



Office de la Propriété
Intellectuelle
du Canada

Un organisme
d'Industrie Canada

Canadian
Intellectual Property
Office

An agency of
Industry Canada

CA 2551479 A1 2005/08/04

(21) 2 551 479

(12) DEMANDE DE BREVET CANADIEN
CANADIAN PATENT APPLICATION

(13) A1

(86) Date de dépôt PCT/PCT Filing Date: 2004/12/14
(87) Date publication PCT/PCT Publication Date: 2005/08/04
(85) Entrée phase nationale/National Entry: 2006/06/22
(86) N° demande PCT/PCT Application No.: EP 2004/053437
(87) N° publication PCT/PCT Publication No.: 2005/070830
(30) Priorité/Priority: 2003/12/24 (BE2003/0684)

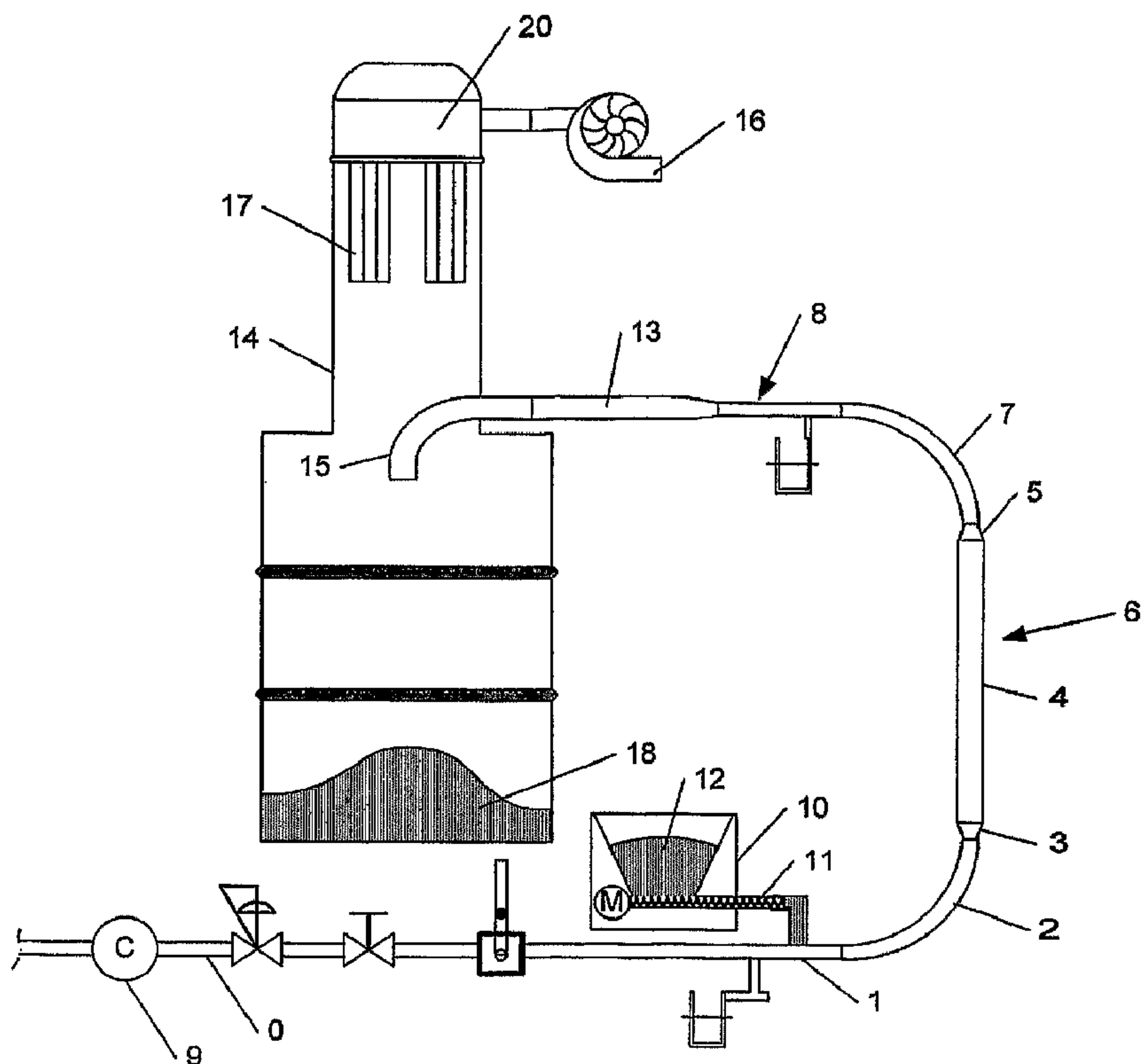
(51) Cl.Int./Int.Cl. C01F 11/02(2006.01),
C01F 11/00(2006.01), C01F 11/18(2006.01),
C09C 1/02(2006.01)

(71) Demandeur/Applicant:
S.A. LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT, BE

(72) Inventeurs/Inventors:
GAMBIN, AMANDINE, FR;
LAUDET, ALAIN, BE;
FRANCOISSE, OLIVIER, BE

(74) Agent: OGILVY RENAULT LLP/S.E.N.C.R.L., S.R.L.

