(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
23 novembre 2006 (23.11.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/123037 A1

(51) Classification internationale des brevets :
G01N 15/02 (2006.01) *B07B 1/22* (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2006/001063

(22) Date de dépôt international : 12 mai 2006 (12.05.2006)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0504917 17 mai 2005 (17.05.2005) FR

(71) Déposant *(pour tous les États désignés sauf US)* : **OMYA S.A.S.** [FR/FR]; 35 Quai André Citroën, F-75725 Paris Cedex 15 (FR).

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant *(pour US seulement)* : **FAVARIO, Jérôme** [FR/FR]; 19, rue Charles Peguy, F-55140 Vaucouleurs (FR).

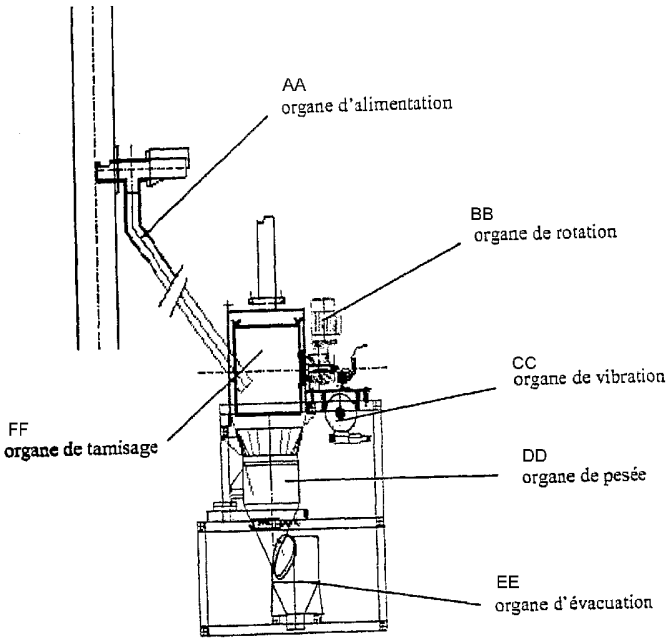
(74) Mandataire : **HESSANT, Eric**; Pour OMYA S.A.S. chez COATEX S.A.S., 35, rue Ampère, Z.I. Lyon Nord, F-69730 Genay (FR).

(81) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible)* : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK,

[Suite sur la page suivante]

(54) **Title:** DEVICE FOR DETERMINING POWDER PARTICLE SIZE DISTRIBUTION AND USES THEREOF

(54) **Titre :** DISPOSITIF DE CARACTERISATION DE LA GRANULOMETRIE DE POUDRES ET SES UTILISATIONS



AA FEED ELEMENT
BB ROTATION ELEMENT
CC VIBRATION ELEMENT
DD SIEVING ELEMENT
EE WEIGHING ELEMENT
FF RELEASE ELEMENT

(57) Abstract: The invention relates to a device for determining the particle size distribution of powders, comprising a feed element, a release element, a weighing element, a continuous vibration element, a sieving element and, optionally, a control element. The invention is characterised in that the sieving element comprises an element which rotates around a horizontal axis and which has at least three positions corresponding to two different mesh sieves and an area for releasing the coarsest particles (i.e. particles that have not passed through the largest mesh sieve). The invention also relates to the use of one such device for determining the particle size distribution of powders and, in particular, for the in-line determination thereof, i.e. during the production process.

(57) Abrégé : L'invention est un dispositif de caractérisation de la granulométrie de poudres comportant un organe d'alimentation, un organe d'évacuation, un organe de pesée, un organe de vibration continue, un organe de tamisage, ainsi qu'éventuellement un organe de pilotage, et caractérisé en ce que l'organe de tamisage est un organe rotatif autour d'un axe horizontal, et dispose d'au moins 3 positions correspondant à 2 tamis de maillage différent et 1 espace de libération des particules les plus grossières (particules n'ayant pas traversées le tamis de maillage le plus grand). Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un tel dispositif pour la caractérisation de la granulométrie de poudres, et notamment leur caractérisation

[Suite sur la page suivante]

WO 2006/123037 A1

SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés *(sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible)* **:** ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— *avec rapport de recherche internationale*

— *avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si des modifications sont reçues*

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

DISPOSITIF DE CARACTERISATION DE LA GRANULOMETRIE DE POUDRES ET SES UTILISATIONS

L'invention concerne le secteur des dispositifs et appareillages permettant la détermination de la granulométrie des poudres, cette caractérisation pouvant notamment être réalisée en ligne, c'est-à-dire au cours du procédé de fabrication desdites poudres.

Les poudres concernées sont plus particulièrement des poudres sèches, c'est-à-dire des poudres présentant un taux d'humidité inférieur à 3 % en masse d'eau, tel que déterminé par des mesures de pesées différentielles avant et après séchage desdites poudres.

Les poudres concernées sont aussi les poudres ayant une étendue granulométrique large, c'est-à-dire dont le diamètre moyen est compris entre 0,1 et 5 mm.

Les poudres concernées sont encore plus particulièrement des poudres à base de cristaux de sucre, des poudres lessivières, des poudres de céramiques, des poudres plastiques, des poudres métalliques, ou encore des poudres constituées de matières minérales, et encore plus particulièrement des poudres de matières minérales à base de carbonate de calcium naturel ou précipité et / ou de dolomies, et de manière encore plus particulière des poudres de matières minérales à base d'un carbonate de calcium naturel qui est du marbre ou du calcaire ou leurs mélanges.

Un premier objet de l'invention est un dispositif de caractérisation de la granulométrie de poudres comportant un organe d'alimentation, un organe d'évacuation, un organe de pesée, un organe de vibration continue, un organe de tamisage, ainsi qu'éventuellement un organe de pilotage, et caractérisé en ce que l'organe de tamisage est un organe rotatif autour d'un axe horizontal, et dispose d'au moins 3 positions correspondant à 2 tamis de maillage différent et 1 espace de libération des particules les plus grossières (particules n'ayant pas traversées le tamis de maillage le plus grand).

Un autre objet de l'invention est l'utilisation d'un tel dispositif pour la caractérisation de la granulométrie de poudres, et notamment leur caractérisation en ligne c'est-à-dire au cours de leur processus de fabrication.

Il s'agit notamment de poudres sèches, c'est-à-dire de poudres dont le taux d'humidité est inférieur à 5 % en masse d'eau, tel que déterminé par des mesures de pesées différentielles, avant et après séchage de ladite poudre.

Il s'agit également de poudres ayant une étendue granulométrique large, c'est-à-dire dont le diamètre moyen est compris entre 0,1 et 5 mm.

