

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 875 228

②① N° d'enregistrement national : **04 09767**

⑤① Int Cl⁸ : C 02 F 11/14 (2006.01), C 01 F 11/02, C 04 B 2/02

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 15.09.04.

③① Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 17.03.06 Bulletin 06/11.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥① Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : GOMBART MARC — FR et SICAB-
CARMEUSE FRANCE — FR.

⑦② Inventeur(s) : GOMBART MARC, TILQUIN JEAN
YVES et BARTIAUX STEPHANE.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET FEDIT LORiot.

⑤④ UTILISATION DE CHAUX PARTIELLEMENT PRE-HYDRATÉE DANS LA SÉPARATION D'UNE SUSPENSION
MATIÈRES SOLIDE/LIQUIDE, PROCÉDE DE TRAITEMENT DES BOUES ET BOUES PURIFIÉES OBTENUES
SELON CE PROCÉDE.

⑤⑦ La présente invention concerne une nouvelle utilisation de chaux partiellement pré-hydratée à réactivité retardée (en abrégé: "CVRP"), qui est constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)₂, de préférence de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de Ca(OH)₂, et mieux de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de Ca(OH)₂, dans le domaine de la séparation des matières solides du liquide d'une suspension. Elle concerne également un procédé de traitement d'une boue, dans lequel on concentre, sèche et recueille les matières solides au moyen de ladite chaux partiellement pré-hydratée à réactivité retardée. Elle concerne enfin, en tant que produit industriel nouveau, la boue purifiée obtenue selon ce procédé.

FR 2 875 228 - A1



*Utilisation de chaux partiellement pré-hydratée dans la séparation
d'une suspension matières solides/liquide, procédé de traitement
des boues et boues purifiées obtenues selon ce procédé*

5

Domaine de l'invention

La présente invention a trait à une nouvelle utilisation de chaux partiellement pré-hydratée, qui contient du CaO réagissant avec H₂O après un certain temps de latence, c'est à dire une chaux vive à réactivité retardée (en abrégé : "CVRR"), dans le domaine de la séparation de matières solides d'une suspension dans un liquide. Elle concerne également un procédé de traitement d'une boue, dans lequel on concentre, décontamine, sèche et recueille les matières solides au moyen de ladite chaux partiellement pré-hydratée à réactivité retardée. Elle concerne enfin, en tant que produits industriels nouveaux, (a) la boue purifiée (désignée ci-après "matériau solide issu d'une boue") obtenue selon ce procédé, d'une part, et (b) la combinaison d'une CVRR avec au moins un sel de Fe³⁺ et/ou de Al³⁺, qui est utile pour mettre en oeuvre ce procédé, d'autre part.

Art antérieur

On sait que différentes techniques de séparation liquide/solide ont été développées pour concentrer les matières solides des suspensions de particules, notamment les boues.

Les suspensions concentrées ainsi obtenues doivent souvent subir des traitements ultérieurs avant de pouvoir être manipulées, stockées ou réutilisées. Ces traitements mettent en œuvre des réactifs dont le rôle est par exemple de modifier les propriétés chimiques, de décontaminer (i. e. d'hygiéniser ou dépolluer) ou encore de modifier les propriétés physiques de la suspension concentrée, telles que sa rhéologique ou sa plasticité.

On sait que la concentration finale en matières solides de la suspension est un facteur important qu'il convient d'optimiser afin de favoriser la mise en œuvre des étapes de traitement, de manutention et de stockage. Dans cette optique, il a été proposé d'améliorer les performances des méthodes de séparation liquide/solide, par exemple :

- d'une part, au moyen d'un traitement chimique des suspensions conduisant à des phénomènes de précipitation et de floculation,
- d'autre part, en optimisant l'outil lui-même, le terme "outil" désignant ici les modalités et les dispositifs de séparation solide/liquide (en particulier les centrifugeuses et appareillages de filtration tels que filtres-presse et filtres à bande).

