(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
28 décembre 2017 (28.12.2017)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2017/220773 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C01F 11/02 (2006.01) *C04B 2/04* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2017/065521

(22) Date de dépôt international :
23 juin 2017 (23.06.2017)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
PCT/EP2016/064740 24 juin 2016 (24.06.2016) EP
2016/5471 24 juin 2016 (24.06.2016) BE

(71) Déposant : **S.A. LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT** [BE/BE] ; rue Charles Dubois 28, 1342 Ottignies-Louvain-la-Neuve (BE).

(72) Inventeur : **LORGOUILLOUX, Marion** ; Rue des Canadiens 57, 7110 Strépy Bracquegnies (BE).

(74) Mandataire : **GEVERS PATENTS** ; Holidaystraat 5, 1831 Diegem (BE).

(81) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), européen (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée:
— *avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))*

(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING A HIGHLY POROUS FINE POWDERED SLAKED LIME COMPOSITION, AND PRODUCT OBTAINED THEREFROM

(54) **Titre :** PROCÉDÉ DE PRÉPARATION D'UNE COMPOSITION DE CHAUX ÉTEINTE PULVÉRULENTE FINE ET TRÈS POREUSE ET PRODUIT OBTENU À PARTIR DE CELUI-CI

(57) **Abstract:** The present invention relates to a method for producing a highly porous fine powdered slaked lime composition, comprising: a fluidisation step for forming said highly porous fine powdered slaked lime composition having an Alpine fluidity of greater than 50%, carried out in a dryer-grinder selected from the group comprising a dryer-pin mill, a dryer-cage grinder, a flash dryer-deagglomerator and a combination thereof, until the powdered slaked lime composition has a non-solid residual phase content of less than or equal to 3.5 wt.%, and greater than or equal to 0.3 wt.%. The invention also relates to the product obtained therefrom.

(57) **Abrégé :** La présente invention concerne un procédé de production d'une composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse comprenant une étape de fluidification pour former ladite composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse ayant une fluidité Alpine supérieure à 50 % et qui est réalisée dans un sécheur-broyeur choisi dans le groupe constitué par un sécheur-broyeur à broches, un sécheur-broyeur à cages, un sécheur-désagglomérateur instantané et une combinaison de ceux-ci jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide inférieure ou égale à 3,5 % en poids et supérieure ou égale à 0,3 % en poids, ainsi que le produit obtenu à partir de celui-ci.

WO 2017/220773 A1

Procédé de préparation d'une composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse et produit obtenu à partir de celui-ci

La présente invention concerne un procédé de production d'une composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse, comprenant les étapes consistant à introduire de la chaux vive dans une zone d'alimentation d'un hydrateur, introduire de l'eau dans la zone d'alimentation de l'hydrateur, éteindre ladite chaux vive dans une zone d'extinction de l'hydrateur au moyen d'une quantité d'eau qui est suffisante pour obtenir une chaux éteinte ayant une teneur en phase résiduelle non solide comprise entre 15 % et 55 % en poids, de préférence entre 15 et 35 % en poids, sécher et broyer ladite chaux éteinte pour former la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Par les termes « composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse », on entend au sens de la présente invention, une composition de chaux éteinte pulvérulente présentant une surface spécifique BET élevée et un volume poreux BJH élevé, ce qui signifie une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote, supérieure ou égale à 25 m^2/g et un volume poreux BJH total, constitué de pores d'un diamètre inférieur à 1000 Å, supérieur ou égal à 0,15 cm^3/g.

Par les termes « composition de chaux éteinte pulvérulente », on entend dans la présente invention, une composition de chaux éteinte se composant de particules libres et individuelles d'hydroxyde de calcium.

Par les termes « composition de chaux éteinte pulvérulente fine », on entend selon la présente invention, une composition de chaux éteinte en poudre présentant une taille de particules d_{98} inférieure à 200 µm, en particulier inférieure à 150 µm. Dans cette perspective, la composition de chaux éteinte pulvérulente diffère notamment de granulés ou de galets qui présentent une taille de particules plus grande.

L'oxyde de calcium, CaO, est souvent appelé « chaux vive », tandis que l'hydroxyde de calcium, $Ca(OH)_2$, est appelé « chaux hydratée » ou « chaux éteinte », les deux composés étant parfois de manière informelle nommés « chaux ». En d'autres termes, la chaux est un produit industriel respectivement à base d'oxyde ou d'hydroxyde de calcium.

Par « chaux vive », on entend une matière solide minérale dont la composition chimique est principalement de l'oxyde de calcium, CaO. La chaux vive est généralement obtenue par calcination de calcaire (principalement $CaCO_3$).

La chaux vive peut également contenir des impuretés telles que de l'oxyde de magnésium, MgO, de l'oxyde de soufre, SO_3, de la silice, SiO_2, ou encore de l'alumine, Al_2O_3, ..., dont la somme est à un taux de quelques % en poids. Les impuretés sont exprimées ici sous leur forme d'oxyde, mais bien sûr, elles peuvent apparaître sous différentes phases. La chaux vive contient généralement également quelques % en poids de calcaire résiduel, appelé résidus incuits.

La chaux vive appropriée selon la présente invention peut comprendre du MgO en une quantité comprise dans la plage allant de 0,5 à 10 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 5 % en poids, plus préférablement inférieure ou égale à 3 % en poids, de manière préférée entre toutes inférieure ou égale à 1 % en poids par rapport au poids total de la chaux vive.

Typiquement, pour former de la chaux éteinte, de la chaux vive est utilisée en présence d'eau. L'oxyde de calcium dans la chaux vive réagit rapidement avec l'eau pour former du dihydroxyde de calcium $Ca(OH)_2$, sous la forme de chaux éteinte ou de chaux hydratée, dans une réaction appelée réaction d'hydratation ou d'extinction qui est très exothermique. Dans ce qui suit, le dihydroxyde de calcium va être simplement appelé hydroxyde de calcium.

La chaux éteinte peut donc contenir les mêmes impuretés que celles de la chaux vive à partir de laquelle elle est produite.

La chaux éteinte selon la présente invention peut également comprendre du $Mg(OH)_2$ en une quantité comprise dans la plage allant de 0,5 à 10 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 5 % en poids, plus préférablement inférieure ou égale à 3 % en poids, de manière préférée entre toutes inférieure ou égale à 1 % en poids par rapport au poids total de la chaux éteinte.

La chaux éteinte peut également comprendre de l'oxyde de calcium, qui peut ne pas avoir été entièrement hydraté lors de l'étape d'extinction, ou du carbonate de calcium $CaCO_3$. Le carbonate de calcium peut provenir du calcaire initial (incuit) à partir duquel ladite chaux éteinte est obtenue (par l'intermédiaire de l'oxyde de calcium), ou provenir d'une réaction de carbonatation partielle de la chaux éteinte par contact avec une atmosphère contenant du CO_2.

La quantité d'oxyde de calcium dans la chaux éteinte selon la présente invention est généralement inférieure ou égale à 3 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 2 % en poids et plus préférablement inférieure ou égale à 1 % en poids par rapport au poids total de la chaux éteinte.

La quantité de CO_2 dans la chaux éteinte (principalement sous la forme de $CaCO_3$) selon la présente invention est inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, plus préférablement inférieure ou égale à 2 % en poids, par rapport au poids total de la chaux éteinte selon la présente invention.

La réaction d'extinction est généralement effectuée dans un hydrateur, dans lequel de la chaux vive est amenée en amont du sens de l'extinction, c'est-à-dire le sens avec lequel la chaux est transportée le long de et dans l'hydrateur. La chaux éteinte est retirée en aval du sens de l'extinction. Des moyens de transport, comme un arbre horizontal équipé de pales de mélange par exemple, permettent le transport de la chaux dans le sens de l'extinction dans l'hydrateur, à partir de l'alimentation de chaux vive jusqu'au retrait de la chaux éteinte. Les moyens de transport permettent également un mélange homogène de la chaux subissant une hydratation et améliorent donc le contact entre l'eau et la chaux dans l'hydrateur et évitent la formation de points chauds.

Un hydrateur peut être divisé en différentes zones consécutives. La première est appelée la zone d'alimentation ou de mélange et constitue la partie de l'hydrateur située en amont du sens de l'extinction, dans laquelle la chaux vive et l'eau sont introduites et mélangées ensemble. La deuxième zone, appelée zone d'extinction, représente la partie de l'hydrateur dans laquelle la réaction d'extinction se produit principalement, c'est-à-dire dans laquelle la plupart de la chaux est chimiquement transformée en chaux éteinte et dans laquelle la plupart de la vapeur est générée, notamment en raison de cette réaction exothermique.

Différents types de procédés d'hydratation et d'hydrateurs existent, en fonction des propriétés de la chaux vive utilisée, mais aussi du rendement attendu de la réaction d'extinction et des propriétés souhaitées de la chaux éteinte qui en résulte.

Afin d'atteindre un bon rendement d'hydratation, plusieurs paramètres doivent être pris en compte, tels que le temps de séjour de la chaux dans l'hydrateur, la réactivité à l'eau de la chaux vive, l'emplacement de la chaux vive et de l'alimentation en eau le long de l'hydrateur, mais aussi la quantité d'eau par rapport à la quantité de chaux.

La réactivité à l'eau de la chaux vive est généralement caractérisée et mesurée par la procédure indiquée dans la norme européenne EN459-2 et est souvent quantifiée par la valeur t_{60}, qui est le temps nécessaire pour atteindre une température de 60°C pour un volume d'eau de 600 cm^3 initialement à 20°C, avec l'ajout de 150 g de chaux vive.

Au cours de l'hydratation de la chaux vive, des particules plus ou moins fines sont produites, en fonction de la taille de particules de la chaux vive alimentée, mais aussi en fonction de la vitesse de la réaction d'hydratation, cette dernière étant explosive et produisant de petites particules craquelées et explosées. Une réaction d'extinction bien contrôlée est donc difficile à obtenir malgré son importance pour produire la taille de particules souhaitée (allant de particules fines à la génération de grains de chaux, correspondant à des particules qui sont agglomérées ensemble), ainsi que la porosité souhaitée. Dans cette perspective, la température à l'intérieur de la zone d'hydratation ou d'extinction est également un facteur clé qui régit la réaction d'hydratation.

Les compositions de chaux éteinte sont couramment obtenues industriellement par différents procédés en fonction de la quantité d'eau utilisée par rapport à la chaux.

Dans un premier procédé de production appelé « mode d'extinction à sec », de l'eau est ajoutée dans l'hydrateur en une quantité limitée à celle qui est nécessaire pour hydrater complètement la chaux vive, en tenant compte du fait qu'une partie va s'évaporer au cours de la réaction d'extinction, en raison du caractère exothermique de cette réaction.

À la sortie de l'hydrateur, le produit de chaux éteinte résultant est une composition de chaux éteinte standard sous forme de poudre présentant une surface spécifique BET généralement comprise entre 12 et 20 m^2/g et comprenant en général moins de 2 % en poids, voire moins de 1,5 % en poids d'humidité (eau libre).

