



(86) **Date de dépôt PCT/PCT Filing Date:** 2013/03/21
(87) **Date publication PCT/PCT Publication Date:** 2013/09/26
(85) **Entrée phase nationale/National Entry:** 2014/09/18
(86) **N° demande PCT/PCT Application No.:** EP 2013/055971
(87) **N° publication PCT/PCT Publication No.:** 2013/139930
(30) **Priorité/Priority:** 2012/03/22 (FR1252586)

(51) **Cl.Int./Int.Cl. C01B 33/193** (2006.01)

(71) **Demandeur/Applicant:**
RHODIA OPERATIONS, FR

(72) **Inventeurs/Inventors:**
NEVEU, SYLVAIN, FR;
PINAULT, ANNE-LAURE, FR

(74) **Agent:** ROBIC

(54) **Titre : PROCÉDE DE PREPARATION DE SILICE PRECIPITEE COMPRENANT UNE ETAPE DE FORT COMPACTAGE**
(54) **Title: METHOD FOR PREPARING PRECIPITATED SILICA COMPRISING A HIGH COMPACTION STEP**

(57) **Abrégé/Abstract:**

La présente invention concerne un procédé de préparation de silice précipitée comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant pour obtenir une suspension de silice précipitée, suivie d'une étape de séparation pour obtenir un gâteau et d'une étape de séchage dudit gâteau, procédé dans lequel une étape de compactage dudit gâteau à une pression supérieure à 10 bars est effectuée entre l'étape de séparation et l'étape de séchage.



(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
26 septembre 2013 (26.09.2013)

WIPO | PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2013/139930 A1

(51) Classification internationale des brevets :
C01B 33/193 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2013/055971

(22) Date de dépôt international :
21 mars 2013 (21.03.2013)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
1252586 22 mars 2012 (22.03.2012) FR

(71) Déposant : RHODIA OPERATIONS [FR/FR]; 40, rue de
la Haie Coq, F-93306 Aubervilliers (FR).

(72) Inventeurs : NEVEU, Sylvaine; 17, rue Saint Séverin, F-
75005 Paris (FR). PINAULT, Anne-Laure; 53, rue Pierre
Vermeir, F-92160 Antony (FR).

(74) Mandataires : DOMENEGO, Bertrand et al.; Cabinet
Lavoix, 2, place d'Estienne d'Orves, F-75009 Paris (FR).

(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, DK, DM,
DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT,
HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP,
KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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, 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,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

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

(54) Title : METHOD FOR PREPARING PRECIPITATED SILICA COMPRISING A HIGH COMPACTION STEP

(54) Titre : PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE SILICE PRÉCIPITÉE COMPRENANT UNE ÉTAPE DE FORT COMPACTAGE

(57) Abstract : The present invention concerns a method for preparing precipitated silica comprising the reaction of a silicate with an acidifying agent to obtain a suspension of precipitated silica, followed by a step of separation to obtain a cake and a step of drying said cake, method wherein a step of compaction of said cake at a pressure greater than 10 bars is carried out between the step of separation and the step of drying.

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de préparation de silice précipitée comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant pour obtenir une suspension de silice précipitée, suivie d'une étape de séparation pour obtenir un gâteau et d'une étape de séchage dudit gâteau, procédé dans lequel une étape de compactage dudit gâteau à une pression supérieure à 10 bars est effectuée entre l'étape de séparation et l'étape de séchage.



WO 2013/139930 A1

PROCÉDÉ DE PRÉPARATION DE SILICE PRÉCIPITÉE COMPRENANT UNE ETAPE DE FORT COMPACTAGE

5 La présente invention concerne un procédé amélioré de préparation de silice précipitée.

Il est connu d'employer des silices précipitées comme support de catalyseur, comme absorbant de matières actives (en particulier supports de liquides, par exemple utilisés dans l'alimentation, tels que les vitamines (vitamine E notamment), le chlorure de choline), comme agent viscosant, texturant ou anti-mottant, comme
10 élément pour séparateurs de batteries, comme additif pour dentifrice, pour papier.