Il s'agit enfin de poudres à base de cristaux de sucre, de poudres lessivières, de poudres céramiques, de poudres plastiques, de poudres métalliques, ou encore de poudres constituées de matières minérales, et encore plus particulièrement de poudres de matières minérales à base de carbonate de calcium naturel ou précipité et / ou de dolomies, et de manière encore plus particulière de poudres de matières minérales à base d'un carbonate de calcium naturel qui est du marbre ou du calcaire ou leurs mélanges.

Un premier but de l'invention est un dispositif permettant la caractérisation éventuellement en ligne de la granulométrie de diverses poudres, telles que notamment des poudres sèches telles que définies plus haut, ayant une granulométrie large telle qu'également définie ci-dessus, et notamment de poudres à base de cristaux de sucre, de poudres lessivières, de poudres céramiques, de poudres plastiques, de poudres métalliques, ou encore de poudres constituées de matières minérales, et encore plus particulièrement de poudres de matières minérales à base de carbonate de calcium naturel ou précipité et / ou de dolomies, et de manière encore plus particulière de poudres à base d'un carbonate de calcium naturel qui est du marbre ou du calcaire ou leurs mélanges.

Par caractérisation en ligne de la granulométrie, la Demanderesse entend le contrôle de la granulométrie au cours du procédé de fabrication desdites poudres, et notamment au cours du procédé de réduction granulométrique desdites poudres lorsqu'il s'agit de poudres composées de matières minérales.

Un autre but de l'invention est un dispositif permettant de caractériser en une seule fois différentes classes granulométriques pour les poudres susmentionnées.

Enfin, un dernier but de l'invention est un dispositif simple à mettre en œuvre au niveau d'un site de fabrication desdites poudres, et compatible avec les contraintes indutrielles d'un tel site.

Dans le domaine des poudres, le contrôle de la granulométrie de celles-ci est un élément fondamental pour l'homme du métier, ingénieur généraliste en procédés industriels et spécialisé dans les techniques relatives aux matériaux pulvérulents. Ce contrôle lui permet en effet d'apprécier la qualité du produit fabriqué au cours des différentes étapes de réduction granulométrique dans le cadre de poudres de matières minérales. Dans le domaine plus général des poudres sèches, et notamment des poudres de matières minérales, des poudres plastiques, métalliques, céramiques ou lessivières, et des sucres, un tel contrôle permet aussi à l'homme du métier de s'assurer de l'efficacité de son procédé de fabrication, tout en garantissant au client final des spécifications précises en matières de finesse et de taille des particules.

Dans le domaine du sucre, il est en effet bien connu que la distribution de taille des cristaux individuels influence la dissolution dans l'eau du morceau de sucre formé desdits cristaux, tel que décrit dans "Dissolution of sugar" (Zuckerindustrie Berlin 1990, 115 (4), pp 250-60).

Il en est de même pour les pastilles de lessive dont la solubilité dans l'eau est entre autres gouvernée par la distribution de taille des particules individuelles qui les constituent, ce même facteur influençant aussi la coulabilité desdites poudres, tel que l'enseigne le document "Production of a granulated laundry detergent using pneumatic nozzles" (Inzynieria i Aparatura Chemiczna (1996), 35 (3), pp 15-18).

Dans le domaine des céramiques, il est aussi bien connu que la distribution granulométrique d'une poudre de carbonate de calcium peut avoir une influence sur les propriétés de coulabilité de ladite poudre, ou encore sur le séchage des matériaux céramiques contenant ladite poudre, tel qu'indiqué dans "Influence of mean particle size on drying-shrinkage behaviour of calcium carbonate slip cast bodies" (Proceedings of the China International Conference on High-Performance Ceramics, 1st, Beijing, China, Oct. 31-Nov. 3, 1998 (1999), Meeting Date 1998, pp 181-184).

Dans le secteur des poudres utilisées dans les industries plastiques, il est également bien connu que cette répartition granulométrique joue un rôle très important sur la coulabilité desdites poudres. Il en va de même dans pour les poudres métalliques.

Enfin, dans l'industrie minéralière, il est bien connu que cette même distribution granulométrique des poudres est un facteur primordial pouvant influencer de nombreuses propriétés du produit final contenant lesdites poudres, notamment à base de carbonate de calcium. De nombreux travaux relient en effet cette distribution de tailles de particules à la dissolution du carbonate de calcium ("Dissolution kinetics of $CaCO_3$ in powder form and influence of particle size and pretreatment on the course of dissolution", Industrial & Engineering Chemistry Research (1996), 35 (2), pp 465-74), aux propriétés mécaniques de compositions plastiques contenant du carbonate de calcium ("Effect of $CaCO_3$ particle size grading on rheological property of polypropylene", Feijinshukuang (2001), 24 (2), pp 13-14), aux propriétés optiques de feuilles de papier fabriquées avec des sauces de couchage contenant du carbonate de calcium ("Effect which the particle size of ground calcium carbonate exerts on color rheology and coated paper property", Kami Pa Gikyoshi (1999), 53 (9), pp 1174-1178), ou encore à la structure de films de peinture contenant du carbonate de calcium ("The influence of particle size distribution of natural calcium carbonate on the structure of a paint film using mercury porosimetry", Double Liaison - Chimie des Peintures (1986), 33(372), pp 25-37, VIII-XVIII).

En vue de réaliser le contrôle de la granulométrie desdites poudres, notamment dans l'industrie minéralière, l'homme du métier doit donc disposer d'un dispositif :

- facile à installer dans son procédé de fabrication et simple d'emploi,
- utilisable en ligne dans le procédé de réduction granulométrique desdites matières minérales (afin de contrôler la finesse de celles-ci en un point donné de ce procédé - typiquement en sortie d'un appareil de broyage et / ou de sélection),
- compatible avec les contraintes industrielles d'un site de production (telles que les vibrations liées à l'utilisation de broyeurs, les chocs inhérents au déplacement de divers matériels, une atmosphère souvent chargée en particules pulvérulentes,...).

En vue de caractériser la granulométrie de diverses poudres, il est bien connu, tout au moins à l'échelle du laboratoire, d'utiliser des techniques telles que la Microscopie

Electronique par Transmission, par Diffusion, des méthodes basées sur l'adsorption gazeuse, des moyens optiques reposant sur la diffraction des rayons X, la Microscopie Optique traditionnelle, ou encore des technologies laser. Ainsi, le document "Comparison of various particle sizing techniques" (Journal of Wuhan University of Technology, Materials Science Edition, 2000, 15 (2), pp 7-14) fait-il état de l'utilisation de ces techniques en vue de mesurer les dimensions caractéristiques de poudres d'oxyde d'aluminium dans le domaine de la céramique.

A titre d'exemples d'appareillages commerciaux utilisables pour déterminer la répartition granulométrique de poudres, et utilisant certaines des techniques précédemment mentionnées, la Demanderesse peut citer la gamme des granulomètres laser de laboratoire Mastersizer™ fabriqués par la société Malvern™, la gamme des granulomètres laser en ligne Insitec™ fabriqués par la même société, et les appareils du type Sedigraph™ fabriqués par la société Micromeritics dont la technologie repose sur la diffraction des rayons X.