Les chaux éteintes standard sont généralement utilisées dans un grand nombre d'applications industrielles comme le traitement des eaux, le conditionnement des boues, le traitement des gaz de combustion, l'agriculture, la construction, etc.

Pour certaines de ces applications, les propriétés de la chaux éteinte sont particulièrement critiques pour obtenir de bonnes performances. Par exemple, pour le traitement de gaz de combustion, de la chaux est utilisée en tant que sorbant de plusieurs polluants gazeux tels que HCl, HF, SO_x, NO_x. Cependant, une telle chaux, une fois qu'elle a

capturé ces polluants, devient un sous-produit qui doit être traité ou recyclé. Par conséquent, les industriels recherchent des sorbants hautement performants afin de réduire la quantité de sous-produit, dont le traitement est coûteux.

Une façon d'augmenter la performance de la chaux consiste à augmenter la proportion de chaux hydratée qui va réellement entrer en contact avec les polluants à capturer, notamment en réduisant la taille des particules et/ou en augmentant la surface spécifique et/ou le volume poreux de la chaux hydratée.

Ainsi, au cours des dernières années, de plus en plus de produits et de procédés de production ont été développés afin de contrôler les propriétés de la chaux éteinte, notamment sa taille de particule, son volume poreux et/ou sa surface spécifique, afin d'améliorer sa capacité de sorption.

Une première approche consiste à produire une chaux éteinte ayant une surface spécifique élevée, par extinction de chaux vive avec un alcool, notamment comme décrit dans le document US5492685, ou en présence d'additifs particuliers, tels qu'un (di-, tri- ou poly-)éthylène glycol ou une (di-, tri- ou poly-)éthanolamine, notamment comme décrit dans le document WO9209528.

Un autre procédé pour la production de chaux éteinte ayant une surface spécifique élevée consiste à éteindre la chaux vive avec un excès d'eau de manière à obtenir, à la sortie de l'hydrateur, une composition de chaux éteinte humide présentant une teneur en humidité résiduelle comprise entre 15 et 35 % en poids. La composition de chaux éteinte humide est ensuite davantage séchée dans un dispositif de séchage afin de réduire la teneur en humidité et de former une composition de chaux éteinte pulvérulente sèche. Ce procédé est généralement appelé « procédé semi-humide » et est notamment décrit dans les documents WO97/14650 et US2894820.

Plus précisément, dans le document WO97/14650, au nom de la demanderesse, l'étape de séchage est suivie ou simultanément combinée à une étape de broyage de manière à contrôler la taille des particules de la chaux éteinte. La composition de chaux éteinte pulvérulente résultante est constituée essentiellement de particules d'hydroxyde de calcium sèches ayant une teneur en humidité résiduelle inférieure à 2 % en poids de la composition totale, une surface spécifique élevée (supérieure à 30 m^2/g) avec un volume poreux élevé (volume poreux total par désorption d'azote d'au moins 0,1 cm^3/g pour

des pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Angströms). Cette composition de chaux présente en outre une fluidité Alpine comprise entre 40 et 50 % et est décrite comme ayant une excellente performance pour le traitement de gaz de combustion dans des installations comportant un filtre à manches.

Cependant, le document décrit une fabrication à l'échelle du laboratoire ou à l'échelle pilote. En outre, au cours des dernières décennies, les législations environnementales ont de manière générale été considérablement renforcées, en termes de quantité de polluant autorisée dans les gaz de combustion et en termes de traitement des sous-produits, ce qui oblige donc les industriels à trouver des solutions avec une capacité de sorption améliorée.

En outre, il a été découvert que les compositions de chaux éteinte pulvérulentes obtenues avec ces « procédés semi-humides » présentent une fluidité insuffisante pour le transport pneumatique, en particulier lorsqu'elles présentent un volume poreux élevé. Ce problème a notamment été souligné dans le document JP4341229 qui propose, comme solution, d'ajouter un additif organique ayant deux groupes hydroxyle alcooliques ou plus, en une quantité de 0,05 à 2 % en poids par rapport au poids de chaux éteinte.

La fluidité insuffisante de la composition de chaux éteinte pulvérulente génère un problème récurrent de phénomènes d'encrassement et d'adhérence au cours de son procédé de production, de son stockage, mais aussi lors de son transport et de son utilisation ultérieure, qui sont responsables d'une maintenance supplémentaire qui entraîne des coûts supplémentaires et une baisse du rendement de production.

En outre, une poudre qui n'est pas fluide a tendance à coller aux parois du récipient et il est ensuite difficile de l'éliminer de ces parois, conduisant donc à la perte d'une quantité non négligeable de produit. En outre, si ces dépôts sont présents sur les parois des lignes de transport, l'application de la chaux éteinte pulvérulente est compromise en raison de blocages qui sont difficiles à éliminer.

En effet, au cours de son procédé de production ou au cours de son utilisation ultérieure dans des applications industrielles, la composition de chaux éteinte pulvérulente est manipulée et transportée, notamment par des vis, des pales ou par de l'air dans des conduites où les particules sont distribuées dans la phase gazeuse. Par la suite, la composition de chaux éteinte pulvérulente est généralement stockée à l'état comprimé, par exemple dans des silos.

La fluidité d'un composé pulvérulent, tel qu'une composition de chaux éteinte pulvérulente, dépend de nombreux paramètres, dont certains sont difficiles à contrôler. Cependant, une variation de la fluidité de la composition de chaux éteinte pulvérulente est inacceptable dans un procédé industriel car cela peut conduire à des variations en termes de productivité, mais aussi à des phénomènes d'encrassement imprévisibles dans l'installation.

Les caractéristiques de fluidité d'une poudre sont, entre autres, régies par la taille des particules composant la poudre (voir l'article " Flow properties of powders and bulks solids", Dietmar Schulze http://dietmar-schulze.de/grdle1.pdf).

En particulier, la fluidité d'une poudre diminue généralement lorsque la taille (par exemple le diamètre) des particules constituant la poudre diminue.

La taille des particules composant la composition de chaux éteinte pulvérulente dépend de différents paramètres.

Le premier paramètre influençant la taille des particules est la taille de particules de la chaux vive de départ qui est utilisée pour former la chaux éteinte. En outre, la vitesse de la réaction d'hydratation et la température à l'intérieur de l'hydrateur sont également des facteurs essentiels qui régissent la réaction d'hydratation et en conséquence la taille des particules composant la composition finale de chaux éteinte pulvérulente.

Obtenir un procédé capable de produire une composition de chaux éteinte pulvérulente avec des propriétés contrôlées reproductibles dans la durée est donc difficile car cela dépend de mutliples paramètres difficiles à contrôler au cours du procédé de production.

Il est donc nécessaire de parvenir à une façon de préparer une chaux éteinte pulvérulente très poreuse, ayant des capacités de sorption améliorées, qui est industriellement réalisable et qui possède des propriétés contrôlées reproductibles au cours du temps et qui est facile à manipuler afin d'éviter les phénomènes d'encrassement et d'adhérence au cours du procédé de production, mais aussi pendant le stockage, le transport et l'utilisation ultérieure de la poudre.

Pour résoudre ce problème, l'invention propose un procédé tel que mentionné au début caractérisé en ce que lesdites étapes de séchage et de broyage sont simultanément effectuées et sont une étape unique de fluidification de la chaux éteinte pour former ladite composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse ayant une fluidité Alpine

supérieure à 50 %, la fluidité Alpine FA étant définie par l'équation $FA = \frac{m_i - m_{R90(T15;P100)}}{m_i - m_{R90(T120;P150)}} \cdot 100$

où :

- m_i est la masse initiale de 50 g poudre répartie sur un tamis de 90 µm ;
- $m_{R90(T15\,;\,P100)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après 15 secondes avec une dépression à 100mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;
- $m_{R90(T120\,;\,P150)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après les 15 secondes avec une dépression à 100 mm de liquide manométrique de densité 0,88 et après 120 secondes avec une dépression à 150mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;

lesdites étapes de séchage et de broyage étant réalisées dans un sécheur-broyeur choisi dans le groupe constitué par un sécheur-broyeur à broches, un sécheur-broyeur à cages, un sécheur-désagglomérateur instantané et une combinaison de ceux-ci jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, inférieure ou égale à 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 2,5 % en poids, notamment inférieure ou égale à 2 % en poids et supérieure ou égale à 0,3 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 0,5 % en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Les sécheurs broyeurs appropriés selon la présente invention sont des dispositifs de séchage-broyage dans lesquels les étapes de séchage et de broyage sont effectuées simultanément et dans un laps de temps compris entre quelques secondes et quelques minutes (sécheur-broyeur instantané). En ce sens, les dispositifs de séchage-broyage selon la présente invention diffèrent notablement des dispositifs effectuant un séchage indirect, tels qu'un sécheur à tambour, un sécheur à disques ou un sécheur à pales, un séchage sous vide, une lyophilisation ou un séchage en lit fluidisé.

Par les termes « sécheur-désagglomérateur instantané », on entend selon la présente invention, un dispositif de séchage instantané dans lequel il y a un rotor ou des pales rotatives au fond de la chambre de séchage qui fluidifie le produit et crée des turbulences dans le flux d'air chaud qui pénètre tangentiellement la chambre de séchage. De ce fait, la chaux éteinte (agglomérée) humide est rapidement dispersée et désintégrée en particules fines sèches. Les particules fines résultantes sortent de la chambre de séchage à partir de sa partie

supérieure tandis que les particules plus grosses restent dans la chambre pour un séchage et une désagglomération supplémentaires.

Des exemples de sécheur-désagglomérateur instantané appropriés selon la présente invention comprennent notamment le sécheur Anhydro Spin Flash Dryer® commercialisé par SPX FLOW, le sécheur instantané Drymeister® commercialisé par Hosokawa Micron Group ou le sécheur Swirl fluidizer™ commercialisé par GEA Group.

Le procédé selon la présente invention permet le maintien ou même l'amélioration des propriétés de sorption de la composition de chaux éteinte pulvérulente tout en rendant le procédé plus facile. En effet, contre toute attente, il a été constaté que l'exécution des étapes de séchage et de broyage de manière simultanée dans un sécheur-broyeur choisi dans le groupe constitué par un sécheur-broyeur à broches, un sécheur-broyeur à cages, un sécheur-désagglomérateur instantané tels que précédemment définis ne diminue pas les caractéristiques de porosité de la composition de chaux éteinte, bien au contraire. Il a également été possible, en réalisant l'étape de séchage et l'étape de broyage ensemble, d'améliorer les propriétés de fluidité de la composition de chaux éteinte tout en atteignant la finesse requise.

En effet, un sécheur et un broyeur sont des dispositifs qui peuvent notamment influencer la distribution de taille, mais aussi la forme des particules de la chaux éteinte pulvérulente et influencer, par conséquent, la fluidité de la poudre. En outre, en raison de la température élevée utilisée lors du séchage de la poudre, la structure interne de la chaux éteinte pulvérulente peut également être modifiée et, par conséquent, l'étape de séchage peut également endommager les caractéristiques de porosité de la poudre. Le broyage est également une étape qui peut avoir un impact négatif sur les caractéristiques de porosité de la poudre.