On peut également employer des silices précipitées comme charge renforçante dans des matrices silicones (par exemple pour l'enrobage des câbles électriques) ou dans des compositions à base de polymère(s), naturel(s) ou synthétique(s), en particulier d'élastomère(s), notamment diéniques, par exemple
15 pour les semelles de chaussures, les revêtements de sols, les barrières aux gaz, les matériaux ignifugeants et également les pièces techniques telles que les galets de téléphériques, les joints d'appareils électroménagers, les joints de conduite de liquides ou de gaz, les joints de système de freinage, les gaines, les câbles et les
20 courroies de transmissions.

La silice précipitée est notamment utilisée depuis longtemps comme charge blanche renforçante dans les élastomères, et en particulier dans les pneumatiques.

La préparation de silice précipitée s'effectue généralement par réaction de précipitation entre un silicate, en particulier un silicate de métal alcalin, et un agent acidifiant, suivie d'une étape de séparation par filtration pour obtenir un gâteau de
25 filtration et habituellement d'une étape de lavage dudit gâteau, puis d'une éventuelle étape de délitage du gâteau de filtration et d'une étape de séchage, par exemple par atomisation, dudit gâteau.

Dans le cadre des procédés de l'état de la technique, la consommation d'énergie est élevée. Le séchage est la source principale de consommation
30 d'énergie et représente ainsi un coût assez élevé.

Il existe donc un besoin en termes de réduction de consommation énergétique, et donc par exemple dans le cadre de l'opération de séchage.

Ainsi, un des buts de la présente invention consiste à fournir un procédé de préparation de silice précipitée permettant de limiter les dépenses énergétiques notamment en termes de séchage.

Un des buts de la présente invention consiste à fournir un procédé de préparation de silice précipitée pouvant permettre de limiter les durées de séchage.

L'un des buts de l'invention est notamment de fournir une alternative aux procédés de préparation connus de silice précipitée, qui soit économique et simple de mise en œuvre.

Un des buts de la présente invention consiste préférentiellement à fournir un procédé permettant de diminuer la consommation énergétique au séchage, notamment par rapport aux procédés de l'état de la technique et ce, en général, d'au moins environ 15 %, en particulier d'au moins environ 20 %, par exemple d'au moins environ 25 %.

Un des buts de la présente invention consiste de préférence à fournir un procédé permettant d'augmenter la productivité du procédé de préparation de silice précipitée, en particulier au niveau de l'étape de séchage, notamment par rapport aux procédés de l'état de la technique, et ce, en général, d'au moins environ 20 %, en particulier d'au moins environ 25 %, par exemple d'au moins environ 30 %.

La présente invention concerne donc un procédé de préparation de silice précipitée comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant pour obtenir une suspension de silice précipitée, suivie d'une étape de séparation pour obtenir un gâteau et d'une étape de séchage dudit gâteau, et dans lequel une étape de compactage dudit gâteau à une pression supérieure à 10 bars est effectuée entre l'étape de séparation et l'étape de séchage.

En particulier, le procédé selon la présente invention comprend donc les étapes suivantes :

- on fait réagir (réaction de précipitation) au moins un silicate avec au moins un agent acidifiant, de manière à obtenir une suspension de silice précipitée,
- on effectue une étape de séparation solide-liquide, plus particulièrement de filtration, pour obtenir un produit solide, désigné également "gâteau de filtration",
- on soumet ledit gâteau de filtration à une étape de compactage à une pression supérieure à 10 bars, et
- on sèche le gâteau compacté ainsi obtenu.

L'étape spécifique du procédé de l'invention, prise en combinaison avec les autres étapes dudit procédé, consiste en une étape de compactage à une pression

élevée, permettant d'enlever une importante quantité d'eau du gâteau obtenu à l'issue des étapes de précipitation et de séparation.