(54) Titre : COMPOSITION PULVERULENTE A BASE D'UN COMPOSE CALCO-MAGNESIEN
(54) Title: POWDER COMPOSITION BASED ON A CALCIUM/MAGNESIUM COMPOUND



(57) Abrégé/Abstract:

Composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien répondant à la formule (I), $x \text{ Ca A.} (1-x) [\text{yMgA} + (1-\text{y})\text{MgO}]$, dans laquelle A est un groupe $=\text{OH}_2$ ou $=\text{CO}_3$, et x et y sont des fractions molaires où $0 < x \leq 1$ et $0 \leq y \leq 1$, qui contient, en une quantité inférieure à 5 % en poids de ladite composition, un agent d'écoulement solide minéral choisi parmi le groupe constitué de la vermiculite, de la perlite, de la terre de diatomée et de la silice, sous la forme de particules présentant une taille supérieure à 90 μm .

(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
4 août 2005 (04.08.2005)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2005/070830 A3(51) Classification internationale des brevets⁷ :
C01F 11/02, 11/00, 11/18, C09C 1/02, 1/02

Amandine [FR/FR]; Rue de l'Ognon 19, F-70270 Ternuay (FR). LAUDET, Alain [BE/BE]; Rue Théodore Baron 28, Bte 4, B-5000 Namur (BE). FRANCOISSE, Olivier [BE/BE]; Avenue des Vallées 35, B-1341 Céroux-Mousty (BE).

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/EP2004/053437(22) Date de dépôt international :
14 décembre 2004 (14.12.2004)

(74) Mandataires : CLAEYS, Pierre etc.; Gevers & Vander Haeghen, Holidaystraat 5, B-1831 Diegem (BE).

(25) Langue de dépôt : français

(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, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