Ainsi, dans les domaines concernés par la présente invention, le document "Alcoholic crystallisation of sucrose" (Thèse, University of Queensland, Department of chemical engineering, 1E0406/7, 2000) rapporte-t-il l'utilisation d'un granulomètre Masteriszer™ en vue de déterminer la taille de cristaux de sucre. Ce même appareillage a été utilisé avec succès pour la détermination de la granulométrie de matériaux plastiques, tel que décrit dans "Physical properties and compact analysis of commonly used direct compression binders" (AAPS PharmSciTech. 2003, 4(4), article 62). De même, "Colloidal processing of hydroxyapatite" (Biomaterials, 22, 2001, pp 1847-1852) relate la mise en œuvre d'un appareil du type Sedigraph™ 5100, pour déterminer la répartition granulométrique de poudres d'hydroxyapatite utilisées dans la fabrication de matériaux céramiques.

Il est également connu d'utiliser dans le domaine général des poudres, des dispositifs de mesure granulométrique basés sur une analyse d'images réalisées au moyen de caméras. L'homme du métier connaît dans ce domaine des appareillages du nom de Camsizer™ commercialisé par la société Retsch Technology™, de CPA™ commercialisé par la

société Haver and Boecker™, ou encore Part An™ commercialisé par la société Norske Hydro™.

Toutefois, de tels dispositifs présentent un certain nombre d'inconvénients. Leur étendue de mesure granulométrique est, selon les dispositifs, étroite (quelques dizaines de micromètres) et généralement inférieure au millimètre. Ainsi, ces appareillages de précision s'accommodent mal des vibrations inhérentes à la présence de certains équipements, tels que des broyeurs qu'on rencontre fréquemment dans l'industrie minéralière. Ces vibrations perturbent également les dispositifs dont l'étendue de mesure granulométrique est plus large, comme les systèmes optiques par analyse d'image, qui, du fait de leur profondeur de champ trop faible, ne permettent pas d'obtenir une qualité d'image nécessaire et suffisante à la caractérisation des poudres suscitées sauf en utilisant des technologies micrométriques de mise au point de l'image, inutilisables dans un environnement industriel contraignant (vibrations...). De plus, nombre de dispositifs sont relativement onéreux ; ils s'appuient sur des techniques nécessitant une préparation souvent longue et minutieuse des échantillons à analyser, dans des conditions rigoureuses de propreté qu'il est parfois difficile d'obtenir dans le cas d'une unité de fabrication de matières minérales (existence de matières pulvérulentes dans l'atmosphère). Par ailleurs, certaines technologies ne permettent de caractériser que de très faibles quantités de poudre (quelques grammes), ce qui pose le problème de la représentativité des échantillons par rapport aux capacités réelles de production de la plupart des outils industriels. Enfin, ces dispositifs de mesure -en tant que tels- devraient subir de nombreuses modifications afin d'être utilisés en un point précis du procédé de fabrication, pour réaliser la mesure en ligne de la granulométrie des poudres fabriquées, ce qui constitue l'exigence majeure pour l'homme du métier.

Aussi, l'homme du métier préfère opter pour des appareillages de caractérisation basés sur une sélection des particules en fonction de leur taille, à partir de dispositifs mécaniques.

Parmi eux, on distingue notamment ceux qui s'appuyent sur un ressort oscillant, entrainant entre ses spires les particules de poudre à analyser ; en fonction de l'amplitude d'oscillation du ressort, les spires s'écartent les unes d'entre elles, libérant

ainsi une population donnée de tailles de particules ; un tel dispositif est décrit dans le document US 6 829 955.

On distingue aussi les dispositifs reposant sur des tamis tournants et / ou vibrants, de différentes géométries. Ainsi, le document US 4 184 944 décrit-il un dispositif de tamis cylindrique, tournant autour de son axe horizontal de façon continue, et permettant de réaliser le tamisage de poudres sèches ou humides à travers le tamis qui enrobe ledit cylindre. Parallèlement, le document EP 1 163 958 présente un appareillage cylindrique tournant sur son axe horizontal de façon continue, ledit mouvement horizontal étant complété par un mouvement de vibration induit sur le tamis qui forme le cylindre : cet appareil est tout particulièrement destiné au tamisage de matériaux à base de glaise. De manière générale, la Demanderesse indique que l'utilisation de cages cylindriques recouvertes d'un tamis, animées d'un mouvement de rotation et / ou de vibration, permettant ainsi le tamisage de particules minérales, sont des moyens bien connus de l'homme du métier. D'autre part, en complément des dispositifs précités, il est courant de réaliser des pesées des matériaux ainsi tamisés, ce qui permet d'obtenir une proportion massique des particules dont le diamètre est inférieur à la maille du tamis utilisé. Toutefois, ces dispositifs ne donnent pas satisfaction à l'homme du métier puisqu'ils sont utilisés de façon industrielle pour séparer des matériaux de natures différentes et / ou laver des matériaux pollués par des particules de granulométrie très différentes. Ils ne sont donc pas destinés à la caractérisation des poudres. Ces dispositifs sont, de plus, équipés d'un seul type de tamis recouvrant l'ensemble de leur circonférence, permettant éventuellement de ne caractériser qu'une seule classe granulométrique de particules.

Poursuivant ses recherches, la Demanderesse a mis au point un dispositif nouveau répondant aux attentes de l'homme du métier. En premier lieu, ledit dispositif ne comporte pas les inconvénients des méthodes de laboratoire évoquées plus haut, puisqu'il est peu coûteux à fabriquer, simple à intégrer et à utiliser et que les conditions de sa mise en œuvre sont parfaitement compatibles avec l'environnement industriel dans lequel il est utilisé (atmosphère riche en matières pulvérulentes, chocs, vibrations,...). Ensuite, contrairement aux autres dispositifs mécaniques de l'art antérieur, il permet en une seule fois (sans changement de tamis ou interruption du cycle

de mesure) de caractériser plusieurs classes granulométriques de particules. Enfin, sa simplicité le rend parfaitement adaptable en un point quelconque du procédé de fabrication de matières minérales, permettant ainsi un contrôle en ligne de la granulométrie desdites particules, ce qui est l'objectif essentiel pour l'homme du métier.

Ainsi, le premier objet de l'invention est donc un dispositif comportant :

- un organe d'alimentation,
- un organe d'évacuation,
- un organe de pesée,
- un organe de vibration continue,
- un organe de tamisage,
- et éventuellement un organe de pilotage,

ledit dispositif étant caractérisé en ce que l'organe de tamisage :

- est un organe rotatif autour d'un axe horizontal,
- et dispose d'au moins 3 positions correspondant à 2 tamis de maillage différent et 1 espace de libération des particules les plus grossières (particules n'ayant pas traversé le tamis de maillage le plus grand),

permettant ainsi un tamisage de la poudre par paliers, au fil des positions successives prises par ledit organe autour de son axe.