Il est également connu que la chaux peut-être utilisée pour améliorer les performances des méthodes de séparation liquide/solide. Elle est alors ajoutée à la suspension avant la séparation liquide/solide (la personne du métier parle dans ce cas de "pré-chaulage", i. e. opération de chaulage avant filtration, centrifugation ou décantation) ou après ladite séparation (la personne du métier parle alors de "post-chaulage", i. e. opération de chaulage après filtration, centrifugation ou décantation).

Pré-chaulage

Dans le cadre du pré-chaulage, il se trouve que la chaux vive ne convient pas quand la suspension contient un liquide réagissant avec elle, tel que l'eau. En effet, la réaction violente entre la chaux vive et l'eau (i) conduit à des mélanges non homogènes, et (ii) perturbe la séparation liquide/solide. On préfère donc introduire, dans la suspension à concentrer, de la chaux éteinte Ca(OH)_2 , soit sous forme de poudre, soit sous forme de suspension aqueuse. Les particules de Ca(OH)_2 , ainsi ajoutées ou formées par réaction de la chaux avec l'eau de la suspension, présentent une taille typiquement inférieure à $10\ \mu\text{m}$; ces particules sont trop petites pour pouvoir augmenter la porosité du résidu ou gâteau de séparation et favoriser ainsi la dessiccation et la décontamination du gâteau de séparation liquide/solide.

Même si l'utilisation de chaux vive ajoutée sous la forme de particules plus grosses est susceptible de favoriser la centrifugation des boues en augmentant la porosité du gâteau de filtration ou centrifugation [comme décrit dans l'article publié dans *Wat. Sci. Tech.*, 1993, Vol.28 (No.1), pp 223-231], le problème de la réaction violente entre la chaux et l'eau de la suspension, qui n'est pas résolu, reste rédhibitoire.

On sait de l'article de S. DENNEUX-MUSTIN *et al.*, *Wat. Res.*, 2001, vol.35 (No. 12), pp 3018-3024, que l'utilisation de chaux associée à FeCl_3 favorise la déshydratation mécanique des boues. Cet effet est

également observé lorsque la chaux est ajoutée seule à une boue contenant déjà du fer comme décrit dans WO 99/10288 A.

On sait aussi que, lors de l'utilisation de flocculants polymères organiques, l'ajout de chaux engendre un pH élevé qui provoque, dans la plupart des cas, leur inactivation ou destruction par hydrolyse alcaline. Le brevet délivré EP 1154958 B propose de contourner cette difficulté en contrôlant ou retardant l'augmentation du pH ; la solution préconisée à cet effet comprend l'addition à la boue à concentrer d'un flocculant organique et d'une chaux particulière dans le cadre du pré-chaulage, ladite chaux étant choisie parmi l'ensemble constitué (selon le libellé de la revendication 1 dudit brevet) par :

- la chaux vive,
- la chaux éteinte sous forme pulvérulente,
- la chaux éteinte en suspension dans de l'eau ayant une taille de particules $d_{50} \geq 50 \mu\text{m}$,
- la chaux surcuite,
- la chaux vive contenant un additif fluide présentant un pouvoir d'agglomération des particules fines,
- la chaux vive contenant un agent retardateur d'hydratation,
- la chaux éteinte présentant des particules élémentaires agglomérées,
- la chaux éteinte additionnée d'un agent ralentisseur d'activité [i. e., selon le langage utilisé par EP 1154958 B au § [0019], un produit qui ralentit la dissolution de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ dans l'eau],
- la chaux éteinte présentant une teneur en matière sèche supérieure à 20 % en poids, et
- la chaux "défillérisée" [i. e., une chaux dans laquelle les particules fines ont été enlevées, en particulier celles ayant une taille inférieure ou égale à $200 \mu\text{m}$].

