(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 2017/220775 A1

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

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2017/065528

(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 :
2016/5465 24 juin 2016 (24.06.2016) BE
PCT/EP2016/064701
24 juin 2016 (24.06.2016) EP

(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))*

WO 2017/220775 A1

(54) **Title:** HIGHLY POROUS POWDERED SLAKED LIME COMPOSITION

(54) **Titre :** COMPOSITION DE CHAUX ÉTEINTE PULVÉRULENTE TRÈS POREUSE

(57) **Abstract:** The present invention relates to a powdered slaked lime composition having an Alpine fluidity of greater than 50 % and comprising a first fraction of particles with a size less than 32 µm and a second fraction of particles with a size greater than 32 µm, the second fraction being less than 10% by weight in relation to the total weight of the composition. The invention also relates to a method for producing same.

(57) **Abrégé :** La présente invention concerne une composition de chaux éteinte pulvérulente ayant une fluidité Alpine supérieure à 50 %et 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 à 10 % en poids, par rapport au poids total de la composition, ainsi que son procédé de production.

« Composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse »

La présente invention concerne une composition de chaux éteinte pulvérulente 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, supérieur ou égal à 0,15 cm^3/g.

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, exprimé sous la forme de 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 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.

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.

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 ont généralement de nombreuses applications 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. Dans ce cas, typiquement, la capture de ces polluants peut être réalisée dans des conditions sèches et est donc appelée « injection de sorbant en voie sèche ». Ce procédé consiste à injecter des sorbants pulvérulents, comme de la chaux éteinte pulvérulente, directement dans le courant de gaz de combustion ou par un filtre comprenant un lit fixe de particules solides.

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 très performants afin de réduire la quantité du sous-produit, dont le traitement est coûteux.

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

Par exemple, les documents US5492685 et WO9209528 décrivent des chaux éteintes ayant une surface spécifique, obtenues par extinction de chaux vive avec un alcool ou en présence

d'additifs particuliers, tels qu'un (di-, tri- ou poly-)éthylène glycol ou une (di-, tri- ou poly-)éthanolamine.

Un autre procédé de production de chaux éteinte ayant une surface spécifique élevée consiste à éteindre de 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, 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 comprenant un filtre à manches.

Cependant, il a été découvert récemment que ces compositions de chaux éteinte pulvérulentes, notamment celles obtenues avec les « procédés semi-humides », présentent une fluidité insuffisante pour le transport pneumatique, en particulier lorsqu'elles ont un volume poreux élevé.

En effet, dans tous les procédés mentionnés précédemment, au cours de son procédé de production ou lors de l'utilisation finale en tant que sorbant, la composition de chaux éteinte pulvérulente est manipulée et transportée, notamment par des vis 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.

Le phénomène d'encrassement est un problème récurrent des compositions de chaux éteinte pendant le procédé de production, le stockage et l'utilisation ultérieure en tant que sorbant, en particulier avec une composition de chaux éteinte présentant une petite taille de particules.

Au sens de la présente invention, on entend par le terme « phénomène d'encrassement », un phénomène d'encrassement et d'adhérence au cours du procédé de

production, mais aussi pendant le stockage, le transport ou l'utilisation ultérieure de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Les phénomènes d'encrassement sont responsables d'une maintenance supplémentaire. En outre, pendant le transport et l'utilisation ultérieure, les compositions de chaux éteinte pulvérulente ont tendance à adhérer aux parois du contenant et sont ensuite difficiles à retirer 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 composition de chaux éteinte pulvérulente est compromise en raison de blocages qui sont difficiles à éliminer.

En outre, 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.

Dans cette perspective, on sait qu'il faut diminuer la taille des particules d'une composition de chaux éteinte pulvérulente afin d'améliorer davantage ses propriétés de sorption. 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. En effet, 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 conséquent, il existe un besoin d'obtenir une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse qui présente des particules de petite taille afin d'améliorer la capacité de sorption de la composition, mais en évitant ou au moins en réduisant cependant les phénomènes d'encrassement.

La composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention permet de fournir une solution à ce besoin en utilisant une composition de chaux éteinte pulvérulente, comme mentionné au début, caractérisée en ce que la composition possède en outre une fluidité Alpine supérieure à 50 %, en particulier supérieure ou égale à 51 %, de préférence supérieure ou égale à 52 %, de manière avantageuse supérieure ou égale à 54 %, en particulier supérieure ou égale à 55 %, ladite composition susmentionnée 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 à 10 pourcent en poids, par rapport au poids total de la composition.

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.

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 et uniforme 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.

Selon la présente invention, il a été montré de façon étonnante, qu'il est possible d'obtenir une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse avec des capacités de sorption élevées en raison notamment de sa petite taille de particule, mais qui présente, cependant, une fluidité élevée en raison de la diminution du phénomène d'encrassement.

En effet, typiquement, lorsque l'homme du métier souhaite réduire le phénomène d'encrassement, il a tendance à utiliser des particules ayant une taille de particule plus grande, entraînant également une fluidité plus élevée de la composition de chaux.

La fluidité d'une poudre est, entre autres, régie par la taille des particules composant cette 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 une taille de particules bien contrôlée dans une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse est donc compliqué car cela dépend de plusieurs paramètres difficiles à contrôler, notamment au cours du procédé d'extinction pour former la composition de chaux éteinte pulvérulente.

Pour une poudre d'une composition chimique donnée, différents comportements d'écoulement peuvent être obtenus, en fonction de la taille et de la forme des particules constituant cette poudre. Des particules très petites conduisent généralement à la formation d'une poudre cohésive parce que les petites particules présentent une plus forte cohésion entre elles. La fluidité de la poudre cohésive obtenue à partir de petites particules est donc généralement très faible. Plus précisément, les petites particules présentent des forces électrostatiques, de Van der Walls et/ou de cohésion supérieures par rapport à d'autres forces telles que les forces gravitationnelles et de cisaillement. L'augmentation du diamètre des particules réduit la contribution relative des forces électrostatiques, de Van der Walls et de cohésion, ce qui rend l'écoulement de la poudre plus facile.

Pour ces raisons, la fluidité de la composition de chaux éteinte pulvérulente dépend de multiples paramètres, dont certains sont difficiles à contrôler.

Cependant, la fluidité de la poudre est un paramètre essentiel caractérisant une composition pulvérulente puisqu'une poudre qui n'est pas fluide peut entraîner un phénomène d'encrassement pendant le procédé de production et pendant le stockage de la poudre, mais également pendant l'utilisation ultérieure de cette poudre.

En outre, après l'étape d'extinction, la chaux éteinte peut être traitée dans des appareils de séchage et de broyage qui peuvent notamment influencer la distribution de taille, mais également la forme des particules de la chaux éteinte pulvérulente et par conséquent influencer la fluidité de la poudre.

De plus, en raison de la température élevée utilisée pendant le séchage de la poudre, la structure interne de la chaux éteinte pulvérulente peut également être modifiée, et donc, l'étape de séchage peut également modifier les caractéristiques de porosité de la poudre.

Comme on peut le voir, obtenir une composition de chaux éteinte pulvérulente présentant des propriétés contrôlées et reproductibles avec le temps, notamment une texture

particulière (porosité élevée) pour améliorer les capacités de sorption, mais en même temps une distribution de taille de particules petite et une bonne fluidité, reste de nos jours un défi.

En outre, des fluctuations en termes de fluidité de la composition de chaux éteinte pulvérulente ne sont pas acceptables 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.

La composition de chaux éteinte pulvérulente de la présente invention conserve d'excellentes propriétés de sorption en raison d'une porosité élevée, à savoir 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.

Les propriétés de sorption de la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention sont en outre améliorées par la distribution de la taille de particules de la composition caractérisée par un R_{32} inférieur à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition. Avec une telle distribution de taille de particules, l'efficacité du traitement, en particulier le traitement de gaz de combustion, est améliorée grâce à une meilleure dispersion de la composition de chaux éteinte pulvérulente dans la phase gazeuse (gaz de combustion) et un contact plus rapide entre les polluants et les particules de chaux de la composition selon la présente invention. Par ailleurs, de plus petites particules présentent une plus grande surface de contact externe, augmentant ainsi la proportion de chaux hydratée qui va réellement entrer en contact avec les polluants à capturer.