Par le terme « étape de fluidification », on entend, selon la présente invention, une étape qui rend une composition pulvérulente fluide.

En général, afin d'améliorer davantage les propriétés de sorption de la composition de chaux éteinte pulvérulente, on sait qu'il faut diminuer la taille des particules. En effet, les compositions de chaux éteinte pulvérulentes comprenant des particules plus petites présentent une plus grande efficacité du traitement. Plus précisément, le traitement des gaz de combustion est amélioré en raison d'une meilleure dispersion de la composition

pulvérulente dans la phase gazeuse (gaz de combustion) et d'un contact plus rapide entre les polluants et les particules de chaux de la composition. En outre, les particules plus petites présentent une plus grande surface externe de contact, augmentant ainsi la proportion de chaux hydratée qui va réellement entrer en contact avec les polluants à capturer.

Cependant, la fluidité d'une poudre diminue généralement lorsque la taille des particules composant cette poudre diminue. Les particules plus petites sont connues pour provoquer la diminution de la fluidité de la poudre en raison des interactions importantes entre les particules qui génèrent la cohésion de la poudre. Ceci est notamment illustré dans Geldart et al. qui nous enseigne que les propriétés d'écoulement d'une poudre mesurées avec différents appareils de mesure du comportement de l'écoulement indiquent un comportement d'écoulement plus difficile lorsque la taille des particules est réduite. En effet, ce document démontre que le testeur de cohésion de Warren Spring Bradford (WSBCT), l'indicateur de cohésion de Johanson et l'angle versé de repos et la cohésion de Jenike montrent tous une augmentation de leur valeur avec une taille de particule réduite (Geldart Geldart, D. ; Abdullah, CE ; Verlinden, A. Characterisation of Dry Powders. *Powder Technol.*2009, *190* (1-2), 70–74). En conséquence, jusqu'à présent, l'homme du métier a toujours été forcé de faire un compromis entre des propriétés de sorption améliorées et une fluidité suffisante de son sorbant pulvérulent.

Par le terme « fluidité », parfois appelée coulabilité, on entend dans la présente invention, l'aptitude d'une poudre à s'écouler librement, de manière régulière sous forme de particules individuelles.

La fluidité de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention est mesurée sur un dispositif de tamisage à jet d'air Alpine. Cette fluidité Alpine caractérise la fluidité statique d'une poudre et est déterminée par la vitesse de passage des particules ayant un diamètre inférieur à 90 µm à travers un tamis de 90 µm (170 mesh) par l'action d'une aspiration. La fluidité Alpine exprimée en % correspond au rapport entre le poids de la fraction inférieure à 90 µm qui a traversé le tamis en 15 secondes (avec une dépression de 100 mm de liquide manométrique de densité 0,88) et le poids total de la fraction inférieure à 90 µm qui a traversé le tamis après 2 minutes supplémentaires (avec une dépression de 150 mm de liquide manométrique de densité 0,88).

Le comportement d'une poudre dans un silo de stockage peut être simulé avec une autre méthode utilisant un rhéomètre pour poudre, tel qu'un testeur d'écoulement de

poudre Brookfield (PFT) selon la norme ASTM D6128. Dans cette méthode, un échantillon de poudre introduit dans l'équipement est soumis à une compaction croissante avec le temps. Pour chaque étape de compression (stress de consolidation principal), un torque spécifique est appliqué à la poudre jusqu'à la défaillance (contrainte de défaillance non confinée). La réponse de la poudre à la contrainte appliquée est enregistrée par un ordinateur, qui évalue la cohésion statique de l'échantillon testé. Les résultats sont exprimés par une courbe qui est comparée à des références de l'ASTM.

La composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'invention est également caractérisée par une fluidité dynamique qui peut être mesurée par un appareil Granudrum. Dans cette méthode, une certaine quantité du matériau pulvérulent est placée dans un tambour comportant des fenêtres transparentes, qui est mis en rotation et accéléré par paliers de 0 à 20 tr/min, puis décéléré par paliers. La forme du tas de poudre en rotation (interface air/poudre) à l'intérieur du tambour est analysée par un algorithme. Un angle d'écoulement dynamique et un indice de cohésion dynamique sont déterminés pour chaque vitesse de rotation.

Il a été identifié dans la présente invention que, pour obtenir une composition de chaux éteinte pulvérulente avec une fluidité dynamique (mesurée par un granudrum) suffisante pour éviter les phénomènes d'encrassement et d'adhérence pendant le transport et l'utilisation industrielle ultérieure, ladite composition de chaux éteinte pulvérulente doit présenter une fluidité Alpine supérieure à 50 %.

Il était donc très inattendu de parvenir à une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse ayant une fluidité Alpine supérieure à 50 % tout en étant en même temps une composition fine. Selon le procédé de la présente invention, l'utilisation d'un sécheur-broyeur spécifique utilisé dans des conditions spécifiques permet d'obtenir une composition de chaux éteinte reproductible ayant des caractéristiques de finesse mais également des caractéristiques de fluidité en contrôlant la teneur en eau et donc en contrôlant non seulement l'étape de broyage mais aussi l'étape de séchage tandis qu'elles sont effectuées ensemble dans une étape unique de fluidification.

En effet, la taille des particules individuelles, ainsi que les propriétés de porosité des particules de chaux éteinte sont définies par le processus d'extinction. Toutefois, en raison de la grande quantité d'eau utilisée lors de cette étape d'extinction, les particules de chaux éteinte qui en résultent, à la sortie de l'hydrateur, présentent une teneur en eau de 15 à

55 % en poids, de préférence de 15 % à 35 % en poids, qui agit comme un agent de liaison et lie les particules de chaux éteinte ensemble sous forme d'agglomérats plus volumineux.

En utilisant des sécheurs-broyeurs spécifiques dans des conditions spécifiques, selon la présente invention, il a été possible de désagglomérer et de disperser les particules de $Ca(OH)_2$, formées au cours de l'étape d'extinction, notamment en contrôlant leur teneur en eau, sous forme de particules individuelles sans les broyer et par conséquent sans détériorer leurs propriétés (taille des particules individuelles, surface spécifique, volume poreux, ...).

Par les termes « teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte », selon la présente invention, on entend la proportion de la phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte (c'est-à-dire la teneur en eau, telle que la teneur en eau libre, et/ou la teneur en additifs résiduels provenant du procédé de production de ladite composition de chaux éteinte, c'est-à-dire provenant d'additifs ajoutés avant, pendant ou après l'extinction de la chaux vive) déterminée par un test de perte au feu.

Le test de perte au feu consiste à chauffer, sous pression atmosphérique, environ 20 g de la composition de chaux éteinte pulvérulente à une température prédéterminée, à savoir 110 °C ou 180 °C, et à mesurer le poids au cours du temps de la composition pulvérulente au moyen d'une balance thermique jusqu'à ce que le poids de la poudre ne varie pas de plus de 2 mg pendant au moins 20 secondes. Pendant le chauffage de la poudre, tous les composants, notamment les composants non solides, ayant une température d'évaporation inférieure à celle appliquée lors du test, sont éliminés de la poudre et leur teneur correspond, par conséquent, à la perte de poids mesurée au cours du test. Par conséquent, la phase résiduelle non solide contient tous les composants non solides, notamment les composants liquides, ayant ensemble une température d'évaporation inférieure à celle appliquée, qui vont ensuite être éliminés de la composition de chaux éteinte pendant le procédé de chauffage à la température prédéterminée. Les % en poids de la phase résiduelle non solide et celui du solide restant, nommé extrait sec, sont tous deux calculés en fonction du poids du produit avant et après l'ignition et sont tous deux exprimés par rapport au poids du produit avant le test au feu.

Le résultat de perte au feu peut donc varier en fonction de la température utilisée au cours du test. Par exemple, il peut être plus élevé à 180 °C qu'à 110 °C si des additifs sont utilisés pendant ou après le procédé d'extinction, et si ces additifs ou leurs phases dérivées présentent un point d'évaporation supérieur à 110 °C et inférieur à 180 °C, ou

forment avec l'eau libre une substance azéotropique ou un mélange aqueux qui s'évapore entre ces températures.

La teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention peut être mesurée par un test de perte au feu à 180 °C. Dans un tel cas, le résultat de perte au feu est supérieur ou égal à 0,3 % en poids, de préférence supérieur ou égal à 0,5 % en poids et inférieur ou égal à 3,5 % en poids, de préférence inférieur ou égal à 3 % en poids, en particulier inférieur ou égal à 2,5 % en poids, notamment inférieur ou égal à 2 % en poids, et représente la quantité d'eau et/ou des substances qui y sont contenues ayant un point d'évaporation inférieur ou égal à 180 °C.

La teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention peut en outre être mesurée par un test de perte au feu à 110 °C. Dans un tel cas, la valeur de perte au feu est inférieure ou égale à 3,2 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 2,7 % en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 2,5 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 2 % en poids, notamment inférieure ou égale à 1,5 % en poids et supérieure à 0 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 0,2 % en poids, de manière avantageuse supérieure ou égale à 0,3 % en poids, en particulier supérieure ou égale à 0,5 % en poids et représente principalement la quantité d'eau et/ou de substances volatiles qui y sont contenues ayant un point d'évaporation inférieur ou égal à 110 °C, en particulier l'eau.

De manière avantageuse, dans le procédé selon la présente invention, l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}2\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est

supérieure ou égale à 2 % en poids et inférieure ou égale à 2,5 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Dans un autre mode de réalisation selon la présente invention, l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$LOI\ 180\ °C \geq LOI\ 110\ °C + 0{,}3\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

De manière avantageuse, dans le procédé selon la présente invention, l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$LOI\ 180\ °C \geq LOI\ 110\ °C + 0{,}4\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

De préférence, dans le procédé selon la présente invention, l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}5\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Dans un autre mode de réalisation particulier selon la présente invention, l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 110 °C supérieure ou égale à 0,3 % en poids et inférieure à 2 % en poids.

En fonction du procédé d'hydratation utilisé au cours du procédé de production, la chaux éteinte à la sortie de l'hydrateur peut contenir un teneur en eau plus ou moins importante. À la sortie de l'hydrateur, la quantité d'eau contenue dans la composition de chaux éteinte provoque l'agglomération des particules, mais aussi une composition cohésive.

Comme mentionné précédemment, dans le procédé selon la présente invention, le procédé d'extinction est un procédé semi-humide, dans lequel de la chaux vive est éteinte à l'aide d'une quantité d'eau suffisante pour obtenir une chaux éteinte à la sortie de l'hydrateur contenant un phase résiduelle non solide comprise entre 15 % et 55 % en poids, de préférence comprise entre 15 % et 35 % en poids par rapport au poids de la chaux éteinte.

Dans la technologie utilisée pour produire la chaux éteinte, la teneur en eau est réduite en effectuant une étape de séchage car le produit final doit être sous forme de

poudre. D'après l'état de l'art, on sait que pour atteindre une poudre ayant une assez bonne fluidité, il est important de réduire autant que possible la teneur en eau de la poudre.