La description de EP 1154958 B signale en outre la possibilité de faire appel à une CVRR pour l'opération de pré-chaulage (voir à cet effet la dernière phrase du § [0026] de ce brevet) afin de ralentir la réaction d'extinction. Cependant ce brevet ne décrit ni ne suggère la caractéristique de la présente invention que ladite CVRR intervient dans l'agglomération des matières solides lors de l'opération de pré-chaulage; puis dans l'opération de post-chaulage pour la dessiccation et la décontamination des

matières solides contenues dans les boues.

Post-chaulage

Par ailleurs, l'utilisation de chaux vive, au cours du post-chaulage des suspensions concentrées contenant de l'eau, présente certes de nombreux avantages. On sait en particulier de WO 02/32818 A que l'augmentation du pH et de la température associée à la réaction de la chaux vive avec l'eau résiduelle contenue dans les gâteaux humides de séparation assure leur hygiénisation. En effet, outre le fait de libérer de la chaleur, il se trouve que la réaction (1) entre l'eau et la chaux vive :



consomme de l'eau et permet d'accroître le niveau de siccité du gâteau de séparation, comme indiqué dans US 4279279, la chaux vive CaO étant en effet capable de capter environ 32 % de son poids en eau.

Cependant, comme dans le cas du pré-chaulage, il est également difficile d'obtenir en post-chaulage un mélange homogène à cause de la violence de la réaction (1) précitée. De plus le post-chaulage nécessite une étape supplémentaire, à savoir le mélange de la suspension concentrée avec la chaux vive. Cette étape de mélange présente l'inconvénient d'augmenter le coût et la complexité des modalités opératoires, d'une part, et de déstructurer la suspension concentrée, que constitue le gâteau de séparation, par les contraintes mécaniques qu'elle génère, d'autre part.

L'inconvénient lié à la multiplication des étapes de traitement du gâteau de séparation se rencontre dans US 5679262 A, qui décrit une technique de post-chaulage comportant deux étapes. Cette technique permet certes de diminuer de 40 % la quantité de chaux vive nécessaire pour le traitement d'une boue, mais a le désavantage de rendre plus complexe les modalités de mise en œuvre dudit traitement.

CVRR

On connaît par ailleurs des chaux vives partiellement pré-hydratées à réactivité retardée (CVRR). Ces produits se présentent sous la forme de particules de chaux vive CaO revêtues d'une couche ou pellicule protectrice de chaux éteinte Ca(OH)_2 . Voir à cet effet la demande française publiée FR 2841895 A, qui propose en particulier une CVRR utile, en tant qu'agent liant pour compacter une charge minérale (telle que l'argile, la terre, le ciment, les boues et leurs mélanges), dans la

fabrication d'articles façonnés. Selon l'enseignement de FR 2841895 A, ladite CVRR intervient, dans la fabrication desdits articles façonnés, sous la forme d'une poudre ou, grâce à l'ajout d'un plastifiant (désigné "superplastifiant" par la personne du métier), sous la forme d'une
5 suspension aqueuse fluide et, le cas échéant, concentrée.

But de l'invention

Il existe un besoin en ce qui concerne le problème technique de la concentration, de la séparation et du séchage, au moyen de chaux vive ou éteinte, des produits solides contenus dans les suspensions dont le liquide
10 (l'eau ou un solvant organique) est susceptible de réagir avec la chaux vive. L'idéal serait d'avoir les avantages des opérations dites de pré-chaulage et de post-chaulage sans leurs inconvénients précités, d'une part, et de disposer d'un mélange homogène chaux/matières solides à recueillir (i) dans la suspension à traiter puis (ii) dans le résidu de séparation sans
15 manipulation supplémentaire contraignante et sans réaction violente du CaO avec H₂O ou le liquide organique de la suspension, d'autre part.

Aussi, on se propose de fournir une nouvelle solution technique au problème du traitement des suspensions comportant un liquide capable de réagir avec CaO, en vue de concentrer, décontaminer (i.e. "hygiéniser"
20 ou dépolluer), dessécher et recueillir les matières solides sèches contenues dans lesdites suspensions, notamment les suspensions aqueuses, d'une part.