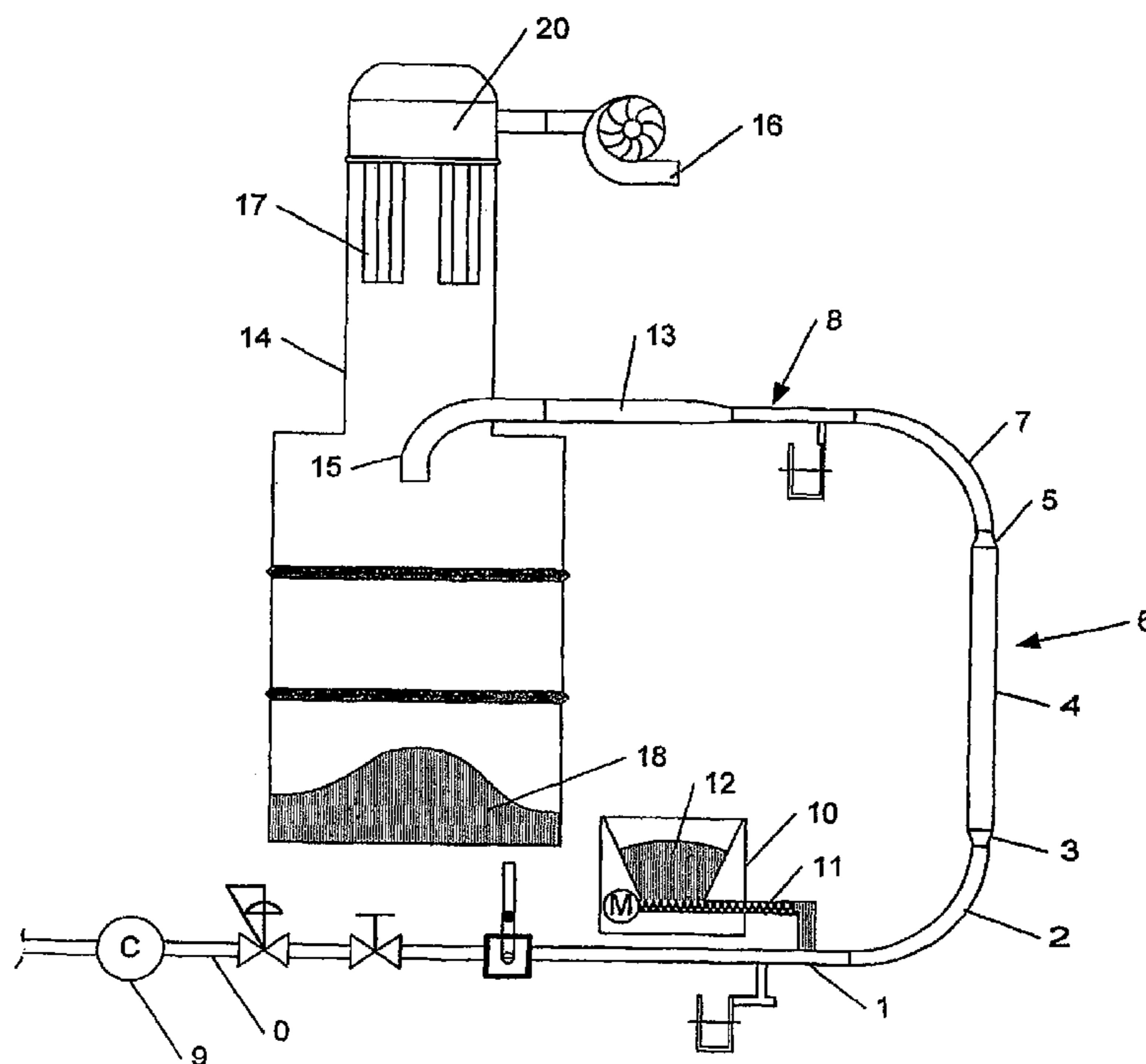
(26) Langue de publication : français

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,

(30) Données relatives à la priorité :
2003/0684 24 décembre 2003 (24.12.2003) BE*[Suite sur la page suivante]*(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : S.A.
LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT
[BE/BE]; rue Charles Dubois 28, B-1342 Ottignies-Louvain-La-Neuve (BE).(72) Inventeurs; et
(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : GAMBIN,

(54) Title: POWDER COMPOSITION BASED ON A CALCIUM/MAGNESIUM COMPOUND

(54) Titre : COMPOSITION PULVÉRULENTÉ À BASE D'UN COMPOSÉ CALCO-MAGNÉSIEN

(57) Abstract: The invention relates to a powder composition based on a calcium/magnesium compound having formula (I), x Ca A. (1-x) [yMgA+(1-y)MgO], in which A is a group =(OH)₂ or =CO₃ and x and y are mole fractions where 0 < x = 1 and 0 = y = 1, containing an amount of mineral solid flow agent that is less than 5 wt.- % of the composition, said agent being selected from the group containing vermiculite, perlite, diatomaceous earth and silica, in the form of particles having a size greater than 90 µm.*[Suite sur la page suivante]*

WO 2005/070830 A3

WO 2005/070830 A3



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, 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 requises

(88) Date de publication du rapport de recherche internationale:

9 février 2006

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.

(57) Abrégé : Composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien répondant à la formule (I), $x \text{ Ca A.} (1-x) [\text{yMgA} + (1-y)\text{MgO}]$, dans laquelle A est un groupe $=\text{OH}_2$ ou $=\text{CO}_3$, et x et y sont des fractions molaires où $0 < x \leq 1$ et $0 \leq y \leq 1$, qui contient, en une quantité inférieure à 5 % en poids de ladite composition, un agent d'écoulement solide minéral choisi parmi le groupe constitué de la vermiculite, de la perlite, de la terre de diatomée et de la silice, sous la forme de particules présentant une taille supérieure à 90 μm .

- 1 -

"Composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien"

La présente invention est relative à une composition à base d'un composé calco-magnésien pulvérulent.

5 On entend par composé calco-magnésien pulvérulent, un ensemble de particules solides, soit sous forme d'hydroxyde, soit sous forme de carbonate, répondant à la formule I ci-dessous :

$$x\text{Ca A . (1-x) [yMgA+(1-y)MgO]}, \quad (\text{I})$$

dans laquelle

10 A est un groupe $=\text{OH}_2$ ou $=\text{CO}_3$, et
x et y sont des fractions molaires où $0 < x \leq 1$ et $0 \leq y \leq 1$.

Cette matière calco-magnésienne peut évidemment contenir des impuretés, telles que la silice, l'alumine, etc. à hauteur de quelques pourcents. D'une manière générale, la taille des particules de 15 cette matière pulvérulente est intégralement inférieure à 1 mm et souvent inférieure à 250 μm .