De manière étonnante, on a constaté que, pour obtenir une poudre présentant une fluidité élevée, la teneur en phase résiduelle non solide contenue dans la poudre et mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, doit être maintenue entre 0,3 % en poids et 3,5 % en poids par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente. Si la teneur en phase résiduelle non solide est réduite en dessous de 0,3 % en poids, la fluidité de la poudre diminue de façon étonnante et la composition devient collante (adhérence élevée), ce qui est contradictoire aux connaissances générales de l'homme du métier selon lesquelles la teneur en phase résiduelle non solide d'une poudre doit être réduite autant que possible si une poudre présentant une bonne fluidité est souhaitée.

Comme cela a déjà été mentionné, l'eau joue le rôle d'un agent de liaison entre les particules de la poudre qui peut conduire à l'agglomération de ces particules et par conséquent à la formation d'agglomérats cohésifs. Afin d'améliorer la finesse des particules de la poudre, il est donc important d'éliminer l'eau de la composition afin de disperser et de désagglomérer les particules.

En dépit du fait que le sécheur-broyeur choisi dans le procédé selon la présente invention est capable d'éliminer l'eau présente dans la composition et par conséquent de disperser les particules, il permet aussi à la poudre de conserver une bonne fluidité.

Par conséquent, le procédé selon la présente invention, grâce à l'utilisation d'un type spécifique limité de sécheur-broyeur dans des conditions destinées à contrôler la finesse, la fluidité et la teneur en eau, permet la production d'une composition de chaux éteinte pulvérulente de manière très efficace, qui n'est pas préjudiciable pour les propriétés de sorption puisque les propriétés de porosité de la composition de chaux éteinte sont maintenues et même augmentées.

En effet, les étapes de séchage et de broyage simultanées permettent d'obtenir des particules fines, tout en évitant l'encrassement et l'interruption du processus grâce à une fluidité améliorée.

En outre, les étapes de séchage et de broyage simultanées permettent un meilleur contrôle des propriétés de la chaux éteinte, qui sont plus constantes au cours du temps d'une production à une autre.

Sans limiter l'invention à cette interprétation, on pense que l'exécution des étapes de séchage et de broyage simultanément en une seule étape, permet de mieux contrôler la taille des particules de la chaux éteinte résultante, ainsi que d'éviter la détérioration de son volume poreux. En outre, les sécheurs-broyeurs spécifiques utilisés selon la présente invention vont permettre également d'effectuer le séchage en un laps de temps très court (séchage instantané), en évitant ainsi le risque de carbonatation de la chaux éteinte qui est préjudiciable pour ses propriétés de porosité.

Au contraire, l'exécution de l'étape de séchage avant l'étape de broyage va conduire à la formation d'agglomérats très solides et rigides de particules de chaux éteinte qui auront besoin d'une énergie plus élevée pour se désagglomérer, avec le risque supplémentaire de détérioration de la porosité de la chaux éteinte, tandis que l'exécution de l'étape de broyage avant l'étape de séchage est très difficile à réaliser industriellement en raison du problème de manipulation des particules de chaux éteinte humides.

Le côté reproductible du procédé selon la présente invention, en permettant d'obtenir une fluidité élevée, malgré la finesse de la composition de chaux éteinte, sans être préjudiciable à la caractéristique de porosité, permet d'obtenir un procédé très intéressant d'un point de vue économique puisque le caractère continu du procédé est amélioré et le produit préparé est plus constant en termes de qualité, ce qui empêche d'avoir à jeter certaine production ne répondant pas à la norme très élevée des marchés de nos jours.

En effet, selon la présente invention, la combinaison d'un contrôle amélioré de la finesse et de la teneur en eau permet d'atteindre une qualité déterminée et reproductible de la composition de chaux éteinte pulvérulente avec des caractéristiques de porosité élevée, ainsi qu'une grande fluidité.

La composition de chaux éteinte, fabriquée par le procédé selon la présente invention, lorsqu'elle sort de l'étape de séchage et de broyage simultanés présente encore une surface spécifique BET élevée, reproductible d'une campagne de production à une autre et étant comprise entre 30 m^2/g et 55 m^2/g, de préférence supérieure ou égale à 32 m^2/g, plus préférablement supérieure ou égale à 35 m^2/g, plus particulièrement supérieure ou égale à

38 m^2/g, telle que, par exemple, supérieure ou égale à 40 m^2/g et typiquement inférieure ou égale à 50 m^2/g, en particulier inférieure ou égale à 48 m^2/g.

Par l'expression « surface spécifique BET », on entend selon la présente invention, la surface spécifique mesurée par manométrie avec adsorption d'azote à 77 K après dégazage sous vide à une température comprise entre 150 et 250 °C, notamment à 190 °C pendant au moins 2 heures et calculée selon la méthode BET multipoint décrite dans la norme ISO 9277:2010E.

De plus, lorsqu'elle sort de l'étape de séchage et de broyage simultanés du procédé selon la présente invention, la composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse présente en outre un volume poreux BJH total reproductible d'une campagne de production à un autre et qui est supérieur ou égal à 0,15 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,17 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,18 cm^3/g, plus préférablement supérieur ou égal à 0,19 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,20 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,21 cm^3/g et typiquement inférieur à 0,30 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,28 cm^3/g.

Par les termes « volume poreux BJH » selon la présente invention, on entend le volume poreux tel que mesuré par manométrie avec adsorption d'azote à 77 K après dégazage sous vide à une température comprise entre 150 et 250 °C, notamment à 190 °C pendant au moins 2 heures et calculé selon la méthode BJH, en utilisant la courbe de désorption.

Par le terme « volume poreux total », selon la présente invention, on entend le volume poreux BJH se composant des pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Angströms.

De manière avantageuse, le procédé selon la présente invention se caractérise en outre en ce que l'étape de séchage et de broyage est effectuée dans un sécheur-broyeur à cages, ledit sécheur-broyeur à cages se composant d'une, trois ou cinq roues, comme par exemple, sans s'y limiter, dans un sécheur-broyeur à cages commercialisé par PSP Engineering ou par Stedman™.

Dans un autre mode de réalisation avantageux, le procédé selon la présente invention se caractérise en outre en ce que l'étape de séchage et de broyage est effectuée dans un sécheur-broyeur à broches, comme par exemple, sans s'y limiter, dans un Atritor Dryer-Pulverizer commercialisé par Atritor Limited.

En variante, le procédé selon la présente invention est en outre caractérisé en ce que l'étape de séchage et de broyage est effectuée dans un sécheur-désagglomérateur instantané, comme par exemple, sans s'y limiter, dans le sécheur Anhydro Spin Flash Dryer® commercialisé par SPX FLOW, le sécheur instantané Drymeister® commercialisé par Hosokawa Micron Group ou le sécheur Swirl fluidizer™ commercialisé par GEA Group.

Dans ce mode de réalisation particulier, un séparateur peut en outre être de manière avantageuse ajouté, au-dessus de la chambre de séchage, pour un meilleur contrôle de la distribution des tailles de particules de la composition de chaux éteinte pulvérulente séchée résultante.

Dans un mode de réalisation particulier, le procédé selon la présente invention comprend en outre, avant, pendant et/ou après l'étape d'extinction de la chaux et/ou avant, pendant et/ou après l'étape de séchage et de broyage, une étape consistant à ajouter un additif à la chaux vive, l'eau d'extinction et/ou la chaux éteinte.

Par exemple, l'additif ajouté au cours du procédé selon la présente invention est le diéthylène glycol.

Dans ce cas particulier, le diéthylène glycol forme avec l'eau un mélange aqueux binaire qui s'évapore à des températures supérieures à 110 °C.

La quantité d'eau et la quantité de diéthylène glycol contenues dans la composition de chaux éteinte pulvérulente peuvent être respectivement déterminées en effectuant un test de perte au feu à la fois à 110 °C, ce qui va substantiellement indiquer la quantité d'eau contenue dans la composition de chaux éteinte pulvérulente, et à 180 °C, ce qui va substantiellement indiquer la quantité d'eau et de diéthylène glycol contenue dans la composition de chaux éteinte pulvérulente. Dans la présente invention, on va considérer que la quantité de diéthylène glycol va donc correspondre à la valeur obtenue en soustrayant la valeur de perte au feu obtenue à 110 °C à la valeur obtenue à 180 °C.

En variante, l'additif ajouté au cours du procédé peut être un additif organique choisi dans le groupe du (mono-) ou (poly-)éthylène glycol et de la (mono-) ou (poly-)éthanolamine, notamment le triéthylène glycol, la triéthanolamine, et leurs mélanges.

De manière avantageuse, un composé de métal alcalin choisi dans le groupe constitué par les hydroxydes, les carbonates, les hydrogénocarbonates, les nitrates, les

phosphates, les persulfates, et les monocarboxylates de métaux alcalins, tels que les acétates ou les formiates de métaux alcalins, et leurs mélanges, en particulier ceux de sodium, de potassium et/ou de lithium et/ou le stéarate de calcium, peut également être ajouté au cours du procédé selon la présente invention.

De préférence, le procédé selon la présente invention est caractérisé en ce que l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une taille de particules moyenne d_{50} inférieure ou égale à 10 µm, de préférence inférieure ou égale à 8 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 7 µm, en particulier inférieure ou égale à 6 µm.

La notation d_X représente un diamètre exprimé en µm, mesuré par granulométrie laser dans du méthanol après sonication, par rapport auquel X % en volume des particules mesurées ont une taille inférieure ou égale.

De manière avantageuse, le procédé selon la présente invention est caractérisé en ce que l'étape de séchage-broyage est effectuée jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une première fraction de particules ayant une taille inférieure à 32 µm et une seconde fraction de particules ayant une taille supérieure à 32 µm à condition que la seconde fraction soit inférieure ou égale à 50 pourcent en poids, de préférence inférieure ou égale à 40 pourcent en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 30 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 20 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 15 pourcent en poids, plus préférablement inférieure à 10 pourcent en poids, voire inférieure ou égale à 8 pourcent en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

À des fins de simplicité, le terme « seconde fraction de particules d'une taille supérieure à 32 µm » est également exprimé par R_{32} dans le reste de la spécification pour la fraction retenue à 32 µm.

Dans un mode de réalisation particulièrement préféré du procédé selon la présente invention, de l'air chaud est alimenté lors de l'étape de séchage-broyage, à une température comprise entre 250 °C et 500 °C, de préférence entre 350 et 400 °C.

Dans un mode de réalisation préféré du procédé selon la présente invention, la composition de chaux éteinte pulvérulente présente, à la sortie de l'étape de séchage-broyage, une température comprise entre 80 et 150 °C, de préférence entre 90 et 130 °C.

La température de la composition de chaux éteinte pulvérulente à la sortie de l'étape de séchage-broyage peut être contrôlée en ajustant la température et/ou le volume de l'air chaud alimenté pendant l'étape de séchage-broyage et/ou le débit massique de la chaux éteinte humide qui entre dans l'étape de séchage-broyage.