Les organes d'alimentation, d'évacuation, de pesée et de vibration continue peuvent être réalisés selon toutes les formes et tous les moyens bien connus de l'homme du métier.

Il en va de même pour l'organe de tamisage, pour peu qu'il soit rotatif autour d'un axe horizontal, et comporte au moins 3 positions correspondant à 2 tamis de maillage différent et 1 espace de libération des particules les plus grossières.

Cet organe de tamisage est caractérisé en ce qu'il peut être réalisé selon différentes formes telles que cylindrique, ou polygonale.

Le dispositif objet de l'invention peut donc éventuellement contenir un organe de pilotage, dont la fonction est de contrôler les autres organes. Ledit organe de pilotage peut être embarqué ou déporté. Il peut s'agir d'un ordinateur, d'un automate programmable, ou de tout autre organe de pilotage bien connu de l'homme du métier.

Ensuite, un autre objet de l'invention est l'utilisation du dispositif précédemment décrit pour la détermination de la granulométrie de poudres.

Cette utilisation est caractérisée en ce qu'elle s'applique à des poudres sèches, c'est-à-dire des poudres dont le taux d'humidité est inférieur à 5 % en masse d'eau, et préférentiellement inférieur à 2 % en masse d'eau, et très préférentiellement inférieur à 1 % en masse d'eau, tel que déterminé par des pesées différentielles, avant et après séchage de ladite poudre.

Cette utilisation est aussi caractérisée en ce qu'elle s'applique à des poudres ayant une étendue granulométrique, telle que le diamètre moyen desdites poudres soit compris entre 0,1 et 5 mm, et préférentiellement entre 0,2 et 2 mm.

Cette utilisation est aussi caractérisée en ce que les poudres concernées sont plus particulièrement des poudres à base de cristaux de sucre, des poudres lessivières, des poudres céramiques, des poudres plastiques, des poudres métalliques, ou encore des poudres constituées de matières minérales, et encore plus particulièrement des poudres de matières minérales à base de carbonate de calcium naturel ou précipité et / ou de dolomies, et de manière encore plus particulière des poudres de matières minérales à base d'un carbonate de calcium naturel qui est du marbre ou du calcaire ou leurs mélanges.

L'utilisation du dispositif selon l'invention est avant tout caractérisée en ce qu'elle permet la détermination de la granulométrie de poudres au moyen des différentes positions successives prises par l'organe de tamisage autour de son axe horizontal.

Cette utilisation est aussi caractérisée en ce qu'elle permet la détermination de la granulométrie de poudres en ligne, c'est-à-dire au cours de leur processus de fabrication.
Cette utilisation est enfin caractérisée en ce qu'elle permet la détermination d'au moins une classe granulométrique en un seul cycle de mesure.
Ces différents modes d'utilisation du dispositif selon l'invention sont explicités dans la suite de la demande, ainsi qu'au moyen des figures qu'on trouvera à la fin dudit document.

La figure 1 représente une vue générale du dispositif et de ses 6 organes caractéristiques.

La figure 2 représente une vue de côté du dispositif illustrant les organes de tamisage, d'évacuation et de pesée.

La figure 3 représente l'organe de tamisage cylindrique équipé de différents tamis :

- la représentation de gauche correspondant à la vue de droite du rotor, avec cadres et écrous à oreilles,
- la représentation au centre correspondant au rotor vu de face,
- la représentation de droite correspondant à la vue de gauche du rotor, avec cadres et écrous à oreilles.

La figure 4 représente de manière schématique le cycle de caractérisation d'une poudre, lorsque le dispositif selon l'invention comporte un organe de tamisage cylindrique, muni de 2 tamis, et d'un espace d'évacuation :

- la représentation du haut représente ledit organe de tamisage, avec son espace de libération en haut, son tamis le plus fin en bas, et son tamis le plus large à droite,
- la représentation du bas est celle du dispositif selon l'invention en train de caractériser une poudre, dans 3 positions :
  - en position 1 (vue de gauche) le tamis le plus fin du dispositif étant orienté vers le bas,
  - en position 2 (vue centrale) le tamis le plus large étant orienté vers le bas,
  - en position 3 (vue de droite) l'espace d'évacuation étant orienté vers le bas.

Selon le mode de fonctionnement automatique du dispositif, celui-ci est raccordé par son organe d'alimentation à un tuyau de l'unité de fabrication dans lequel circule la matière minérale à analyser. De manière préférentielle, l'organe d'alimentation est muni d'un dispositif de prélèvement automatique de la poudre par piston, ou par vis ou par tout autre moyen bien connu de l'homme du métier, qui lui permet de se refermer lorsqu'une quantité donnée de poudre a pénétré au sein de l'organe de tamisage, cette quantité pouvant être réglée par l'utilisateur en modifiant le nombre de prélèvements à effectuer. L'organe de tamisage, qui dispose d'au moins 2 tamis de maillage différent, a été préalablement positionné de manière à ce que le tamis correspondant au maillage le plus fin soit situé vers le bas, juste au-dessus de l'organe de pesée : la poudre arrive donc directement sur ce tamis (qui sera par la suite dénommé premier tamis).

La poudre ayant pénétré dans l'organe de tamisage, les particules dont le diamètre est inférieur à celui du premier tamis tombent dans l'organe de pesée où une balance automatique mesure la masse de particules correspondantes. Une fois la masse de particules stabilisée et enregistrée, l'organe de tamisage effectue une rotation (à l'aide de l'organe de rotation) autour de son axe de manière à placer vers le bas le tamis (second tamis) dont le maillage est supérieur à celui du premier tamis. Les particules restées dans le cylindre, sur le premier tamis avant la rotation, se retrouvent alors sur ce second tamis. Les particules dont la taille est inférieure à la maille du second tamis se déversent dans l'organe de pesée. Une fois la masse des particules stabilisée et enregistrée, l'organe de tamisage se positionne de telle sorte que l'espace de libération des particules les plus grossières soit en position basse (dernière position) de façon à récupérer après rotation, les dernières particules restées dans le cylindre sur le tamis de maillage le plus grand. Cela permet d'obtenir le poids total de l'échantillon prélevé en début de cycle.

