412454	A1	01-02-2012	EP 2412454 A1	01-02-2012
			ES 2655694 T3	21-02-2018
			HU E038191 T2	28-09-2018
			IT 1401906 B1	28-08-2013
			PT 2412454 T	18-01-2018
			SI 2412454 T1	30-03-2018
-----				
US 5986147	A	16-11-1999	AUCUN	
-----				
KR 20110092171	A	17-08-2011	AUCUN	
-----				
EP 0365898	A1	02-05-1990	AT 89769 T	15-06-1993
			DE 3836130 A1	26-04-1990
			EP 0365898 A1	02-05-1990
-----				