Un cas particulier de composé calco-magnésien pulvérulent est la chaux éteinte, également appelée chaux hydratée (hydroxyde de calcium – $\text{Ca}(\text{OH})_2$), laquelle peut aussi comprendre des impuretés, telles 20 que la silice, l'alumine, l'oxyde de magnésium, le carbonate de calcium, à hauteur de quelques pourcents et contenir de l'eau libre, à savoir non liée chimiquement au composé, jusqu'à environ 5 %.

Un tel composé est réputé pour ses difficultés d'écoulement lors du stockage, de la manutention et du transport, en particulier du 25 transport pneumatique en phase diluée, souvent utilisé dans le cas de la chaux éteinte. Ces problèmes d'écoulement, notamment liés à la finesse des particules de la chaux hydratée, se présentent principalement sous la

- 2 -

forme d'une agglomération des particules entre elles ou d'une accumulation de celles-ci sur les parois. De tels comportements pénalisent l'utilisation dudit composé :

- en réduisant le débit lors du transport pneumatique par dépôt progressif du composé sur les parois, pouvant aller jusqu'au blocage des installations,
- en perturbant la régulation lorsque le composé est utilisé comme neutralisant de composés acides,
- en nécessitant des opérations de maintenance spécifiques et régulières à des endroits parfois peu accessibles.

Il est connu de favoriser l'écoulement des poudres au moyen d'additifs liquides organiques, notamment des surfactants [JP 08-109016, JP 09-165 216]. Cependant, l'incorporation de ces liquides organiques, parfois toxiques, à un composé minéral tel que la chaux éteinte, est souvent contraire à ses applications, en particulier dans le cas d'utilisation pour l'épuration des fumées (problème des composés organiques volatils, consécutifs à la libération des additifs organiques).

La présente invention a pour but l'obtention d'une composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien, de pureté élevée et entièrement minérale, qui limite les difficultés d'écoulement décrites ci-dessus, sans recourir à un additif organique.

Suivant l'invention on résout le problème ci-dessus, par une composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien répondant à la formule I donnée précédemment, qui contient, en une quantité inférieure à 5 % en poids de ladite composition, un agent d'écoulement solide minéral choisi parmi le groupe constitué de la vermiculite, de la perlite, de la terre de diatomée et de la silice, sous la forme de particules présentant une taille supérieure à 90 µm.

Par taille supérieure à une valeur donnée, on entend qu'au moins 95 % des particules auront au minimum cette taille supérieure.

- 3 -

De nombreuses méthodes permettent de décrire l'écoulement de produits pulvérulents comme la chaux éteinte. Ces méthodes de diagnostic reposent notamment sur l'utilisation de cellules de cisaillement, en particulier la cellule de Jenike, ou sur la détermination 5 de l'index d'écoulement, basé sur la théorie de Carr ou encore sur la détermination d'angles de friction et de chute.

Cependant, les méthodes de diagnostic d'écoulement, citées ci-dessus, toujours liées à un écoulement sous contrainte (méthodes "statiques"), ne permettent pas de discriminer les différentes 10 compositions pulvérulentes à base de composés calco-magnésiens dans leur comportement à l'écoulement en transport pneumatique (dynamique), à savoir lors d'un véritable écoulement de la poudre en phase diluée dans un flux d'air.

Il est donc apparu nécessaire de mettre au point une 15 méthode de diagnostic, appropriée à l'écoulement de produits pulvérulents en transport pneumatique. Cette méthode consiste à appliquer un test dynamique d'adhérence (TDA) qui est effectué dans un dispositif spécifique.

Ce dispositif est illustré sur la figure unique annexée.
20 Il comprend une boucle de transport de poudre, formée d'une succession de conduits rectilignes 1, 6 et 8 reliés par les coudes 2 et 7. Le conduit rectiligne 1 présente une longueur de 10 cm en aval du point d'injection de la poudre et un diamètre interne de 2,54 cm et le conduit rectiligne 8 une longueur de 27,5 cm et un diamètre interne de 25 2,54 cm. Le conduit rectiligne 6 est composé d'un élargissement 3 d'une longueur de 8,90 cm et d'un diamètre d'entrée de 2,54 cm, d'un manchon 4 d'une longueur de 30 cm et d'un diamètre interne de 4,25 cm et d'une réduction 5 d'une longueur de 9,85 cm et d'un diamètre de sortie de 2,54 cm. Les coudes 2 et 7 qui les relient ont un rayon de courbure de 30 20 cm.

- 4 -

Le dispositif comprend en outre une source d'air comprimé, sous la forme d'un compresseur 9 qui introduit de l'air sec comprimé dans le conduit 0. Un appareil doseur 10, muni d'une vis transporteuse 11 alimente la substance pulvérulente 12 à étudier dans le conduit 1.