De cette manière, grâce aux positions successives prises par l'organe de tamisage autour de son axe horizontal, les particules sont amenées sur des tamis au maillage de plus en plus large : on réalise ainsi une classification des particules en fonction de leur taille. Le système de pesée associé au dispositif permet de mesurer les masses de particules dont le diamètre est inférieur au maillage de chacun des tamis : on obtient ainsi, en reportant chaque masse de particules en fonction du poids total de l'échantillon, une répartition granulométrique des particules. Les résultats obtenus peuvent être exprimés en "passant" (pourcentage des particules traversant les tamis), en "refus" (pourcentage des particules restant dans les tamis, c'est à dire l'inverse du "passant") ou selon tout autre moyen d'expression de ce type de résultats. En fin de cycle de caractérisation de l'échantillon prélevé, ce dernier est renvoyé dans le cycle de fabrication au cours d'une opération de nettoyage automatique de l'invention (opération dite de "backflush"). Cette étape de nettoyage a pour but d'évacuer la poudre présente dans l'organe de pesée, de nettoyer les tamis de l'organe de tamisage, de dépoussiérer le dispositif dans son ensemble et de réinitialiser l'appareillage (position d'origine pour les mises en route et / ou initialisations suite à une éventuelle défaillance de l'invention, ou position d'attente de départ d'un nouveau cycle durant l'utilisation de l'invention).

Elle consiste en :

- l'ouverture de l'organe de pesée,

- la rotation sur un ou plusieurs tours de l'organe de tamisage,
- la projection d'air comprimé sur les tamis de rotation,
- l'aspiration des poussières soulevées par l'air comprimé,
- la mise en position initiale du dispositif.

Durant l'opération de nettoyage, l'échantillon analysé retourne dans le process via l'organe d'évacuation. En fin de nettoyage, un nouveau cycle de caractérisation peut alors commencer.

Ce cycle est illustré, de manière très schématique, sur la figure 4, dans le cadre d'un organe de tamisage cylindrique, muni de 2 tamis, et d'un espace d'évacuation.
En position 1, les particules dont le diamètre est inférieur au premier tamis s'écoulent vers le bas (cet écoulement est symbolisé par la flèche verticale) en direction de l'organe de pesée (non représenté).

Puis, après une rotation autour de son axe selon la position 2, l'organe de rotation place le tamis de maillage plus large vers le bas. Les particules dont le diamètre est inférieur à ce second tamis s'écoulent alors vers le bas.

Enfin, après une dernière rotation, l'organe de rotation se place de telle manière à ce que l'espace de libération soit positionné vers le bas ; les particules restées dans le cylindre s'évacuent donc vers le bas.

Le nombre de tamis, le temps de passage des particules sur chacun d'eux, la masse totale des particules introduites initialement dans l'organe de tamisage sont autant de paramètres que l'homme du métier saura adapter à la nature des poudres qu'il souhaite caractériser.

En plus de la répartition des particules en fonction de leur granulométrie, l'invention permet, au cours d'un cycle simplifié utilisant uniquement le tamis de maillage le plus grand et la position de libération des particules les plus grossières, d'identifier une pollution éventuelle de la poudre analysée par des particules de diamètres trop importants et ne devant pas être présentes dans la susdite poudre. Ces particules de

diamètre trop important sont généralement présentes en faibles quantités, d'où le besoin d'utiliser un cycle simplifié, autorisant le prélèvement d'un échantillon de masse importante en comparaison à la masse de l'échantillon analysé lors du cycle complet.

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

Exemple 1

Cet exemple illustre la mise en œuvre de l'invention pour la caractérisation granulométrique d'une poudre qui est du carbonate de calcium fabriqué par la société OMYA™ dans son usine de Salses (France) et commercialisé par la suite sous le nom de Durcal™ 130.

Pour ce faire, on a équipé le dispositif selon l'invention de 4 tamis dont les mailles sont égales à 100 µm, 250 µm, 355 µm et 500 µm, répondant aux besoins d'analyses de la susdites poudre (spécifications qualitatives client...). Les temps de passage de la poudre sur chacun des tamis sont respectivement égaux à 06:00 minutes, 07:30 minutes, 04:00 minutes, 00:30 minutes et enfin de 00:25 minutes sur la position de libération des particules les plus grossières.

Les résultats correspondants, exprimés en pourcentage de particules dont le diamètre est supérieur à la maille de chaque tamis (dénommé refus) sont indiqués dans le tableau 1.

Refus à 100 µm (%)	**Refus à 250 µm (%)**	**Refus à 355 µm (%)**	**Refus à 500 µm (%)**
82,09	30,55	0,55	0
78,76	29,39	0,39	0
79,35	28,47	0,29	0
81,15	29,54	0,39	0
81,06	30,21	0,19	0
78,37	27,16	0,3	0
79,82	27,63	0,1	0

Tableau 1 : refus à 100 µm, 250 µm, 355 µm et 500 µm, déterminés à partir du dispositif selon l'invention, sur une poudre sèche de carbonate de calcium (Durcal™ 130 commercialisé par la société OMYA™)

Le tableau 1 démontre donc qu'il est possible, au moyen du dispositif selon l'invention, d'obtenir la répartition granulométrique d'une poudre telle que du carbonate de calcium.

Exemple 2

Cet exemple a pour objet de démontrer la fiabilité du dispositif selon l'invention, en illustrant la corrélation entre les mesures qu'il effectue, et les mesures réalisées manuellement dans le laboratoire sur les mêmes échantillons.

Cet exemple met en œuvre une poudre qui est du carbonate de calcium fabriqué par la société OMYA™ dans son usine Salses (France) et commercialisé par la suite sous le nom de Durcal™ 130.

Différents échantillons de ladite poudre ont été analysés par le dispositif selon l'invention, dans les mêmes conditions que celles décrites pour l'exemple 1.
Parallèlement, ces échantillons ont été tamisés manuellement, à travers un tamis de 100 µm et un autres tamis de 250 µm.

Les figures 5 et 6, à la fin de ce document, représentent la valeur du refus mesuré selon le test manuel de laboratoire (axe des ordonnées ou axe des y) en fonction du refus mesuré selon l'invention (axe des abscisses ou axe des x), respectivement :

- à 100 µm (figure 5 où est représentée la droite de régression linéaire d'équation $y = 1,0018\ x$ et de coefficient de régression égal à 0,9751)
- et à 250 µm (figure 6 où est représentée la droite de régression linéaire d'équation $y = 1,1437\ x$ et de coefficient de régression égal à 0,9856).

La lecture des figures 5 et 6 démontre l'excellente corrélation entres les mesures réalisées manuellement à 100 et 250 µm, et celles obtenues directement par le dispositif selon l'invention sur les mêmes échantillons (cette corrélation est bien entendu possible pour des produits autres que le Durcal™ 130 et pour d'autres points granulométriques tels que 63 µm, 80 µm, 355 µm...).