On se propose également d'appliquer cette nouvelle solution technique plus particulièrement au traitement des boues, d'autre part.

25 On se propose en outre de fournir un procédé de traitement des dites boues afin de les concentrer, décontaminer, sécher et recueillir, par exemple en vue de leur épandage sans risque de pollution pour l'environnement, notamment pour améliorer ou amender les sols cultivables.

30 On propose enfin de fournir, en tant que produits industriels nouveaux (a) les boues purifiées obtenues selon ce procédé, et (b) une combinaison d'une CVRR avec au moins un sel de fer et/ou d'aluminium.

Objet de l'invention

Ce but a été atteint grâce à la mise en œuvre d'une chaux réactive
35 particulière, à savoir une chaux vive partiellement pré-hydratée à

réactivité retardée (CVRR), susceptible d'être obtenue selon l'enseignement du document FR 2 841 895 A précité, et qui intervient dans l'opération de pré-chaulage par la couche de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, puis dans l'opération de post-chaulage par le noyau de CaO .

5 Selon un premier aspect de l'invention on préconise une nouvelle utilisation de chaux vive dans la concentration, séparation et dessiccation de matières solides en émulsion dans un liquide, ladite utilisation étant caractérisée en ce que l'on fait appel à une chaux vive partiellement pré-hydratée à réactivité retardée (CVRR), qui est constituée de particules de
10 chaux vive CaO revêtues d'une couche protectrice de chaux éteinte $\text{Ca}(\text{OH})_2$, la chaux éteinte de la CVRR servant à la floculation ou concentration des matières solides avant séparation, et la chaux vive de ladite CVRR servant à la dessiccation desdites matières solides pendant ou (mieux) après séparation.

15 Selon un second aspect de l'invention, on préconise un nouveau procédé pour la concentration, la séparation, la dessiccation et la décontamination des matières solides d'une boue au moyen de chaux en vue de séparer ses matières solides, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :

- 20 (α) mettre en contact et sous agitation, pendant 0,4 à 30 minutes, de préférence pendant une durée inférieure ou égale à 10 minutes, et mieux pendant une durée de 2 à 3 minutes, de la chaux vive partiellement pré-hydratée à réactivité retardée (CVRR) avec la boue à traiter, à raison d'au moins 1 partie en
25 poids sec de ladite CVRR pour 100 parties en poids sec de matières solides contenues dans ladite boue, le $\text{Ca}(\text{OH})_2$ des particules de ladite CVRR servant à la concentration ou floculation desdites matières solides ;
- 30 (β) séparer, notamment par filtration, centrifugation ou décan-tation, la suspension résultante pour obtenir un matériau solide se présentant sous la forme d'un premier gâteau humide, qui est un mélange homogène desdites matières solides concentrées, de ladite CVRR et d'eau; puis,
- 35 (γ) faire réagir ou laisser réagir le CaO de ladite CVRR, qui est contenue dans ledit matériau solide ainsi séparé, avec l'eau

dudit matériau solide.

Selon un autre aspect de l'invention, on préconise, en tant que produit industriel nouveau, un matériau solide issu d'une boue, susceptible d'être obtenu selon ce procédé, ledit matériau étant caractérisé en ce qu'il

5 a été purifié au moyen d'une CVRR constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)_2 , de préférence constituée de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de Ca(OH)_2 , et mieux constituée de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de Ca(OH)_2 , ayant une granulométrie moyenne telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200$

10 μm et étant utilisée (i) sous forme de poudre ou (ii) sous forme de suspension aqueuse à une concentration de supérieure ou égale à 10 % en poids.