Une telle opération de compactage à pression élevée, combinée aux autres étapes du procédé, permet alors d'augmenter la teneur en matières sèches du produit avant l'étape de séchage. Le produit qui est ensuite soumis au séchage contient moins d'eau, ce qui entraîne un gain d'énergie pour l'étape subséquente de séchage.

La mise en œuvre du procédé selon l'invention permet, en particulier au niveau de l'étape de séchage, de réduire la consommation énergétique, et d'augmenter la productivité, en général, d'au moins environ 20 %, de préférence d'au moins environ 25 %, par exemple d'au moins environ 30 %, notamment d'au moins environ 35 %, par rapport aux procédés de l'état de la technique, de manière avantageuse tout en ne dégradant pas les propriétés de la silice précipitée obtenue, notamment sa dispersibilité, en particulier dans les élastomères.

L'étape de compactage du gâteau de filtration permet notamment d'enlever de l'eau. Plus on compacte le gâteau de filtration, plus on enlève de l'eau et donc on augmente la teneur en matières sèches dudit gâteau.

Elle peut être mise en œuvre par des techniques connues de l'homme du métier. Elle est avantageusement effectuée sur un filtre équipé d'un moyen de compactage, la pression de compactage étant relativement élevée. Elle peut être réalisée en fin de filtration, après ou vers la fin d'une éventuelle étape de lavage, par exemple sur un filtre-pressé par gonflement des membranes des plateaux membranés.

Dans le procédé selon l'invention, l'étape de compactage est mise en œuvre à une pression supérieure à 10 bars, de préférence à une pression d'au moins 20 bars.

Selon un mode de réalisation du procédé de l'invention, l'étape de compactage est effectuée à une pression supérieure à 10 bars et inférieure à 60 bars, de préférence comprise entre 15 et 45 bars, en particulier entre 20 et 45 bars, notamment entre 20 et 35 bars.

De manière avantageuse, cette étape est effectuée à une pression de compactage comprise entre 20 et 30 bars. Par exemple, la pression peut être d'environ 25 bars.

Dans le cadre du procédé de l'invention, il est généralement préférable d'effectuer cette étape de compactage à une pression d'au plus 45 bars, en particulier d'au plus 35 bars. En effet, à des pressions trop élevées, le gâteau de

filtration peut être dégradé et donc ne pas conduire à des particules de silice précipitée de qualité satisfaisante.

L'étape de compactage peut éventuellement être effectuée sur le même filtre que celui employé lors de l'étape de filtration. L'étape de filtration, l'éventuelle étape de lavage et l'étape de compactage peuvent dans certains cas consister en une seule étape de séparation comprenant une filtration, un éventuel lavage (à l'eau par exemple) et un fort compactage final sur un filtre équipé d'un moyen de compactage, comme un filtre-presse.

En général, la durée de l'étape de compactage à la pression indiquée est d'au moins 200 secondes, de préférence comprise entre 300 et 600 secondes.

De manière préférée, le produit obtenu à l'issue de l'étape de compactage présente un taux de matières sèches (ou siccité ou teneur en extrait sec) d'au moins 25 % en poids, en particulier compris entre 25 et 40 % en poids, par exemple entre 25 et 35 % en poids.

De manière avantageuse, le produit obtenu à l'issue de l'étape de compactage présente un taux de matières sèches d'au moins 28 % en poids, en particulier compris entre 28 et 35 % en poids, par exemple entre 28 et 32 % en poids. Ce taux de matières sèches peut être d'au moins 29 %, notamment d'au moins 30 %, en poids, et en particulier compris entre 29 et 35 % en poids, par exemple entre 29 et 32 % en poids.

Le procédé selon l'invention concerne un procédé de synthèse de silice de précipitation, c'est-à-dire que l'on met d'abord en œuvre une étape de précipitation dans laquelle on fait réagir au moins un agent acidifiant avec au moins un silicate, sans limitation à un type particulier de silice de précipitation.