Malheureusement, comme expliqué précédemment dans la description, une réduction de la taille des particules d'une composition de chaux éteinte pulvérulente conduit généralement à la formation d'une poudre cohésive présentant une faible fluidité et qui est donc difficile à manipuler et est responsable de phénomènes d'encrassement, en particulier lors de son transport et de son application industrielle ultérieure et peut également se traduire par une perte de ses propriétés de porosité élevée.

Cependant, il a été montré de manière étonnante selon la présente invention qu'une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse constituée de particules ayant une taille inférieure à 32 µm, avec un R_{32} inférieur à 10 % en poids par rapport au poids total de la composition, peut présenter une fluidité améliorée. La composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention, en plus de ses très bonnes propriétés de sorption, présente une fluidité élevée, ce qui signifie que la poudre est plus facile à manipuler, à transporter, à stocker et par conséquent,

les phénomènes d'encrassement ou de blocage sont considérablement réduits au cours du procédé de production ou de l'utilisation ultérieure, réduisant ainsi les coûts causés par des problèmes de maintenance de l'installation de production ou lors de son utilisation ultérieure.

Un autre avantage de la poudre selon la présente invention est la réduction de la perte de produit provoquée par le fait que la poudre peut adhérer aux parois intérieures dans le procédé de production, au cours du stockage, du transport et lors de l'utilisation ultérieure. L'augmentation de la fluidité de la poudre selon la présente invention permet d'éviter ou au moins de réduire ces phénomènes d'adhérence.

En effet, 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 %. La fluidité Alpine FA est 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.

Dans un mode de réalisation particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention comprend des particules 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 selon la présente invention, la composition de chaux éteinte pulvérulente a une surface spécifique BET obtenue par adsorption d'azote 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, dans un mode de réalisation particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a 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.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente de l'invention a 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.

Dans un mode de réalisation particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention a 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 a 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.

Par le terme « 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, avec l'hypothèse d'une géométrie de pore cylindrique.

Par le terme « volume poreux total », selon la présente invention, on entend le volume poreux BJH constitué de pores ayant un diamètre inférieur ou égal à 1000 Å.

De manière avantageuse, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention présente en outre une taille de particules d_{50} inférieure ou égale à 8 µm, de préférence inférieure ou égale à 6 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 4 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.

Dans un mode de réalisation particulier, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention présente une teneur en phase résiduelle non solide.

De manière avantageuse, ladite phase résiduelle non solide comprend de l'eau et/ou des additifs résiduels (inorganiques et/ou organiques), libres ou liés au composé de chaux.

Par le terme « 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 du solide restant, nommé extrait sec, sont tous deux calculés en fonction du poids du produit avant le test au feu et après le test au feu 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 5 % en poids, de préférence inférieur ou égal à 4,5 % en poids, en particulier inférieur ou égal à 4 % 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 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % 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.

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 avant, pendant et/ou après le procédé d'extinction, 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, la composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention comprend en outre des additifs solides inorganiques et/ou des additifs solides organiques résiduels.

De préférence, les additifs solides organiques résiduels peuvent provenir d'additifs organiques ajoutés avant, pendant et/ou après le procédé d'extinction et choisis dans le groupe du (mono-) ou (poly-)éthylène glycol et de la (mono-) ou (poly-)éthanolamine, en particulier le triéthylène glycol, la triéthanolamine, et du stéarate de calcium et leurs mélanges.

Les particules de la composition de chaux éteinte pulvérulente de la présente invention se composent principalement de chaux hydratée, également connue sous le nom de chaux éteinte, résultant du traitement d'une chaux vive avec de l'eau afin de convertir les oxydes en hydroxydes. Selon le type de chaux vive utilisée, la chaux hydratée de la présente invention peut être de la chaux hydratée riche en calcium ou dolomitique.