Selon enfin un autre aspect de l'invention, l'on préconise pour le traitement d'une boue une combinaison de

15 (a) une CVRR, constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)_2 , de préférence constituée de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de Ca(OH)_2 , et mieux constituée de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de Ca(OH)_2 , ayant une granulométrie moyenne telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$ et étant utilisée (i) sous forme de poudre ou (ii) sous forme de suspension aqueuse à une concentration supérieure ou égale à 10 % en poids,

20

avec

(b) au moins un sel métallique, notamment un sel de Fe^{3+} et/ou un

25 sel de Al^{3+} , de préférence FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ et/ou le chlorure basique d'aluminium,

dans laquelle la CVRR et le sel métallique sont conditionnés séparément, sous la forme de deux produits distincts, ou ensemble, sous la forme d'un seul produit résultant de leur mélange,

30 ladite combinaison étant notamment utile pour (i) la séparation matières solides/eau d'une boue industrielle, d'une boue urbaine, d'une boue d'eaux usées, d'une boue biologique, d'une boue agricole telle que le lisier, ou d'une boue de dragage, et (ii) la décontamination, le séchage et la rectification de la formulation des matières solides résultant de ladite

35 séparation.

Brève description du dessin

Dans le dessin annexé, la figure unique (Fig. 1) permet de comparer les réactivités de plusieurs chaux dans le système température de la boue (en °C) en ordonnées en fonction de la durée de réaction (en secondes) en abscisses.

Description détaillée de l'invention

Dans l'expression "chaux vive à réactivité retardée", on entend que le CaO contenu dans la CVRR présente, en contact avec de l'eau, une réactivité retardée de l'ordre de quelques minutes à 2 heures voire plus selon FR 2841895 A, par rapport à celle de la chaux vive non pré-hydratée. Le retard de réactivité augmente avec la teneur en Ca(OH)_2 de la CVRR. En outre il est fonction de la concentration et de la nature des matières constitutives de la suspension que l'on veut traiter.

Quand il s'agit de granulométrie, par

$$d_x \leq y \text{ (en } \mu\text{m)}$$

on entend ici le fait que x % en poids des particules concernées ont une taille inférieure ou égale à y μm .

Le taux de siccité (TC) correspond au pourcentage de matière sèche dans une suspension. Il est calculé ici par la relation :

$$TC = 100 \frac{MSO}{MSU}$$

où MSO est la masse des matières solides contenues dans la suspension, et MSU est la masse totale de la suspension.

Le gain de siccité est également exprimé en pourcentage et correspond à la différence entre le TC de la suspension avant séparation et le TC de la suspension après séparation :

$$\text{gain de siccité} = TC_{\text{avant}} - TC_{\text{après}}$$

Selon l'invention, on ajoute en amont de l'étape de séparation liquide-solide une CVRR, notamment telle que décrite dans le document FR 2841895 A précité.

Quand la CVRR est ajoutée à la suspension lors de l'étape de pré-chauffage, chaque noyau de chaux vive ne réagit pas avec l'eau contenue dans la suspension, eu égard au temps de latence de la réaction (1) du fait de sa couche protectrice de Ca(OH)_2 . Cette circonstance permet d'obtenir facilement un mélange homogène entre la chaux et la suspension et

d'éviter de perturber le procédé de séparation liquide-solide. En outre, de manière surprenante, le contact entre la couche de Ca(OH)_2 et la suspension génère un pH suffisamment élevé pour favoriser la séparation liquide-solide, le cas échéant en association avec des sels métalliques. La granulométrie de cette chaux permet également d'accroître la porosité des gâteaux et favorise les performances des systèmes de séparation mécanique comme les centrifugeuses, les filtres-presse et les filtres à bande.