Le procédé selon l'invention peut être mis en œuvre notamment pour la préparation de silices précipitées telles qu'obtenues selon les procédés décrits par exemple dans les demandes EP 0 520 862, EP 0 670 813, EP 0 670 814, EP 0 917 519, WO 95/09127, WO 95/09128, WO 98/54090, WO 03/016215, WO 2009/112458 ou WO 2012/010712.

La réaction de précipitation par réaction d'un silicate avec un agent acidifiant peut s'effectuer dans le procédé selon la présente invention selon tout mode de préparation, notamment par addition d'un agent acidifiant sur un pied de cuve de silicate, ou bien par addition simultanée, totale ou partielle, d'agent acidifiant et de silicate sur un pied de cuve d'eau, ou de silicate ou d'agent acidifiant.

Le choix de l'agent acidifiant et du silicate se fait d'une manière bien connue en soi. On utilise généralement comme agent acidifiant un acide minéral fort tel que

l'acide sulfurique, l'acide nitrique ou l'acide chlorhydrique, ou encore un acide organique tel que l'acide acétique, l'acide formique, l'acide carbonique.

On obtient, à l'issue de l'étape de précipitation une suspension (ou bouillie) de silice précipitée, à laquelle on peut éventuellement ajouter différents additifs, qui est ensuite séparée.

Selon un mode de réalisation particulier de l'invention, l'étape de séparation mentionnée ci-dessus consiste en une étape de séparation solide-liquide. De préférence, elle consiste en une étape de filtration, à l'issue de laquelle on obtient un gâteau de filtration, le cas échéant suivie d'une étape de lavage dudit gâteau.

La filtration peut se faire selon toute méthode convenable, par exemple à l'aide d'un filtre-presse ou un filtre à bande ou un filtre rotatif sous vide.

Le gâteau obtenu est ensuite soumis à l'étape de compactage décrite ci-dessus. Elle est avantageusement effectuée par lavage sur un filtre équipé d'un moyen de compactage, à la pression mentionnée précédemment. Elle peut être réalisée en fin de filtration, après ou vers la fin d'une éventuelle étape de lavage, par exemple sur filtre-presse par gonflement des membranes des plateaux membranés.

Dans le cadre du procédé de l'invention, le gâteau obtenu à l'issue de l'étape de compactage est ensuite soumis à une étape de séchage.

On peut utiliser tout moyen de séchage bien connu de l'homme du métier pour sécher des solides.

De préférence, la technique de séchage mise en œuvre lors de l'étape de séchage du procédé de la présente invention n'est pas un procédé d'atomisation. On peut par exemple employer un sécheur de type sécheur à anneau (« Ring-Dryer »). Le séchage peut être effectué au moyen de vapeur d'eau surchauffée, notamment dans un lit fluidisé ou dans un sécheur à anneau.

Selon un mode de réalisation très préféré, le procédé selon l'invention ne comprend pas d'étape de délitage, en particulier entre l'étape de compactage (ou l'éventuelle étape d'émottage telle qu'indiquée ci-dessous) et l'étape de séchage. Ce mode de réalisation comprend ainsi un séchage direct du gâteau, sans passage par une étape intermédiaire de délitage, et, en général, l'étape de séchage du procédé correspondant selon l'invention n'est alors pas effectuée par atomisation.

Selon un mode de réalisation non préféré, le procédé selon l'invention peut comprendre une étape de délitage du gâteau obtenu à l'issue de l'étape de

6

compactage (ou de l'éventuelle étape d'émottage telle qu'indiquée ci-dessous). L'opération de délitage est une opération de fluidification ou liquéfaction, dans laquelle le gâteau est rendu liquide, la silice précipitée se retrouvant en suspension. En général, cette opération permet notamment d'abaisser la viscosité de la suspension à sécher ultérieurement. Cette opération peut être ainsi réalisée en soumettant le gâteau à une action chimique, par exemple par addition d'un composé de l'aluminium tel que de l'aluminate de sodium, et/ou d'acide, de préférence couplée à une action mécanique (par exemple par passage dans un bac agité en continu ou dans un broyeur de type colloïdal). L'étape de séchage est alors généralement effectuée par atomisation. A cet effet, on peut utiliser tout type d'atomiseur convenable, notamment un atomiseur à turbines, de préférence un atomiseur à buses, à pression liquide ou à deux fluides. Plus particulièrement, la silice précipitée susceptible d'être alors obtenue se présente sous forme de billes sensiblement sphériques (microperles), de préférence de taille moyenne d'au moins 80 µm.