La composition de chaux éteinte pulvérulente de la présente invention 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, et même 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 de la composition de chaux éteinte 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 la 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 $Ca(OH)_2$.

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.

D'autres modes de réalisation de la composition de sorbant industriel selon l'invention sont mentionnés dans les revendications annexées.

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 dans 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 la demande DE4034417.

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

La composition de chaux éteinte pulvérulente selon la présente invention peut notamment être produite, mais sans y être limitée, par un procédé 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.

Ce procédé est caractérisé en ce que lesdites étapes de séchage et de broyage sont effectuées simultanément et sont une étape unique de fluidification de la chaux éteinte pour former ladite composition de chaux éteinte pulvérulente 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 comprenne 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 à 10 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

Par les termes « sécheur-désagglomérateur instantané », on entend 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 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.

De préférence, 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 8 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 6 µm, en particulier inférieure ou égale à 4 µm.

De manière avantageuse, les étapes de séchage-broyage sont effectuées 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, inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 4,5 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 4 % 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.

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

Exemple 1

Une composition de chaux éteinte pulvérulente très poreuse et fine selon la présente invention 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 diéthylène glycol (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 broyeur à broches 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.

La composition de chaux éteinte pulvérulente résultante a une fluidité Alpine de 51 %, un d_{50} de 4,2 µm et une fraction de particule de taille supérieure à 32 µm (R_{32}) de 6,2 % en poids. Sa surface spécifique et son volume poreux total sont respectivement de 41,1 m^2/g et 0,214 cm^3/g.

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. Composition de chaux éteinte pulvérulente 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 nm, 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 supérieure à 50 %, en particulier supérieure ou égale à 51 %, de préférence supérieure ou égale à 52 %, de manière avantageuse supérieure ou égale à 54 %, en particulier supérieure ou égale à 55 % 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 ;

et ladite composition susmentionnée 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 à 10 % en poids, par rapport au poids total de la composition.

2. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon la revendication 1, présentant en outre une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 180 °C, supérieure ou égale à 0,3 %, de préférence supérieure ou égale à 0,5 % en poids et inférieure ou égale à 5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 4,5 % en poids, en particulier inférieure ou égale à 4 % en poids, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

3. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon la revendication 2, dans laquelle ladite phase résiduelle non solide comprend de l'eau et/ou des additifs résiduels, de tels additifs résiduels étant des additifs inorganiques et/ou organiques, libres ou liés au composé de chaux.

4. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, présentant en outre une teneur en phase résiduelle non solide, mesurée par un test de perte au feu à 110 °C, inférieure ou égale à 3,5 % en poids, de préférence inférieure ou égale à 3 % 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, par rapport au poids total de la composition de chaux éteinte pulvérulente.

5. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, présentant en outre une taille de particules d_{50} inférieure ou égale à 8 µm, de préférence inférieure ou égale à 6 µm, de manière avantageuse inférieure ou égale à 4 µm.

6. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite composition a 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.

7. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite composition a 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.

8. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite composition a 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, de préférence supérieur ou égal à 0,19 cm^3/g, de manière avantageuse supérieur ou égal à 0,20 cm^3/g.

9. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite composition a 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.

10. Composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que ladite composition a 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.

11. Composition de sorbant industriel comprenant au moins ladite composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications précédentes.

12. Utilisation d'une composition de chaux éteinte pulvérulente selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, comme sorbant industriel pour la purification de gaz de combustion.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2017/065528

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

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	1-12
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	1-12
Y	US 5 173 279 A (DUMONT PHILIPPE A [BE] ET AL) 22 December 1992 (1992-12-22) column 5, line 3 - line 45	1-12
Y	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 page 13 - page 14; table I	1-12

☐ 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
2 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/EP2017/065528

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/EP2017/065528

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

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	1-12
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	1-12
Y	US 5 173 279 A (DUMONT PHILIPPE A [BE] ET AL) 22 décembre 1992 (1992-12-22) colonne 5, ligne 3 - ligne 45	1-12
Y	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 page 13 - page 14; tableau I	1-12

☐ 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
2 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/EP2017/065528

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