De manière avantageuse, dans le procédé selon l'invention, l'étape de séchage-broyage a une durée comprise entre quelques secondes et quelques minutes.

D'autres modes de réalisation du procédé selon l'invention sont mentionnés dans les revendications annexées.

L'invention concerne également une composition de chaux éteinte pulvérulente fine comprenant des particules de chaux éteinte ayant une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote supérieure ou égale à 25 m^2/g et un volume poreux BJH total supérieur ou égal à 0,15 cm^3/g, caractérisée en ce que la composition possède en outre une fluidité Alpine supérieure à 50 %, de préférence supérieure ou égale à 51 %, plus préférablement supérieure ou égale à 52 %, de manière avantageuse supérieure ou égale à 54 %, en particulier supérieure ou égale à 55 % et ladite composition mentionnée ci-dessus a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180°C, inférieure ou égale à 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 2,5 % en poids, notamment inférieure ou égale à 2 % en poids et supérieure ou égale à 0,3 %, de préférence supérieure ou égale à 0,5 % en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

La chaux éteinte peut contenir les mêmes impuretés que celles de la chaux vive à partir de laquelle elle est produite, telles que de l'oxyde de magnésium, MgO, de l'oxyde de soufre, SO_3, de la silice, SiO_2, ou encore de l'alumine, Al_2O_3, ..., dont la somme est à un taux de quelques % en poids. Les impuretés sont exprimées ici sous leur forme d'oxyde, mais bien sûr, elles peuvent apparaître sous différentes phases.

En particulier, la chaux éteinte selon la présente invention peut comprendre du magnésium sous forme de MgO et/ou $Mg(OH)_2$, en une quantité comprise dans la plage allant de 0,5 à 10 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 5 %, plus préférablement inférieure ou égale à 3 % en poids, de manière préférée entre toutes inférieure ou égale à 1 % en poids, exprimée sous forme d'oxyde, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte.

La chaux éteinte peut également comprendre de l'oxyde de calcium, qui peut ne pas avoir été entièrement hydraté lors de l'étape d'extinction, ou du carbonate de calcium $CaCO_3$. Le carbonate de calcium peut provenir du calcaire initial (incuit) à partir duquel ladite chaux éteinte est obtenue (par l'intermédiaire de l'oxyde de calcium), ou provenir d'une réaction de carbonatation partielle de la chaux éteinte par contact avec une atmosphère contenant du CO_2.

La quantité d'oxyde de calcium dans la chaux éteinte selon la présente invention est généralement inférieure ou égale à 3 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 2 % en poids et plus préférablement inférieure ou égale à 1 % en poids par rapport au poids total de la chaux éteinte.

La quantité de CO_2 dans la chaux éteinte (principalement sous la forme de $CaCO_3$) selon la présente invention est généralement inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, plus préférablement inférieure ou égale à 2 % en poids, par rapport au poids total de la chaux éteinte selon la présente invention.

Dans un mode de réalisation préféré, la quantité de chaux disponible présente dans la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention est supérieure ou égale à 85 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 87 % en poids, préférentiellement supérieure ou égale à 90 % en poids, de manière avantageuse supérieure ou égale à 92 % en poids, voire supérieure ou égale à 95 % en poids par rapport à la teneur en matières sèches de la composition de chaux éteinte après LOI à 180°C.

Dans un autre mode de réalisation préféré, les % en poids restant sont principalement constitués de composés d'origine calcaire et de résidus provenant de la phase résiduelle non solide.

Par les termes « quantité de chaux disponible », on entend dans la présente invention, la quantité d'hydroxyde de calcium et/ou d'oxyde de calcium présente dans la composition de chaux éteinte pulvérulente, mesurée par une méthode décrite dans la norme EN-459-2 2010. Plus précisément, dans la présente invention, la teneur en chaux disponible présente dans la composition de chaux éteinte pulvérulente est déterminée en plaçant 0,5 g de composition de chaux éteinte pulvérulente dans une solution de sucre (15 g de sucre dans 150 cm^3 d'eau déminéralisée). La solution de sucre va dissoudre la chaux disponible (à savoir l'oxyde de calcium et/ou l'hydroxyde de calcium), contenue dans l'échantillon. Le mélange

résultant est agité pendant au moins 10 à 15 minutes pour assurer une dissolution complète, puis titré avec une solution d'acide chlorhydrique (HCl 0,5 N), de la phénolphtaléine étant utilisée comme indicateur. La concentration en Ca mesurée par ce titrage est ensuite exprimée sous forme de $Ca(OH)_2$.

Dans un mode de réalisation particulier selon la présente invention, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 110 °C, inférieure ou égale à 3,2 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 2,7 % en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 2,5 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 2 % en poids, notamment inférieure ou égale à 1,5 % en poids et supérieure à 0 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 0,2 % en poids, de manière avantageuse supérieure ou égale à 0,3 % en poids, en particulier supérieure ou égale à 0,5 % en poids.

Dans un mode de réalisation, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}2\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est supérieure ou égale à 2 % en poids et inférieure ou égale à 2,5 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Dans un autre mode de réalisation, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}3\ \%$$

où

- LOI 180°C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180°C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110°C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110°C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}4\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

De préférence, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, égale à la formule suivante :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}5\ \%$$

où

- LOI 180 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 180 °C par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

- LOI 110 °C représente la teneur en phase résiduelle non solide de la composition de chaux éteinte pulvérulente mesurée par un test de perte au feu à 110 °C et est soit inférieure à 0,3 % en poids soit supérieure à 2,5 % en poids et inférieure ou égale à 3,2 % en poids, par rapport au poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Dans un autre mode de réalisation particulier selon la présente invention, la composition de chaux éteinte pulvérulente a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 110 °C, supérieure ou égale à 0,3 % en poids et inférieure à 2 % en poids.

De préférence, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention présente une phase résiduelle non solide comprenant de l'eau et/ou des additifs résiduels (minéraux et/ou organiques), libres ou liés au composé de chaux.

De manière avantageuse, les particules de chaux éteinte de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention présentent une taille de particules d_{50} inférieure ou égale à 10 µm, de préférence inférieure ou égale à 8 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 7 µm, en particulier inférieure ou égale à 6 µm.

La notation d_X représente un diamètre exprimé en µm, mesuré par granulométrie laser dans du méthanol après sonication, par rapport auquel X % en volume des particules mesurées ont une taille inférieure ou égale.

De préférence, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention comprend une première fraction de particules ayant une taille inférieure à 32 µm et une seconde fraction de particules ayant une taille supérieure à 32 µm à condition que la seconde fraction soit inférieure ou égale à 50 pourcent en poids, de préférence inférieure ou égale à 40 pourcent en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 30 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 20 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 15 pourcent en poids, plus préférablement inférieure à 10 pourcent en poids, voire inférieure ou égale à 8 pourcent en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

À des fins de simplicité, le terme « seconde fraction de particules d'une taille supérieure à 32 µm » est également exprimé par R_{32} dans le reste de la spécification pour la fraction retenue à 32 µm.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention comprend des particules de chaux éteinte ayant une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote supérieure ou égale à 30 m^2/g, de préférence supérieure ou égale à 32 m^2/g, de manière avantageuse supérieure ou égale à 35 m^2/g.

Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, les particules de chaux éteinte de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention présentent une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote inférieure ou égale à 55 m^2/g, de préférence inférieure ou égale à 50 m^2/g, en particulier inférieure ou égale à 48 m^2/g.

De préférence, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention contient des particules de chaux éteinte présentant un volume poreux BJH total constitué de pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,17 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,18 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,19 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,20 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,21 cm^3/g.

Dans un autre mode de réalisation de l'invention, les particules de chaux éteinte de la composition de chaux éteinte pulvérulente présentent un volume poreux BJH constitué de pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Å obtenu par désorption d'azote, inférieur ou égal à 0,30 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,28 cm^3/g.

De préférence, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention contient des particules de chaux éteinte présentant un volume poreux BJH constitué de pores ayant un diamètre allant de 100 à 300 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,07 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,10 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,11 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,12 cm^3/g et typiquement inférieur à 0,15 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,14 cm^3/g.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention contient des particules de chaux éteinte présentant un volume poreux BJH constitué de pores ayant un diamètre allant de 100 à 400 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,09 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,12 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,13 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,14 cm^3/g et typiquement inférieur à 0,17 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,16 cm^3/g.

Dans un mode de réalisation particulièrement préféré, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'invention présente en outre une phase alcaline caractérisée par une teneur en métal alcalin supérieure ou égale à 0,2 % en poids et inférieure ou égale à 3,5 % en poids par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

La phase alcaline peut être sous une forme ionique ou sous une forme liée. Différents types de sels peuvent être ajoutés au cours du procédé, en particulier un composé de métal alcalin choisi dans le groupe constitué par les hydroxydes, les carbonates, les hydrogénocarbonates, les nitrates, les phosphates, les persulfates et les monocarboxylates de métaux alcalins, tels que les acétates ou les formiates de métaux alcalins et leurs mélanges, en particulier ceux de sodium, de potassium et/ou de lithium.

Dans un autre mode de réalisation préféré, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention contient en outre du stéarate de calcium.

La composition de chaux éteinte pulvérulente est de préférence obtenue par le procédé selon la présente invention.

D'autres modes de réalisation de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'invention sont mentionnés dans les revendications annexées.

L'invention concerne également une composition de sorbant industriel comprenant au moins ladite composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'invention.

L'invention concerne également l'utilisation de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention pour purifier des gaz de combustion.

En particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention est utilisée dans une injection en voie sèche de sorbant.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention est utilisée pour la capture des polluants acides des gaz de combustion, tels que HCl, HF, SO_x, NO_x,...

Dans un mode de réalisation particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention est utilisée dans une composition de sorbant industriel, par exemple en combinaison avec au moins un autre sorbant généralement connu pour le traitement des gaz de combustion, tel qu'un sorbant choisi parmi la liste des composés

organiques, en particulier le charbon actif, le coke de lignite et leurs mélanges, et des composés inorganiques, en particulier les composés inorganiques connus pour capturer les dioxines, les furanes et/ou les métaux lourds, tels que l'halloysite, la sépiolite, la bentonite ou n'importe quel sorbant décrit dans l'application DE4034417.

D'autres modes de réalisation de l'utilisation selon l'invention sont mentionnés dans les revendications annexées.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront plus clairement à la lumière de la description qui suit d'un mode de réalisation particulier non limitatif de l'invention, tout en se référant aux figures.

La figure 1 montre un diagramme schématique d'une installation destinée à la préparation d'une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse selon la présente invention.

Le dispositif représenté sur la figure 1 comprend une unité d'extinction, appelée également hydrateur 1. Cet hydrateur 1 est alimenté avec de la chaux vive par l'intermédiaire d'une conduite d'alimentation 2 et avec de l'eau par l'intermédiaire d'une conduite d'alimentation 3. Si un additif est utilisé dans la préparation de l'absorbant, ledit additif est alimenté par l'intermédiaire d'au moins une conduite d'alimentation 4.