REVENDICATIONS

1 - Dispositif de détermination de la granulométrie de poudres, comportant un organe d'alimentation, un organe d'évacuation, un organe de pesée, un organe de vibration continue, un organe de tamisage, ainsi qu'éventuellement un organe de pilotage, caractérisé en ce que l'organe de tamisage :

- est un organe rotatif autour d'un axe horizontal
- et dispose d'au moins 3 positions correspondant à 2 tamis de maillage différent et 1 espace de libération des particules les plus grossières (particules n'ayant pas traversées le tamis de maillage le plus grand),

permettant ainsi un tamisage de la poudre par paliers, au fil des positions successives prises par ledit organe autour de son axe.

2 - Dispositif selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'organe de tamisage est un organe rotatif horizontal de forme cylindrique ou polygonale.

3 - Dispositif selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il dispose d'un organe de pilotage, qui est plus particulièrement un ordinateur ou un automate programmable, embarqué ou déporté.

4 - Utilisation du dispositif selon l'une des revendications 1 à 3, pour la détermination de la granulométrie de poudres.

5 - Utilisation selon la revendication 4, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres sèches, c'est-à-dire ayant un taux d'humidité inférieur à 5 % en masse d'eau, et préférentiellement inférieur à 2 % en masse d'eau, et très préférentiellement inférieur à 1 % en masse d'eau, tel que déterminé par des pesées différentielles avant et après séchage desdites poudres.

6 - Utilisation selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce que les poudres ont un granulométrie, telle que leur diamètre moyen soit compris entre 0,1 et 5 mm, et préférentiellement entre 0,2 et 2 mm.

7 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres à base de cristaux de sucre.

8 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres lessivières.

9 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres plastiques.

10 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres métalliques.

11 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres de céramiques.

12 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 6, caractérisée en ce que les poudres sont des poudres de matières minérales.

13 - Utilisation selon la revendication 12, caractérisée en ce que les poudres de matières minérales sont constituées de carbonate de calcium naturel ou précipité et / ou de dolomies.

14 - Utilisation selon la revendication 13, caractérisée en ce que les poudres de matières minérales sont constituées d'un carbonate de calcium naturel, et plus particulièrement d'un carbonate de calcium naturel qui est du marbre ou du calcaire ou leurs mélanges.

15 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 14, caractérisée en ce qu'elle permet la détermination de la granulométrie de poudres au moyen des différentes positions successives prises par l'organe de tamisage autour de son axe horizontal.

16 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 14, caractérisée en ce qu'elle permet la détermination de la granulométrie de poudres en ligne, c'est-à-dire au cours de leur processus de fabrication.

17 - Utilisation selon l'une des revendications 4 à 14, caractérisée en ce qu'elle permet la détermination d'au moins une classe granulométrique de la poudre analysée.

Figure 1

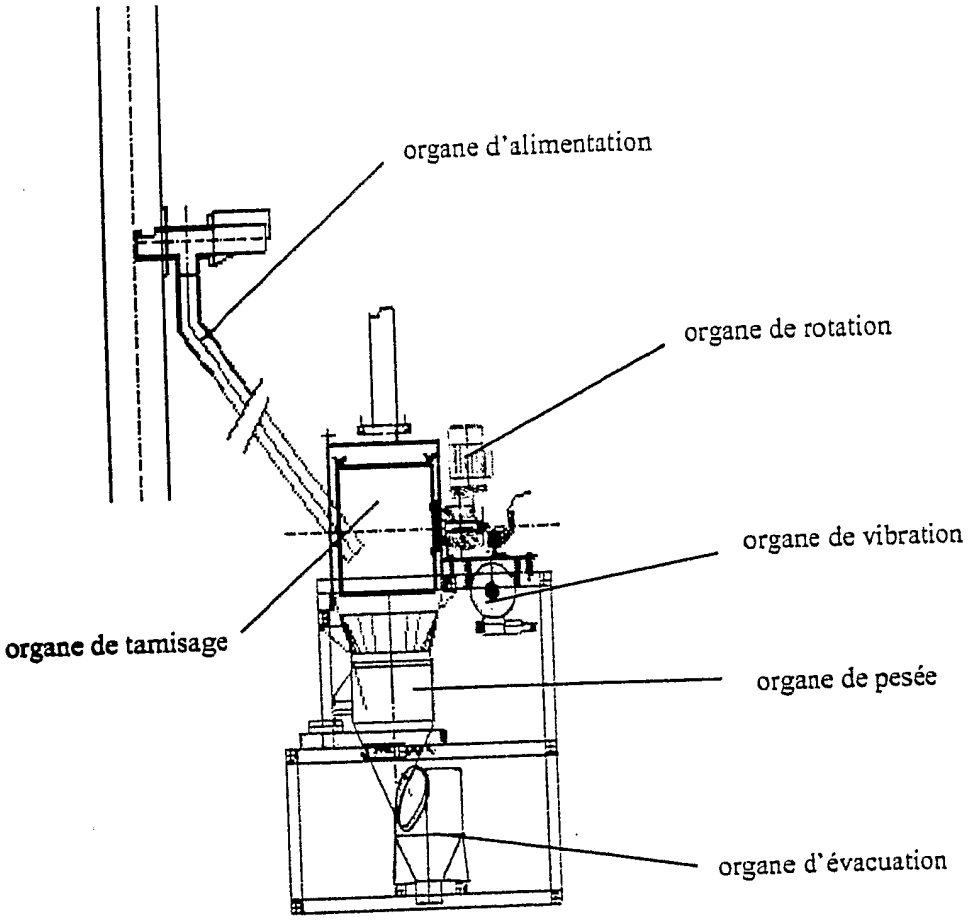

organe d'alimentation
organe de rotation
organe de vibration
organe de tamisage
organe de pesée
organe d'évacuation