5 La sortie du dernier conduit rectiligne 8 est reliée à un tuyau souple 13 qui pénètre dans un réservoir 14 par un coude dirigé vers le bas 15. Un ventilateur de tirage 16 d'une puissance de 1200 W et muni d'un filtre 17 d'une surface filtrante totale de 1,2 m² est agencé au sommet du réservoir 14. La substance pulvérulente qui a passé au
10 travers des conduits s'accumule au fond du réservoir 18.

La poudre, alimentée au moyen du doseur 10, est emportée dans le circuit par le courant d'air engendré dans celui-ci. La masse totale de poudre déposée sur les différentes parois des éléments 1 à 8 est déterminée par pesée, après l'essai. Cette masse totale de poudre
15 déposée est rapportée à l'intégrale de la masse dosée et elle est une mesure inverse de la qualité de l'écoulement de la poudre par transport pneumatique en phase diluée dans de l'air.

Les résultats du test décrit ci-dessus sont apparus cohérents avec l'expérience de la mise en œuvre industrielle des
20 composés calco-magnésiens pulvérulents, à savoir que ce test discrimine efficacement les produits présentant des problèmes d'écoulement dynamique de ceux qui ont un comportement satisfaisant.

On constate notamment que, toute autre chose étant égale, un composé calco-magnésien présentera un écoulement dynamique en
25 phase diluée d'autant moins bon que la taille de ses particules sera fine.

Afin d'améliorer l'écoulement dynamique des poudres calco-magnésiennes, l'additif solide minéral a été initialement choisi parmi les composés pulvérulents réputés anti-mottants, anti-agglomérants ou "agents d'écoulement" ; on peut citer principalement le talc, la silice, la
30 sépiolite, la vermiculite, la bentonite, la terre de diatomée, le calcaire ainsi que le carbonate, l'oxyde et l'hydroxyde de magnésium.

- 5 -

De façon étonnante, tous les additifs anti-agglomérants cités ci-dessus ne permettent pas systématiquement d'améliorer l'écoulement dynamique des compositions pulvérulentes à base de composés calco-magnésiens, au sens du problème posé par la présente invention. En particulier, l'ajout de talc, connu comme agent lubrifiant, n'apporte pas d'effet positif sur l'écoulement dynamique, voire même, le dégrade. La même observation est faite lorsque la sépiolite ou la bentonite est utilisée comme additif.

L'utilisation comme additif de carbonate, d'oxyde ou d'hydroxyde de magnésium ne conduit qu'à une légère amélioration des résultats du test d'écoulement dynamique, amélioration insuffisante pour résoudre les problèmes d'écoulement évoqués ci-dessus.

Par contre, d'une manière imprévisible, l'ajout selon l'invention de vermiculite, notamment "crue", de perlite ou d'une terre de diatomée, en particulier l'attapulgite, ou encore de silice, notamment du sable, conduit à des améliorations significatives de l'écoulement dynamique des compositions pulvérulentes à base de composés calco-magnésiens.

La composition pulvérulente à base de composé calco-magnésien selon l'invention contient l'un ou l'autre ou une combinaison des additifs minéraux parmi la silice, en particulier le sable, la vermiculite, la perlite ou la terre de diatomée, notamment l'attapulgite, à raison de moins de 5 % en poids, de préférence pas plus de 3 %, et très avantageusement pas plus de 2 % en poids de la composition. Il faut maintenir la pureté en composé calco-magnésien dans la composition selon l'invention à une valeur supérieure à 90 %, de préférence supérieure à 92 %, afin de limiter la dilution du composé calco-magnésien actif et de conserver la performance dans les applications visées.

- 6 -

De plus, l'additif minéral précité présentera une distribution de taille de particules plutôt grossière. En effet, contrairement à l'enseignement de documents, qui citent comme additifs de la micro-silice (fumed silicon oxide) ou des minéraux finement divisés, l'additif incorporé 5 dans le composé calco-magnésien suivant la présente invention, devra présenter une taille de particules essentiellement supérieure à 90 µm et de préférence supérieure à 250 µm.

De façon inattendue, les compositions pulvérulentes à base de composés calco-magnésiens selon l'invention présentent un bon 10 écoulement dynamique en phase diluée, sans limitation sur la finesse de leurs particules, contrairement aux observations faites dans le cas des composés calco-magnésiens classiques sans additif où notamment des tailles de particules inférieures à 20 µm ont pour effet un blocage rapide des installations pneumatiques. Cette propriété des compositions selon 15 l'invention permet d'élargir leur champ d'application. En effet, un produit fin réagira mieux, notamment dans de nombreuses applications de la chaux hydratée comme l'épuration des fumées.