Selon une variante de mise en oeuvre, le procédé de l'invention peut comprendre une étape d'émottage entre l'étape de compactage et l'étape de séchage (ou l'éventuelle étape de délitage).

Cette étape facultative consiste à émietter le gâteau issu de l'étape de compactage et permet de diminuer la granulométrie dudit gâteau. Par exemple, cette étape peut être mise en oeuvre avec un Nibleur de Gericke, dans lequel le gâteau est forcé au travers d'une grille de diamètre inférieur à 20 mm, de préférence de taille comprise entre 2 et 14 mm. Cette étape d'émottage peut aussi être effectuée par des outils de Wyssmont tels que le "*Rotocage Lumpbreaker*", le "*double Rotocage Lumpbreaker*" ou le "*Triskelion Lumpbreaker*".

De préférence, en particulier lorsque le procédé selon l'invention ne comprend ni étape de délitage ni étape de séchage par atomisation, la silice précipitée obtenue à l'issue de l'étape de séchage se présente sous forme de granulés (par exemples sensiblement cylindriques) ou de poudre.

Dans tous les cas, à l'issue de l'étape de séchage, on peut éventuellement procéder à une étape de broyage sur le produit récupéré.

De même, le produit séché, notamment lorsqu'il se présente sous forme de poudre, ou broyé peut éventuellement être soumis à une étape d'agglomération, qui consiste par exemple en une compression directe, une granulation voie humide (c'est-à-dire avec utilisation d'un liant tel que eau, suspension de silice...), une

extrusion ou, de préférence, un compactage à sec. Lorsque l'on met en œuvre cette dernière technique, il peut s'avérer opportun, avant de procéder au compactage, de désaérer (opération appelée également pré-densification ou dégazage) les produits pulvérulents de manière à éliminer l'air inclus dans ceux-ci et assurer un compactage plus régulier. La silice précipitée susceptible d'être obtenue à l'issue de cette étape d'agglomération se présente généralement sous forme de granulés.

En général, lorsque la silice précipitée obtenue par le procédé selon l'invention se présente sous forme de granulés, notamment à l'issue de l'étape de séchage, ceux-ci ont une taille d'au moins 1 mm, en particulier comprise entre 1 et 10 mm, par exemple entre 1 et 8 mm, notamment selon l'axe de leur plus grande dimension, et de préférence un taux de particules de taille inférieure à 75 µm inférieur à 5 % en poids.

Lorsque la silice précipitée obtenue par le procédé selon l'invention se présente sous forme de poudre, celle-ci a généralement une taille moyenne comprise entre 5 et 60 µm.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée.

EXEMPLES

Exemple 1 (référence)

La suspension de silice précipitée utilisée (S) est un slurry (bouillie) de silice Z1165MP, issu d'une réaction de précipitation, présentant les caractéristiques suivantes :

Température : 60 °C

pH : 4,4 - 5,2

Humidité : 90 %

La suspension de silice S est filtrée et lavée sur un filtre-presse puis est soumise à un compactage à une pression de 8 bars sur le même filtre. Le gâteau de silice qui en résulte présente un extrait sec de 23,5 % en poids.

Le gâteau de silice est ensuite émotté par un passage dans un Nibleur (Gericke) équipé d'une grille de 8 mm.

Le gâteau de silice émotté est ensuite alimenté dans un sécheur de type "Ring Dryer" (sécheur à anneau GEA Barr Rosin) par une bande transporteuse à 8 kg/h.