Dans un mode de réalisation, ledit additif est tout d'abord mis en solution dans un réservoir (non représenté), à partir duquel il est pompé au moyen d'une pompe (non représentée) et ajouté à la conduite d'alimentation en eau d'extinction 3 avant d'entrer dans l'hydrateur 1. En variante, si nécessaire, l'additif peut aussi être ajouté directement dans l'hydrateur 1.

Dans une autre variante, l'additif peut aussi être ajouté à la chaux vive avant l'extinction.

L'additif peut également être ajouté après l'hydrateur, à savoir avant le sécheur-broyeur, mais aussi dans le sécheur-broyeur ou après le sécheur-broyeur.

À la sortie de l'hydrateur, la teneur en phase résiduelle non solide du produit est mesurée en continu par un appareil infrarouge 5. Cette teneur en phase résiduelle non solide est généralement supérieure à 20 % en poids. Le produit, de la chaux éteinte humide, est transféré dans un sécheur-broyeur qui est alimenté en air chaud à environ 400 °C, par

l'intermédiaire de la conduite d'alimentation 7, qui permet de désagglomérer et de sécher le produit. Le produit final est ensuite séparé du flux d'air de séchage dans un filtre à manches 8, puis dirigé vers un silo de stockage 9.

L'installation de production selon la présente invention est caractérisée en ce que le sécheur-broyeur 8 est choisi dans le groupe constitué par un sécheur-broyeur à broches, un sécheur broyeur à cages, un sécheur-désagglomérateur instantané.

L'invention va maintenant être décrite plus en détail au moyen d'exemples non limitatifs.

Exemples

Dans les exemples suivants, comme dans tous les cas mentionnés dans le présent document, la surface spécifique BET est déterminée par manométrie avec adsorption d'azote à 77 K après dégazage sous vide à une température comprise entre 150 et 250 °C, notamment à 190 °C pendant au moins 2 heures et calculée selon la méthode BET multipoint décrite dans la norme ISO 9277:2010E.

Le volume poreux BJH est mesuré par manométrie avec adsorption d'azote à 77 K après dégazage sous vide à une température comprise entre 150 et 250 °C, notamment à 190 °C pendant au moins 2 heures et calculé selon la méthode BJH, en utilisant la courbe de désorption pour les pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Å.

Le volume poreux total correspond au volume poreux BJH composé de pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Angströms.

La notation d_X représente un diamètre exprimé en µm, mesuré par granulométrie laser dans du méthanol après sonication, par rapport auquel X % en volume des particules mesurées ont une taille inférieure ou égale.

Le test de perte au feu est réalisé selon le mode opératoire décrit précédemment.

La fluidité Alpine est mesurée sur environ 50 g de l'échantillon de poudre, selon le mode opératoire décrit précédemment.

Exemple 1.-

Une chaux hydratée pulvérulente très poreuse avec une fluidité élevée selon l'invention est produite industriellement par mélange d'eau et de chaux vive dans un hydrateur (4,5 t/h de chaux vive), en des quantités telles que le produit sort de l'hydrateur avec une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, de 23 à 24 % en poids. Cette chaux hydratée humide est ensuite transportée et arrive dans un sécheur-broyeur à broches (Atritor Dryer-Pulverizer commercialisé par Atritor Limited) dans lequel de l'air chaud est injecté (environ 20 000 Nm^3/h, 370 °C). Dans ce sécheur-broyeur à broches, le produit est désagglomeré et séché simultanément. Compte tenu de la température élevée de l'air de séchage et de la vitesse de rotation (850 tr/min) du broyeur à broches, seul un temps de séjour très court de quelques minutes est nécessaire dans le broyeur à broches pour atteindre la cible en termes de taille des particules et de teneur en phase résiduelle non solide. Le séchage peut donc être considéré comme instantané. Une fois séché et désagglomeré, le produit de chaux éteinte est séparé de l'air par un filtre à manches. Pendant le transport du produit de chaux éteinte sec du sécheur-broyeur à broches vers le filtre à manches, une solution de 100 % de DEG est pulvérisée par une buse d'atomisation dans le conduit de manière à créer une brume de DEG à travers laquelle les particules de chaux éteinte doivent passer. De cette manière, un bon contact entre les particules et les gouttelettes de DEG est assuré, ce qui produit un produit homogène. La quantité de DEG correspond à 0,3 % en poids de la composition de chaux éteinte pulvérulente. Cette composition de chaux éteinte pulvérulente résultante a une fluidité Alpine de 57 % et une teneur en phase résiduelle non solide de 0,5 % en poids, lorsqu'elle est mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, et de 0,3 % en poids lorsqu'elle est mesurée par un test de perte au feu à 110 °C. La composition de chaux éteinte pulvérulente a un d_{50} de 5 µm et une fraction de particules d'une taille supérieure à 32 µm de 10 % en poids. Sa surface spécifique BET et son volume poreux total sont respectivement de 44,1 m^2/g et 0,240 cm^3/g.

Exemple 2.-

Une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse avec une fluidité élevée selon l'invention est produite industriellement par mélange d'eau et de chaux vive dans un hydrateur (6 t/h de chaux vive), en des quantités telles que le produit sort de l'hydrateur avec une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, comprise entre 17,4 et 21 % en poids. Cette chaux hydratée humide est ensuite transportée et

arrive dans un sécheur-broyeur à cages (commercialisé par PSP Engineering) dans lequel de l'air chaud est injecté (12 500 Nm^3/h, 370 à 400 °C). Le séchage peut donc de nouveau être considéré comme instantané et le produit sort du sécheur-broyeur à cages à une température proche de 120 à 125 °C. Le broyeur à cages se compose de 5 roues concentriques, 2 roues statiques et les 3 autres sont en rotation (vitesse de rotation allant jusqu'à 900 tr/min). Comme dans l'exemple 1, une fois séché et désagglomeré, le produit de chaux éteinte est séparé de l'air par un filtre à manches. Dans ce cas, il n'y a pas d'addition de DEG après le séchage, mais une très faible quantité (< 0,1 % en poids, exprimé en % en poids de chaux vive) est ajoutée dans l'eau d'extinction avant l'hydratation. La composition de chaux éteinte pulvérulente résultante a une fluidité Alpine de 60 % et une teneur en phase résiduelle non solide, lorsqu'elle est mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, de 0,5 % en poids. La composition de chaux éteinte pulvérulente a un d_{50} de 5 µm et une fraction de particules d'une taille supérieure à 32 µm de 46 % en poids. Sa surface spécifique et son volume poreux total sont respectivement de 42,0 m^2/g et 0,225 cm^3/g.

Exemple 3.-

Une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse avec une fluidité élevée selon la présente invention est produite industriellement par mélange d'eau et de chaux vive dans un hydrateur (6,8 t/h de chaux vive), en des quantités telles que le produit sort de l'hydrateur avec une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, comprise entre 23 et 25 % en poids. Cette chaux hydratée humide est ensuite transportée et arrive dans un sécheur-broyeur à cages (commercialisé par Stedman™) dans lequel de l'air chaud est injecté (23 600 Nm^3/h, 260 à 290 °C). Le broyeur à cages se compose de 3 roues concentriques (vitesse de rotation proche de 520 tr/min dans des conditions standard). De nouveau, une fois séché et désagglomeré, le produit de chaux éteinte est séparé de l'air par un filtre à manches. Dans ce cas, comme dans l'exemple 2, il n'y a pas d'addition de DEG après le séchage, mais 0,4 % de DEG (exprimé en % en poids de chaux vive) est ajouté dans l'eau d'extinction avant l'hydratation. La composition de chaux éteinte pulvérulente résultante a une fluidité Alpine de 52,3 % et une teneur en phase résiduelle non solide de 0,7 % en poids lorsqu'elle est mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, et de 0,4 % en poids lorsqu'elle est mesurée par un test de perte au feu à 110 °C. La composition de chaux éteinte pulvérulente a un d_{50} de 9,3 µm et une fraction de particules d'une taille supérieure à 32 µm de 34,3 % en poids. Sa surface spécifique et son volume poreux total sont respectivement de 41,1 m^2/g et 0,209 cm^3/g.

Exemple 4.-

Une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse est produite industriellement par mélange d'eau et de chaux vive (2,7 t/h de chaux vive) dans un hydrateur, en des quantités telles que le produit sort de l'hydrateur avec une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu (LOI) à 180 °C, comprise entre 22 et 24 % en poids. 0.2 % de DEG (exprimé en % du poids de chaux vive) est ajouté dans l'eau d'extinction avant l'hydratation. La chaux éteinte humide qui sort de l'hydrateur est ensuite transportée vers un sécheur-broyeur à broches (Atritor Dryer-Pulverizer commercialisé par Atritor Limited) dans lequel de l'air chaud est injecté afin de sécher de façon instantanée la chaux éteinte humide et de produire la composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse avant de la stocker dans une zone de stockage.

Un échantillon représentatif d'environ 20 kg de cette composition de chaux éteinte pulvérulente industrielle est prélevé et analysé (surface spécifique BET = 41,1 m^2/g, volume poreux total = 0,214 cm^3/g, d_{50} = 4,2 µm, R_{32} = 6,2 %).

Ensuite, un sous-échantillon d'environ 1 kg est davantage séché à l'échelle du laboratoire dans un four à 180 °C afin d'obtenir une chaux éteinte entièrement séchée (phase résiduelle non solide mesurée par LOI à 180 °C = 0,03 % en poids). Après ce séchage complet, la chaux éteinte totalement séchée résultante est mélangée avec diverses quantités données d'eau et/ou de diéthylène glycol (DEG). Le mélange est effectué en ajoutant de l'eau et/ou du DEG goutte à goutte sur la chaux éteinte totalement séchée qui est sous agitation dans un mélangeur de laboratoire intensif (Eirich EL1). Lorsque du DEG et de l'eau sont utilisés ensemble, le DEG est ajouté dans l'eau avant l'ajout de cette solution liquide à la chaux éteinte totalement séchée. Le mélange résultant est agité pendant 5 minutes, puis soumis à un test de perte au feu (LOI) à 180 °C. Les résultats sont présentés dans le tableau 1 ci-dessous, dans lequel les % en poids sont exprimés par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Le but de cette méthodologie est d'évaluer si la teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par LOI à 180 °C est représentative de la somme de la quantité d'eau et de DEG présents dans la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Tableau 1.-

Quantité d'eau ajoutée (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	Total d'eau et de DEG (% en poids)	LOI mesurée à 180 °C (% en poids)	Variation (% en poids)
0,3	0,2	0,5	0,4	-0,10
0,8	0,2	1,0	1,1	0,14
1,3	0,2	1,5	1,5	0,01
1,8	0,2	2,0	2,0	0,04
0,5	0,5	1,0	0,8	-0,18
1,0	0,5	1,5	1,5	0,04
1,5	0,5	2,0	1,9	-0,06

Comme on peut le voir dans le tableau 1, la phase résiduelle non solide, mesurée par LOI à 180 °C en suivant le mode opératoire décrit précédemment constitue un bon indicateur de la somme de l'eau et de DEG ajoutés en laboratoire à la chaux éteinte totalement séchée puisque la variation, qui est la différence entre la valeur théorique et la valeur mesurée, est inférieure à ± 0,20 %, la plupart du temps inférieure à ± 0,10 %.