Figure 2

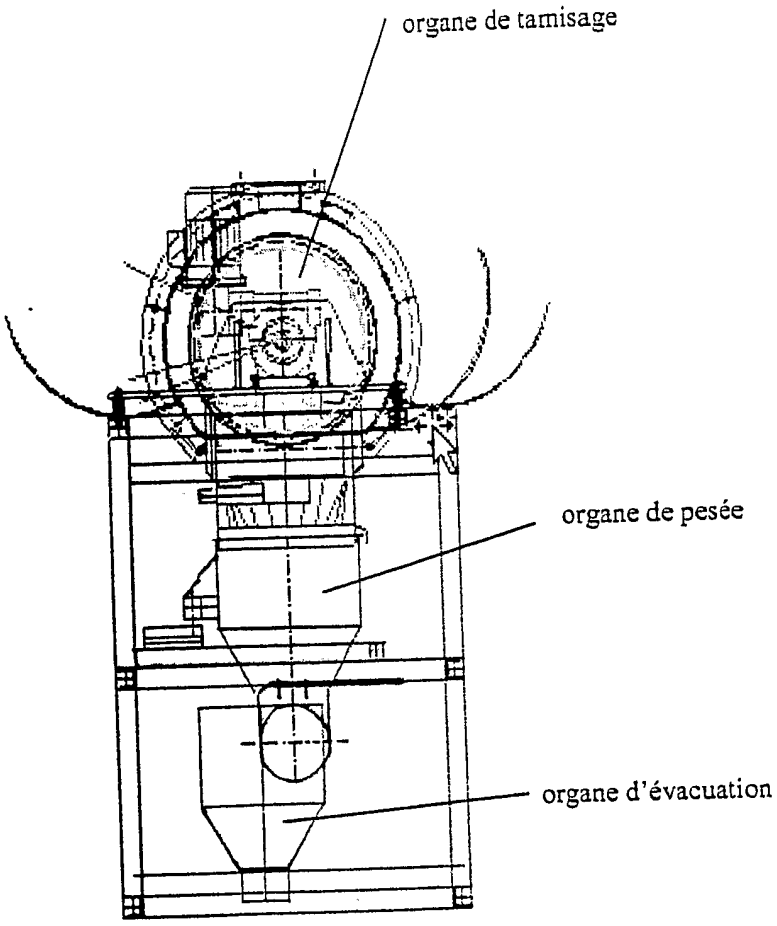


Figure 3

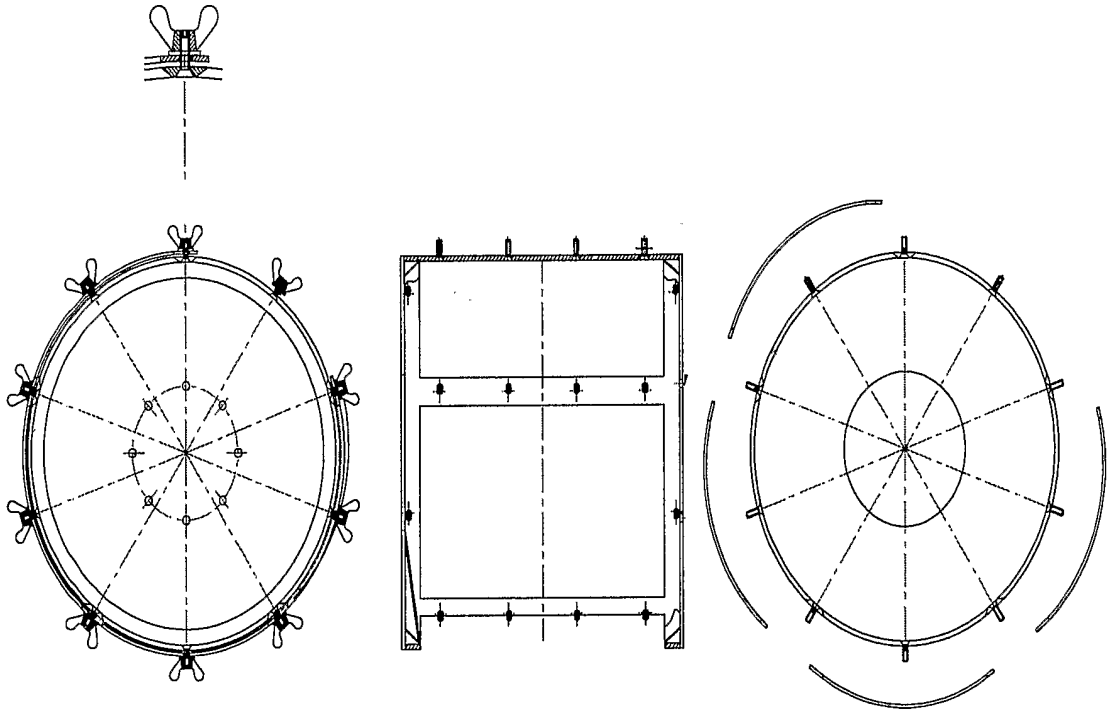


Figure 4

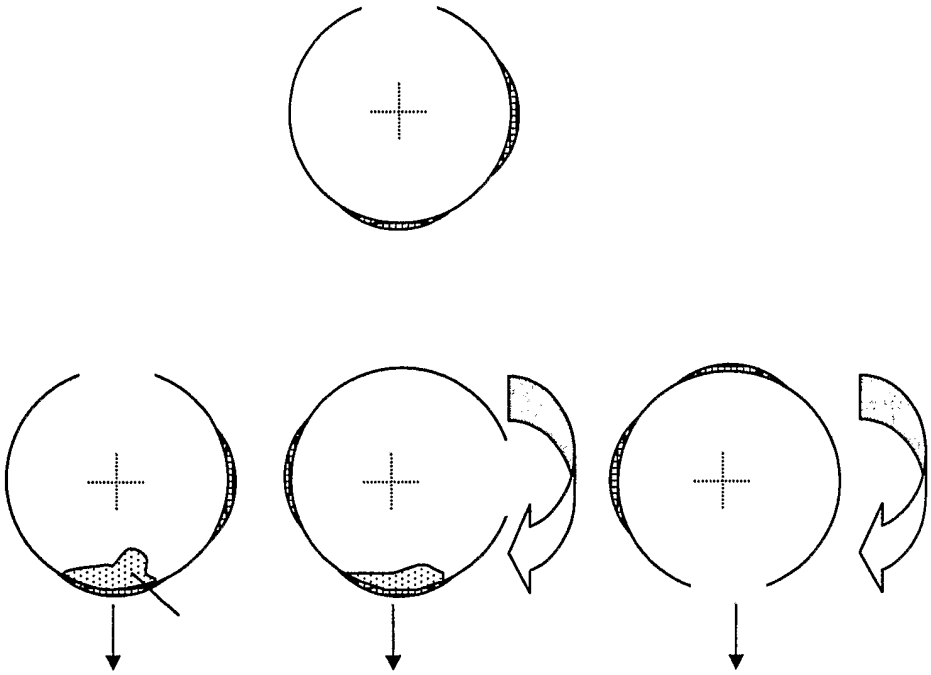


Figure 5

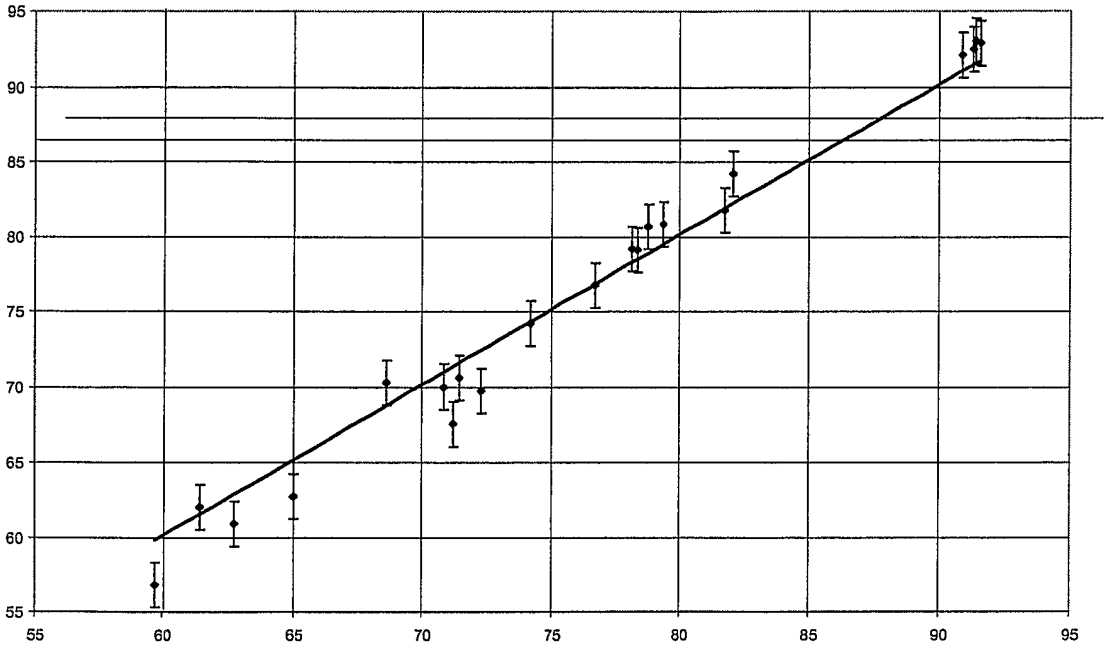
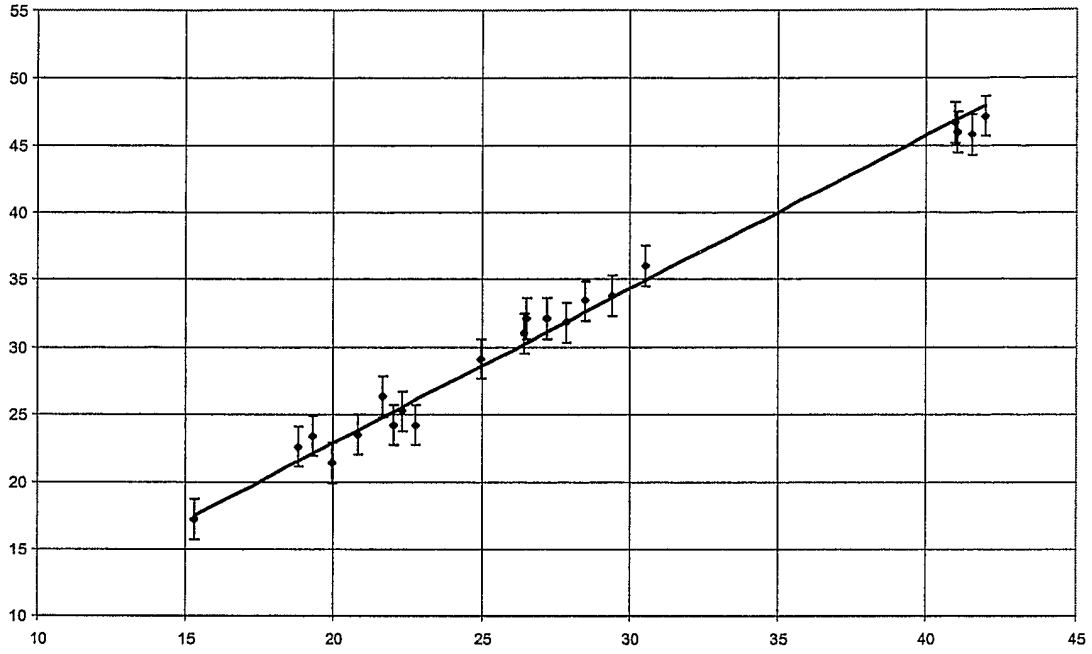


Figure 6



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/FR2006/001063

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. G01N15/02 B07B1/22

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)
G01N B07B

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

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 135 388 A (ORR, JR. ET AL) 23 January 1979 (1979-01-23)	1-15,17
Y	the whole document	16
Y	US 6 829 955 B1 (MAHGEREFTEH HAROUN) 14 December 2004 (2004-12-14) cited in the application column 1, line 8 - line 30	16
X	US 4 487 323 A (MARRS ET AL) 11 December 1984 (1984-12-11) the whole document	1-4,6, 15,17

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

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
13 September 2006	20/09/2006

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, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Bravin, Michel

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/FR2006/001063

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4135388 A	23-01-1979	NONE	
US 6829955 B1	14-12-2004	AU 1533801 A	04-06-2001
		EP 1247086 A1	09-10-2002
		WO 0138851 A1	31-05-2001
		GB 2356711 A	30-05-2001
US 4487323 A	11-12-1984	AU 558528 B2	29-01-1987
		CA 1203400 A1	22-04-1986
		EP 0142553 A1	10-02-1988
		FI 850074 A	08-01-1985
		JP 3080076 B	20-12-1991
		JP 60501250 T	08-08-1985
		NZ 208101 A	24-01-1986
		WO 8404473 A1	22-11-1984