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

20

Exemple 1

Une chaux éteinte de production industrielle a été choisie comme composé calco-magnésien de référence. Sa pureté est de 95 % en masse de Ca(OH)₂; elle présente une distribution de tailles de particules jusqu'à 250 µm et une teneur en eau libre de 1 %. Cette chaux 25 est introduite dans le doseur du test d'écoulement dynamique précédent.

Le dispositif est alimenté en air comprimé sec (point de rosée à 3 °C), préchauffé à 30 °C, avec un débit de 25 m³/h qui assure une vitesse initiale d'environ 14 m/s. La chaux éteinte de référence est dosée à raison de 1 kg/h. Le test prévoit que 2 kg de matière soit ainsi 30 dosée.

- 7 -

A l'issue de l'expérience, la masse de chaux éteinte qui s'est accumulée sur les parois de l'ensemble des conduites est déterminée et rapportée à la masse totale dosée, à savoir 2 kg. Dans le cas de la chaux éteinte de référence, le résultat est de 65 g/kg.

5 Selon l'étalonnage du test dynamique de la présente invention par rapport à la qualité de l'écoulement des produits utilisés industriellement, les composés présentant comme résultat du test moins de 45 g/kg de produit accumulé sur les parois doivent être considérés comme ayant un très bon comportement à l'écoulement dynamique en
10 phase diluée. De la même manière, un composé pour lequel le résultat du test est supérieur à 58 g/kg de produit accumulé aux parois, est considéré comme ayant un comportement à l'écoulement posant des problèmes de mise en œuvre industrielle, notamment lors du transport pneumatique en phase diluée.

15 Exemple 2

Dans cet exemple 2, on ajoute, à la même chaux éteinte qu'à l'exemple 1, des additifs qui sont des produits industriels, utilisés tels que délivrés.

On ajoute, selon l'invention, de la vermiculite "crue", à
20 concurrence de 2 % en poids de la composition ainsi obtenue, qui fait l'objet d'un mélange afin de l'homogénéiser. La taille des particules de cet additif est supérieure à 90 µm. La composition est alors soumise au test d'écoulement dynamique, dans les mêmes conditions qu'à l'exemple 1.

Dans le cas du présent mélange de chaux éteinte et de
25 vermiculite crue, le résultat du test est de 40 g/kg de produit accumulé sur les parois, ce qui classe cette composition parmi celle ayant un très bon comportement à l'écoulement dynamique, selon le critère cité à l'exemple 1 (moins de 45 g/kg).

De la même manière, des compositions selon l'invention ont
30 été préparées au départ de la chaux éteinte de l'exemple 1, de façon à contenir 2% en poids, respectivement de vermiculite expansée ou

- 8 -

exfoliée, de perlite expansée et d'attapulgite. La taille des particules de ces additifs est supérieure à 90 µm. Les résultats du test sont respectivement de 31, 38 et 39 g/kg de produit accumulé sur les parois par rapport à la masse dosée, valeurs caractéristiques des compositions 5 présentant un très bon comportement à l'écoulement dynamique.

Afin de mettre en évidence le bénéfice des compositions pulvérulentes à base de composés calco-magnésiens selon l'invention sur la qualité de leur écoulement, il est utile d'exprimer les résultats du test d'écoulement dynamique en termes de pourcentage de réduction de 10 la quantité accumulée sur les parois, par rapport au cas du composé calco-magnésien de référence sans additif. On obtient respectivement 38 %, 52 %, 42 % et 40 % de réduction pour les compositions contenant respectivement la vermiculite crue, la vermiculite expansée, la perlite expansée et l'attapulgite.

15 Par contre, si on ajoute comme additif, à concurrence de 2% en poids de la composition finale, du talc, de la sépiolite ou de la bentonite, les résultats du test sont respectivement de 64, 60, et 84 g/kg de produit accumulé sur les parois par rapport à la masse dosée. Ces additifs conduisent à l'obtention d'une formule présentant un mauvais 20 comportement à l'écoulement dynamique (résultats > 58 g/kg) voire même un écoulement fortement dégradé par rapport au composé sans additif, dans le cas de la bentonite.

L'ensemble de ces résultats est synthétisé au tableau 1.