8

La température d'entrée du sécheur est fixée à 305 °C et la température de sortie à 130 °C.

Le produit en sortie est une silice précipitée sous forme de poudre d'humidité égale à 6,4 %.

5

10

La silice précipitée obtenue présente une distribution poreuse telle que son rapport de volume poreux V_2/V_1 (volume poreux constitué par les pores de diamètres compris entre 175 et 275 Å / volume poreux constitué par les pores de diamètres inférieurs ou égaux à 400 Å, les volumes poreux étant mesurés par porosimétrie au mercure, les diamètres de pores étant calculés par la relation de Washburn avec un angle de contact θ égal à 130 ° et une tension superficielle γ égale à 484 Dynes/cm ou N/m (porosimètre Micromeritics Autopore IV 9500)) est de 54 %.

15

Exemple 2 (selon l'invention)

La suspension de silice précipitée S est filtrée et lavée de la même façon que dans l'exemple 1.

20

En fin de lavage, un compactage à une pression de 25 bars par gonflement des membranes des plateaux membranés du filtre-presse est appliqué au gâteau. Le gâteau de silice obtenu présente un extrait sec de 30 % en poids.

25

Le gâteau de silice est ensuite émotté par un passage dans un Nibleur (Gericke) équipé d'une grille de 8 mm.

Le gâteau de silice émotté est ensuite alimenté dans un sécheur de type "Ring Dryer" (GEA Barr Rosin) par une bande transporteuse à 9 kg/h. La température d'entrée du sécheur est fixée à 300 °C et la température de sortie à 131 °C.

Le produit en sortie est une silice précipitée sous forme de poudre d'humidité égale à 7,1%.

30

On constate un gain en consommation énergétique de 29 % et un gain de productivité associé de 39 % par rapport à l'exemple 1.

35

En plus de présenter un rapport de volume poreux V_2/V_1 (56 %) proche de celui de la silice précipitée obtenue dans l'exemple 1, la silice précipitée présente également une dispersibilité similaire à cette dernière.

Le procédé selon l'invention comprenant ici une étape de compactage à une pression de 25 bars permet de réaliser des économies d'énergie et d'augmenter la productivité au séchage.

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation de silice précipitée comprenant la réaction d'un silicate avec un agent acidifiant pour obtenir une suspension de silice précipitée, suivie d'une étape de séparation pour obtenir un gâteau et d'une étape de séchage dudit gâteau, procédé dans lequel une étape de compactage dudit gâteau à une pression supérieure à 10 bars est effectuée entre l'étape de séparation et l'étape de séchage.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape de compactage est effectuée à une pression supérieure à 10 bars et inférieure à 60 bars, de préférence comprise entre 15 et 45 bars.

3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel l'étape de compactage est effectuée à une pression d'au moins 20 bars, de préférence comprise entre 20 et 35 bars.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le produit obtenu à l'issue de l'étape de compactage présente un taux de matières sèches d'au moins 25 % en poids, de préférence entre 25 et 40 % en poids, en particulier entre 25 et 35 % en poids.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3, dans lequel le produit obtenu à l'issue de l'étape de compactage présente un taux de matières sèches d'au moins 28 % en poids, de préférence compris entre 28 et 35 % en poids, par exemple entre 29 et 32 % en poids.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5, dans lequel l'étape de compactage est effectuée sur un filtre équipé d'un moyen de compactage.

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6, ne comprenant pas d'étape de délitage.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7, dans lequel l'étape de séchage n'est pas effectuée par atomisation.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8, dans lequel une étape d'émottage est effectuée entre l'étape de compactage et l'étape de séchage.

5 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel l'étape de séparation consiste en une étape de filtration, le cas échéant suivie d'une étape de lavage.

10 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10, dans lequel le produit issu de l'étape de séchage est soumis à une étape de broyage.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11, dans lequel le produit issu de l'étape de séchage ou issu de l'éventuelle étape de broyage est soumis à une étape d'agglomération.