Exemple 5.-

L'exemple suivant est réalisé afin d'évaluer l'influence de la teneur en phase résiduelle non solide, en particulier de la teneur en eau et/ou en DEG de la composition de chaux éteinte pulvérulente, sur sa fluidité, tous les autres paramètres étant fixes, comme la taille de particules, la forme des particules, la composition chimique, la surface spécifique et le volume poreux de la composition de chaux éteinte.

Dans cette perspective, divers échantillons de compositions de chaux éteinte pulvérulente sont préparés à partir de la chaux éteinte totalement séchée préparée dans l'exemple 4 et à laquelle différentes quantités d'eau et/ou de DEG sont ajoutées par mélange. La fluidité Alpine de ces compositions de chaux éteinte pulvérulente est mesurée selon la procédure décrite précédemment. Les résultats sont présentés dans les tableaux 2 et 3, dans

lesquels les % en poids sont exprimés par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Dans ce tableau, sur la base de la conclusion de l'exemple 4, nous avons considéré que la somme de la quantité d'eau et de DEG ajoutés à la chaux éteinte totalement séchée correspond à la teneur en phase résiduelle non solide que nous aurions obtenue si elle avait été mesurée par un test de perte au feu à 180 °C (LOI théorique à 180 °C).

De même, nous avons considéré que la quantité d'eau ajoutée à la chaux éteinte totalement séchée correspond à la teneur en phase résiduelle non solide que nous aurions obtenue si elle avait été mesurée par un test de perte au feu à 110 °C (LOI théorique à 110 °C).

Tableau 2.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
EXEMPLE 5.1	0,7	0,0	0,7	59
EXEMPLE 5.2	1,0	0,0	1,0	65
EXEMPLE 5.3	1,4	0,0	1,4	60

On peut voir à partir du tableau 2 que les compositions de chaux éteinte pulvérulente ayant une teneur en eau supérieure ou égale à 0,7 % en poids et inférieure ou égale à 1,4 % en poids présentent une bonne fluidité (fluidité Alpine supérieure à 50 %), même sans l'addition de DEG.

Tableau 3.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
EXEMPLE 5.4	0,3	0,2	0,5	87
EXEMPLE 5.5	0,8	0,2	1,0	83
EXEMPLE 5.6	1,3	0,2	1,5	83
EXEMPLE 5.7	1,8	0,2	2,0	68
EXEMPLE 5.8	0,5	0,5	1,0	86
EXEMPLE 5.9	1,0	0,5	1,5	88
EXEMPLE 5.10	1,5	0,5	2,0	88

On peut voir à partir du tableau 3 que la fluidité des compositions de chaux éteinte pulvérulente ayant une teneur en eau supérieure ou égale à 0,3 % en poids et inférieure à 2 % en poids peut en outre être améliorée par la présence de diéthylène glycol (DEG).

Exemple comparatif 1.-

La même procédure que dans l'exemple 5 est suivie, mis à part que la teneur en eau est modifiée. Les résultats sont illustrés dans les tableaux 4 et 5.

Tableau 4.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
Exemple comparatif 1.1	0,0	0,0	0,0	36
Exemple comparatif 1.2	0,0	0,2	0,2	45

On peut voir à partir du tableau 4 que les compositions de chaux éteinte pulvérulente auxquelles aucune eau n'a été ajoutée après le séchage total à l'échelle du laboratoire, présentent une fluidité Alpine inférieure à 50 %. Lorsque du diéthylène glycol (DEG) est ajouté en une quantité de 0,2 % en poids par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente, la fluidité est améliorée mais reste inférieure à 50 %.

Tableau 5.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
Exemple comparatif 1.3	2,0	0,0	2,0	46
Exemple comparatif 1.4	2,8	0,2	3.0	43
Exemple comparatif 1.5	3,0	0,0	3.0	27

On peut voir à partir du tableau 5 que les compositions de chaux éteinte pulvérulente ayant une teneur en eau supérieure ou égale à 2 % en poids présentent une fluidité Alpine inférieure à 50 % et cette fluidité diminue lorsque la teneur en eau augmente. Pour une teneur en eau de 2,8 %, l'ajout de 0,2 % de DEG améliore la fluidité, mais pas de manière suffisante pour obtenir une fluidité Alpine supérieure à 50 %.

La fluidité obtenue avec ces échantillons n'est pas suffisante pour donner une poudre appropriée pour une application industrielle.

Exemple 6.-

La même procédure que dans l'exemple 5 est suivie mis à part que différentes quantités d'eau et de DEG sont ajoutées à la chaux éteinte totalement séchée avec le même procédé que celui décrit dans l'exemple 4. Les résultats sont mentionnés dans le tableau 6.

Tableau 6.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
exemple 6.1	0,0	0,5	0,5	72

On peut voir à partir du tableau 6 qu'il est possible d'obtenir des compositions de chaux éteinte pulvérulente ayant une teneur en eau proche de 0 (puisque aucune eau n'a été ajoutée à l'échantillon totalement séché dans ce cas) présentant cependant une bonne fluidité (fluidité Alpine supérieure à 50 %) par ajout de diéthylène glycol (DEG) de sorte à obtenir une teneur en phase résiduelle non solide mesurée par un test de perte au feu à 180 °C de formule :

$$\text{LOI 180 °C} \geq \text{LOI 110 °C} + 0{,}3\ \%$$

Tableau 7.-

	Quantité d'eau ajoutée, c-à-d LOI théorique à 110 °C (% en poids)	Quantité de DEG ajoutée (% en poids)	LOI théorique à 180 °C (% en poids)	Fluidité Alpine (%)
exemple 6.2	2,5	0,5	3.0	60

On peut voir à partir du tableau 7 qu'il est possible d'obtenir des compositions de chaux éteinte pulvérulente ayant une teneur en eau supérieure ou égale à 2 % en poids et inférieure ou égale à 2,5 en poids présentant cependant une bonne fluidité (fluidité Alpine supérieure à 50 %) par ajout de diéthylène glycol (DEG) de sorte à obtenir une teneur en phase résiduelle non solide mesurée par un test de perte au feu à 180 °C de formule :

$$LOI\ 180\ °C \geq LOI\ 110\ °C + 0{,}2\ \%$$

Exemple 7.-

Dans cet exemple, cinq échantillons industriels de chaux éteinte pulvérulente produits selon la présente invention, satisfaisant à la fluidité Alpine > 50 %, mais avec des valeurs différentes de fluidité Alpine, sont sélectionnés. L'indice de cohésion est mesuré avec un appareil Granudrum (modèle Aptis de GranuTOOLS) en utilisant une vitesse de rotation de 2 tr/min et une analyse de données avec le logiciel Aptis Granudrom. Les résultats sont présentés dans le tableau 8 ci-dessous.

Tableau 8.-

Fluidité Alpine	Indice de cohésion Granudrum
50 %	0,43
53 %	0,51
57 %	0,4
60 %	0,31
70 %	0,35

On peut voir à partir du Tableau 8 que, en général, une augmentation de la fluidité Alpine, faisant référence à un comportement d'écoulement amélioré de la chaux éteinte pulvérulente, correspond à une diminution de l'indice de cohésion mesuré avec le granudrum.

Bien que les modes de réalisation préférés de l'invention aient été décrits à titre d'illustration, l'homme du métier sait que diverses modifications, additions ou substitutions sont possibles, sans s'éloigner de la portée et de l'esprit de l'invention telle que décrite dans les revendications annexées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de production d'une composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse, comprenant les étapes consistant à :

- introduire de la chaux vive dans une zone d'alimentation d'un hydrateur ;
- introduire de l'eau dans la zone d'alimentation de l'hydrateur ;
- éteindre ladite chaux vive dans une zone d'extinction de l'hydrateur au moyen d'une quantité d'eau qui est suffisante pour obtenir une chaux éteinte ayant une teneur en phase résiduelle non solide comprise entre 15 % et 55 % en poids, de préférence entre 15 et 35 % en poids ;
- sécher et broyer ladite chaux éteinte pour former la composition de chaux éteinte pulvérulente ;

caractérisé en ce que lesdites étapes de séchage et de broyage sont simultanément effectuées et sont une étape unique de fluidification de la chaux éteinte pour former ladite composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse ayant une fluidité Alpine supérieure à 50 %, la fluidité Alpine FA étant définie par l'équation $FA = \frac{m_i - m_{R90(T15;P100)}}{m_i - m_{R90(T120;P150)}} \cdot 100$

où :

- m_i est la masse initiale de 50 g poudre répartie sur un tamis de 90 µm ;
- $m_{R90(T15\,;\,P100)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après 15 secondes avec une dépression à 100mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;
- $m_{R90(T120\,;\,P150)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après les 15 secondes avec une dépression à 100 mm de liquide manométrique de densité 0,88 et après 120 secondes avec une dépression à 150mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;

lesdites étapes de séchage et de broyage étant réalisées dans un sécheur-broyeur choisi dans le groupe constitué par un sécheur-broyeur à broches, un sécheur-broyeur à cages, un sécheur-désagglomérateur instantané et une combinaison de ceux-ci jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente fine et très poreuse présente une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, inférieure ou égale à 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, en particulier inférieure ou égale à

2,5 % en poids, notamment inférieure ou égale à 2 % en poids et supérieure ou égale à 0,3 % en poids, de préférence supérieure ou égale à 0,5 % en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce qu'il comprend en outre, avant, pendant et/ou après l'étape d'extinction de la chaux et/ou avant, pendant et/ou après les étapes de séchage et de broyage, une étape consistant à ajouter un additif à la chaux vive, l'eau d'extinction et/ou la chaux éteinte.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les étapes de séchage-broyage sont effectuées jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une taille de particules moyenne d_{50} inférieure ou égale à 10 µm, de préférence inférieure ou égale à 8 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 7 µm, en particulier inférieure ou égale à 6 µm.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisé en ce que les étapes de séchage-broyage sont effectuées jusqu'à ce que la composition de chaux éteinte pulvérulente présente une première fraction de particules ayant une taille inférieure à 32 µm et une seconde fraction de particules ayant une taille supérieure à 32 µm, à condition que la seconde fraction soit inférieure ou égale à 50 pourcent en poids, de préférence inférieure ou égale à 40 pourcent en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 30 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 20 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 15 pourcent en poids, plus préférablement inférieure à 10 pourcent en poids, voire inférieure ou égale à 8 pourcent en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel de l'air chaud est alimenté lors de l'étape de séchage-broyage, à une température comprise entre 250 °C et 500 °C, de préférence entre 350 et 400 °C.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de séchage-broyage a une durée comprise entre quelques secondes et quelques minutes.

7. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine comprenant des particules de chaux éteinte ayant une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote supérieure ou égale à 25 m^2/g et un volume poreux BJH total, constitué de pores d'un diamètre inférieur à

1000 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,15 cm^3/g, caractérisée en ce que la composition possède en outre une fluidité Alpine définie par l'équation $FA = \frac{m_i - m_{R90(T15;P100)}}{m_i - m_{R90(T120;P150)}} \cdot 100$

où :

- m_i est la masse initiale de 50 g de poudre répartie sur un tamis de 90 µm ;
- $m_{R90(T15\,;\,P100)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après 15 secondes avec une dépression à 100mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;
- $m_{R90(T120\,;\,P150)}$ est la masse de résidus de matière sur le tamis après les 15 secondes avec une dépression à 100 mm de liquide manométrique de densité 0,88 et après 120 secondes avec une dépression à 150mm de liquide manométrique de densité 0,88 ;

la fluidité alpine étant supérieure à 50 %, de préférence supérieure ou égale à 51 %, plus préférablement supérieure ou égale à 52 %, de manière avantageuse supérieure ou égale à 54 %, en particulier supérieure ou égale à 55 % et ladite composition mentionnée ci-dessus a une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, inférieure ou égale à 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 2,5 % en poids, notamment inférieure ou égale à 2 % en poids et supérieure ou égale à 0,3 %, de préférence supérieure ou égale à 0,5 % en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente

8. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon la revendication 7, comprenant une première fraction de particules ayant une taille inférieure à 32 µm et une seconde fraction de particules ayant une taille supérieure à 32 µm, la seconde fraction étant inférieure ou égale à 50 pourcent en poids, de préférence inférieure ou égale à 40 pourcent en poids, de manière avantageuse inférieure ou égale à 30 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 20 pourcent en poids, en particulier inférieure ou égale à 15 pourcent en poids, plus préférablement inférieure à 10 pourcent en poids, voire inférieure ou égale à 8 pourcent en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

9. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon la revendication 7 ou 8, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte présentent une taille de particules d_{50} inférieure ou égale à 10 µm, de préférence inférieure ou égale à 8 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 7 µm, en particulier inférieure ou égale à 6 µm.

10. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 9, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte ont une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote supérieure ou égale à 30 m^2/g, de préférence supérieure ou égale à 32 m^2/g, de manière avantageuse supérieure ou égale à 35 m^2/g.

11. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 10, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte présentent une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote inférieure ou égale à 55 m^2/g, de préférence inférieure ou égale à 50 m^2/g, en particulier inférieure ou égale à 48 m^2/g.

12. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 11, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte présentent un volume poreux BJH total constitué de pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,17 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,18 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,19 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,20 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,21 cm^3/g.

13. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 12, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte présentent un volume poreux BJH total constitué de pores ayant un diamètre inférieur à 1000 Å obtenu par désorption d'azote, inférieur ou égal à 0,30 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,28 cm^3/g.

14. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 13, dans laquelle lesdites particules de chaux éteinte présentent un volume poreux BJH constitué de pores ayant un diamètre allant de 100 à 300 Å, obtenu par désorption d'azote, supérieur ou égal à 0,07 cm^3/g, de préférence supérieur ou égal à 0,10 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,11 cm^3/g, en particulier supérieur ou égal à 0,12 cm^3/g et typiquement inférieur à 0,15 cm^3/g, en particulier inférieur à 0,14 cm^3/g.

15. Composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 14, dans laquelle ladite composition de chaux éteinte présente en outre une phase alcaline caractérisée par une teneur en métal alcalin qui est supérieure ou égale à 0,2 % en poids et inférieure ou égale à 3,5 % en poids par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

16. Utilisation d'une composition de chaux éteinte pulvérulente fine selon l'une quelconque des revendications 7 à 15, pour la purification de gaz de combustion.

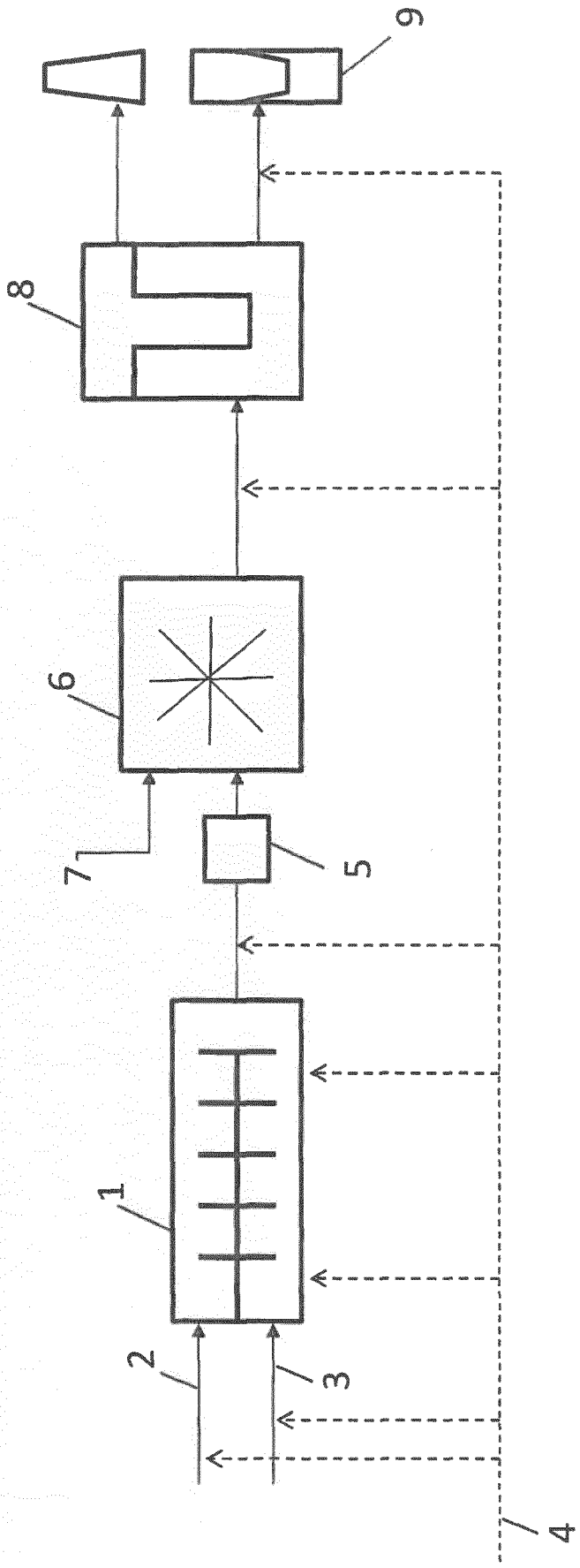


Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2017/065521

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C01F11/02 C04B2/04
ADD.

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)
C01F C04B

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 practicable, search terms used)
EPO-Internal, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 5 223 239 A (MORAN DAVID L [US] ET AL) 29 June 1993 (1993-06-29) column 11, line 6 - line 18; table 1	1-16
Y	US 2009/246117 A1 (TILQUIN JEAN-YVES [BE] ET AL) 1 October 2009 (2009-10-01) page 3, paragraph [0037] - page 4, paragraph [0039]; table III	1-16
Y	US 5 173 279 A (DUMONT PHILIPPE A [BE] ET AL) 22 December 1992 (1992-12-22) column 5, line 3 - line 45	1-16
X	WO 97/14650 A1 (LHOIST RECH & DEV SA [BE]; LANGELIN HENRI RENE [FR]; POISSON REGIS [FR) 24 April 1997 (1997-04-24) cited in the application	1,7
Y	page 13 - page 14; table I	1-16

☐ 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 application or patent 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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
3 August 2017	11/08/2017

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

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2017/065521

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5223239 A	29-06-1993	US 5223239 A	29-06-1993
		US 5492685 A	20-02-1996
US 2009246117 A1	01-10-2009	CA 2635549 A1	25-09-2009
		US 2009246117 A1	01-10-2009
US 5173279 A	22-12-1992	US 5173279 A	22-12-1992
		US 5277837 A	11-01-1994
WO 9714650 A1	24-04-1997	AT 183483 T	15-09-1999
		AU 7557496 A	07-05-1997
		BE 1009692 A3	01-07-1997
		BR 9610865 A	21-12-1999
		CA 2235322 A1	24-04-1997
		CZ 9801174 A3	11-11-1998
		DE 69603874 D1	23-09-1999
		DE 69603874 T2	16-03-2000
		DK 0861209 T3	08-05-2000
		EP 0861209 A1	02-09-1998
		ES 2137020 T3	01-12-1999
		GR 3031419 T3	31-01-2000
		HU 9802747 A2	29-03-1999
		JP 3379649 B2	24-02-2003
		JP H11513654 A	24-11-1999
		PL 326253 A1	31-08-1998
		SK 46298 A3	02-12-1998
		US 6322769 B1	27-11-2001
		WO 9714650 A1	24-04-1997

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/EP2017/065521

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C01F11/02 C04B2/04
ADD.

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)
C01F C04B

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, CHEM ABS Data, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
Y	US 5 223 239 A (MORAN DAVID L [US] ET AL) 29 juin 1993 (1993-06-29) colonne 11, ligne 6 - ligne 18; tableau 1	1-16
Y	US 2009/246117 A1 (TILQUIN JEAN-YVES [BE] ET AL) 1 octobre 2009 (2009-10-01) page 3, alinéa [0037] - page 4, alinéa [0039]; tableau III	1-16
Y	US 5 173 279 A (DUMONT PHILIPPE A [BE] ET AL) 22 décembre 1992 (1992-12-22) colonne 5, ligne 3 - ligne 45	1-16
X	WO 97/14650 A1 (LHOIST RECH & DEV SA [BE]; LANGELIN HENRI RENE [FR]; POISSON REGIS [FR) 24 avril 1997 (1997-04-24) cité dans la demande	1,7
Y	page 13 - page 14; tableau I	1-16

☐ 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

"&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
3 août 2017	11/08/2017

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Timmermans, Michel

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/EP2017/065521

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5223239 A	29-06-1993	US 5223239 A	29-06-1993
		US 5492685 A	20-02-1996
US 2009246117 A1	01-10-2009	CA 2635549 A1	25-09-2009
		US 2009246117 A1	01-10-2009
US 5173279 A	22-12-1992	US 5173279 A	22-12-1992
		US 5277837 A	11-01-1994
WO 9714650 A1	24-04-1997	AT 183483 T	15-09-1999
		AU 7557496 A	07-05-1997
		BE 1009692 A3	01-07-1997
		BR 9610865 A	21-12-1999
		CA 2235322 A1	24-04-1997
		CZ 9801174 A3	11-11-1998
		DE 69603874 D1	23-09-1999
		DE 69603874 T2	16-03-2000
		DK 0861209 T3	08-05-2000
		EP 0861209 A1	02-09-1998
		ES 2137020 T3	01-12-1999
		GR 3031419 T3	31-01-2000
		HU 9802747 A2	29-03-1999
		JP 3379649 B2	24-02-2003
		JP H11513654 A	24-11-1999
		PL 326253 A1	31-08-1998
		SK 46298 A3	02-12-1998
		US 6322769 B1	27-11-2001
		WO 9714650 A1	24-04-1997