- 9 -

Composition testée	Rapport massique de produit accumulé sur les parois [g/kg]	Pourcentage de réduction de l'accumulation aux parois par rapport à la chaux éteinte
Chaux éteinte de référence	65	-
Mélange à 2% en poids de vermiculite crue	40	38%
Mélange à 2% en poids de vermiculite expansée	32	52%
Mélange à 2% en poids de perlite expansée	38	42%
Mélange à 2% en poids d'attapulgite	39	40%
Mélange à 2% en poids de talc	64	2%
Mélange à 2% en poids de sépiolite	60	8%
Mélange à 2% en poids de bentonite	84	- 30%

Tableau 1. Résultats du test d'écoulement dynamique pour la chaux éteinte de référence, des compositions à base de cette chaux, selon l'invention, et des compositions avec des additifs n'améliorant pas l'écoulement dynamique.

5

Exemple 3

Dans cet exemple 3, les additifs de l'exemple 2 ont fait l'objet d'une coupure granulométrique par tamisage, de façon à ne retenir que les particules inférieures à 125 µm.

10

A la même chaux éteinte qu'à l'exemple 1, on ajoute, de la vermiculite "crue" < 125 µm, à concurrence de 2% en poids de la composition ainsi obtenue, qui fait l'objet d'un mélange afin de l'homogénéiser. La composition est alors soumise au test d'écoulement dynamique, dans les mêmes conditions qu'à l'exemple 1. Le résultat du test montre une très sévère détérioration de l'écoulement par rapport à la chaux sans additif avec 122 g/kg de matière collée aux parois.

15

- 10 -

De la même manière, des compositions ont été préparées au départ de la chaux éteinte de l'exemple 1, de façon à obtenir des mélanges contenant 2% en poids, respectivement de vermiculite expansée < 125 µm, d'attapulgite < 125 µm et de sable < 125 µm. Les 5 résultats du test sont respectivement de 62, 58 et 57 g/kg de produit accumulé sur les parois par rapport à la masse dosée. Ces formules présentent donc un mauvais comportement à l'écoulement dynamique, avec respectivement 5 %, 11 % et 13 % seulement de réduction du collage aux parois.

10 Ces résultats démontrent le caractère critique de la distribution de tailles des particules de l'additif utilisé dans l'invention, additif qui peut perdre son efficacité s'il est trop fin.

L'ensemble des résultats de l'exemple 3 est synthétisé au tableau 2.

Composition testée	Rapport massique de produit accumulé sur les parois [g/kg]	Pourcentage de réduction de l'accumulation aux parois par rapport à la chaux éteinte
Chaux éteinte de référence	65	-
Mélange à 2% en poids de vermiculite crue < 125 µm	122	- 88%
Mélange à 2% en poids de vermiculite expansée < 125 µm	62	5%
Mélange à 2% en poids de d'attapulgite < 125 µm	58	11%
Mélange à 2% en poids de sable < 125 µm	57	13%

15 Tableau 2. Résultats du test d'écoulement dynamique pour la chaux éteinte de référence et dans le cas de formules à base d'additifs < 125 µm.

- 11 -

Exemple 4

Dans cet exemple 4, les additifs de l'exemple 2 ont fait l'objet d'une coupure granulométrique par tamisage, de façon à ne retenir que les particules supérieures à 250 µm.

5 A la même chaux éteinte qu'à l'exemple 1, on ajoute de la vermiculite "crue" > 250 µm, à concurrence de 2% en poids de la composition ainsi obtenue, qui fait l'objet d'un mélange afin de l'homogénéiser. La composition est alors soumise au test d'écoulement dynamique, dans les mêmes conditions qu'à l'exemple 1. Le résultat du
10 test montre une nette amélioration de l'écoulement par rapport à la chaux sans additif avec seulement 39 g/kg de matière collée au paroi, soit une réduction de 41%, par rapport à la chaux non traitée.

De la même manière, des compositions ont été préparées au départ de la chaux éteinte de l'exemple 1, de façon à obtenir des
15 mélanges contenant 2 % en poids, respectivement de vermiculite expansée > 250 µm, d'attapulgite > 250 µm et de sable > 250 µm. Les résultats du test sont respectivement de 32, 39 et 42 g/kg de produit accumulé sur les parois par rapport à la masse dosée, signe de compositions présentant un très bon comportement à l'écoulement
20 dynamique. On obtient respectivement 52 %, 40 % et 35 % de réduction du collage aux parois.

Ces résultats confirment le caractère déterminant de la distribution de taille des particules de l'additif.

Cependant, si on utilise comme additif à la chaux de
25 l'exemple 1, du calcaire > 250 µm ou de la dolomie crue (carbonate mixte de calcium et de magnésium) > 250 µm, à raison de 2 % en poids du mélange final, les masses collées aux parois lors du test seront respectivement de 53 et 52 g/kg. Pour rappel, un bon comportement à l'écoulement dynamique est caractérisé par un taux de collage aux parois
30 inférieur à 45 g/kg. Ces dernières formules ne présentent donc pas un comportement satisfaisant à l'écoulement dynamique.