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°
PCT/FR2006/001063

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. G01N15/02 B07B1/22

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)
G01N B07B

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 estréalisable, termes de recherche utilisés)
EPO-Internal, WPI Data, PAJ

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	US 4 135 388 A (ORR, JR. ET AL) 23 janvier 1979 (1979-01-23)	1-15,17
Y	le document en entier	16
Y	US 6 829 955 B1 (MAHGEREFTEH HAROUN) 14 décembre 2004 (2004-12-14) cité dans la demande colonne 1, ligne 8 - ligne 30	16
X	US 4 487 323 A (MARRS ET AL) 11 décembre 1984 (1984-12-11) le document en entier	1-4,6, 15,17

☐ 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'appartenenant 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'inven tion revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément

"Y" document particulièrement pertinent; l'inven tion 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
13 septembre 2006	20/09/2006

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, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31–70) 340–3016	Bravin, Michel

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°
PCT/FR2006/001063

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 4135388	A	23-01-1979	AUCUN		
US 6829955	B1	14-12-2004	AU	1533801 A	04-06-2001
			EP	1247086 A1	09-10-2002
			WO	0138851 A1	31-05-2001
			GB	2356711 A	30-05-2001
US 4487323	A	11-12-1984	AU	558528 B2	29-01-1987
			CA	1203400 A1	22-04-1986
			EP	0142553 A1	10-02-1988
			FI	850074 A	08-01-1985
			JP	3080076 B	20-12-1991
			JP	60501250 T	08-08-1985
			NZ	208101 A	24-01-1986
			WO	8404473 A1	22-11-1984