- 12 -

Donc, le fait d'avoir des additifs, dont la taille des particules est grossière, soit supérieure à 250 µm, n'est pas une condition suffisante d'obtention d'une composition présentant un bon écoulement dynamique.

5 L'ensemble des résultats de l'exemple 4 est synthétisé au tableau 3.

Composition testée	Rapport massique de produit accumulé sur les parois [g/kg]	Pourcentage de réduction de l'accumulation aux parois par rapport à la chaux éteinte
Chaux éteinte de référence	65	-
Mélange à 2% en poids de vermiculite crue > 250 µm	39	41%
Mélange à 2% en poids de vermiculite expansée > 250 µm	32	52%
Mélange à 2% en poids de d'attapulgite > 250 µm	39	40%
Mélange à 2% en poids de sable > 250 µm	42	35%
Mélange à 2% en poids de calcaire > 250 µm	53	20%
Mélange à 2% en poids de dolomie crue > 250 µm	52	18%

Tableau 3. Résultats du test d'écoulement dynamique pour la chaux éteinte de référence et dans le cas de compositions à base d'additifs > 250 µm.

10

Exemple 5

La chaux éteinte de référence de l'exemple 1 a été sélectionnée dans un séparateur dynamique, de manière à ne conserver que les particules inférieures à 20 µm. Cette chaux éteinte sélectionnée a été testée sur le dispositif d'écoulement dynamique dans les mêmes 15 conditions qu'à l'exemple 1. Cependant, cette chaux sélectionnée présente un moins bon écoulement que la chaux de référence, en raison

- 13 -

de sa plus grande finesse; on n'a pu doser que 0,75 kg de chaux avant un blocage total du dispositif de test. La masse accumulée sur les parois, rapportée à la masse dosée est de 97 g/kg.

Une composition selon l'invention a été préparée au départ
5 de cette chaux éteinte sélectionnée, de manière à obtenir respectivement une composition contenant 2% et 4% de vermiculite expansée. Dans les deux cas, il est possible de doser 2 kg de composition, sans blocage du dispositif. Par ailleurs, la masse accumulée sur les parois, rapportée à la masse dosée est de 39 g/kg pour la composition à 2% de vermiculite et
10 de 22 g/kg pour celle à 4% de vermiculite. La réduction de masse accumulée sur les parois par rapport à la chaux éteinte sélectionnée est respectivement de 60% et 77%.

Les résultats de l'exemple 5 sont synthétisés au tableau 4.

Composition testée	Rapport massique de produit accumulé sur les parois [g/kg]	Pourcentage de réduction de l'accumulation aux parois par rapport à la chaux éteinte
Chaux éteinte sélectionnée	97	-
Mélange à 2% en poids de vermiculite expansée	39	60%
Mélange à 4% en poids de vermiculite expansée	22	77%

Tableau 2. Résultats du test d'écoulement dynamique pour la chaux
15 éteinte sélectionnée et les compositions selon l'invention à base de cette chaux.

Il doit être entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux modes de réalisation décrits ci-dessus et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre des
20 revendications annexées.

- 14 -

REVENDICATIONS

1. Composition pulvérulente à base d'un composé calco-magnésien répondant à la formule I

$$x \text{ Ca A . (1-x) [yMgA+(1-y)MgO]}, \quad (\text{I})$$

5 dans laquelle

A est un groupe $=\text{OH}_2$ ou $=\text{CO}_3$, et

x et y sont des fractions molaires où $0 < x \leq 1$ et $0 \leq y \leq 1$,

qui contient, en une quantité inférieure à 5 % en poids de ladite composition, un agent d'écoulement solide minéral choisi parmi le groupe

10 constitué de la vermiculite, de la perlite, de la terre de diatomée et de la silice, sous la forme de particules présentant une taille supérieure à 90 μm .

15 2. Composition suivant la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient l'agent d'écoulement en une quantité inférieure ou égale à 3 % en poids, de préférence de l'ordre de 2 % en poids.

3. Composition suivant l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral présente une taille de particules supérieure à 125 μm , et de préférence à 250 μm .

20 4. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral est du sable.

5. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral est de l'attapulgite.

25 6. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral est de la vermiculite crue.

30 7. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral est de la vermiculite expansée.

- 15 -

8. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'agent d'écoulement solide minéral est de la perlite expansée.

9. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que le composé calco-magnésien est à un degré de pureté supérieur à 90 %, de préférence à 92 % en poids, dans la composition.

10. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisée en ce que le composé calco-magnésien présente une taille de particules inférieure à 20 µm.