Après séparation, la couche de Ca(OH)_2 se résorbe et libère le noyau de chaux vive qu'elle enrobe. Ce noyau de CaO va alors réagir avec l'eau résiduelle présente dans le gâteau ou résidu de séparation. Cette réaction produira de la chaleur, engendrera un pH élevé et assurera ainsi l'hygiénisation. En outre, cette réaction augmentera encore le taux de siccité du gâteau ou résidu de séparation. Le traitement est alors plus performant et plus économique que celui décrit dans les solutions techniques antérieurement connues, car au moment de la réaction, la chaux est déjà bien dispersée de façon homogène dans ledit gâteau ou résidu de séparation, et que l'on évite une étape coûteuse et longue de mélange. En bref, l'invention présente enfin l'avantage de n'utiliser qu'une seule chaux particulière, la CVRR, pour mettre en œuvre de façon combinée et successive les opérations de pré-chaulage puis post-chaulage.

Comme indiqué plus haut, la CVRR est constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)_2 . De préférence la CVRR sera constituée de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de Ca(OH)_2 , et mieux de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de Ca(OH)_2 .

Ladite CVRR est selon l'invention utilisée (i) sous forme de poudre ou (ii) sous forme de suspension aqueuse à une concentration supérieure ou égale à 10 % en poids. Quand elle intervient sous forme de suspension aqueuse, ladite CVRR sera de façon avantageuse à une concentration pouvant être supérieure ou égale à 50 % en poids, et mieux à une concentration de 60 à 90 % en poids. En bref utilisée sous forme de suspension aqueuse, ladite CVRR sera à une concentration de 10 à 90 % en poids, les concentrations élevées (par exemple de l'ordre 75 à 90 % en poids) pouvant être obtenues par addition d'un superplastifiant connu dans

l'art.

La solution technique de l'invention s'applique tout particulièrement au traitement des boues, notamment aux :

- boues industrielles,
- 5 - boues de dragage,
- boues agricoles telles que les lisiers,
- boues biologiques (pouvant contenir des microorganismes susceptibles d'être pathogène pour l'environnement),
- boues issues du traitement des eaux usées, et
- 10 - boues urbaines.

La CVRR est d'abord mélangée avec la suspension à concentrer et à traiter à laquelle on a éventuellement déjà ajouté la solution de sels métalliques, idéalement du chlorure ferrique, du sulfate d'aluminium et/ou du chlorure basique d'aluminium [on rappelle que le chlorure basique d'aluminium, également dénommé "oxychlorure d'aluminium", est un
15 produit ayant pour formule : $\text{Al}_2(\text{OH})_3\text{Cl} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ selon le *MERCK INDEX*, 13ème édition, 2001]. Le mélange peut être réalisé par n'importe quelle technique, mais de préférence dans un malaxeur. Durant la phase de mélange, la granulométrie de la CVRR n'évolue pas ou peu. Elle sera
20 donc ajustée pour optimiser le fonctionnement de l'outil et les performances du procédé de dessiccation. En ce qui concerne la granulométrie de la CVRR, il s'agissait de trouver un compromis optimisé entre la nécessité d'avoir des particules de petite taille pour assurer une bonne répartition de la chaux et la nécessité d'avoir des particules de taille
25 suffisante pour accroître la porosité du gâteau ou du résidu et favoriser la séparation liquide-solide.

La solution technique préconisée ici est que ladite CVRR utilisée a une granulométrie inférieure à 5 mm. On recommande, pour disposer d'une bonne porosité au niveau du gâteau ou résidu de séparation, une
30 CVRR ayant de préférence une granulométrie moyenne comprise entre 20 μm et 500 μm . En pratique, on éliminera les particules ayant une taille supérieure à 500 μm pour éviter les phénomènes de décantation notamment pour les suspensions présentant des viscosités faibles. Sauf cas particulier, le d_{50} ne sera pas choisi inférieur à 20 μm afin de prévenir la
35 diminution de la porosité des gâteaux ou résidus de séparation.

La granulométrie moyenne de la CVRR, que l'on recommande tout particulièrement selon l'invention, est telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$. Si cela est souhaitable, il est même possible de tamiser la CVRR pour écarter les particules ayant une taille supérieure ou égale à $200 \mu\text{m}$, puis celles
5 ayant une taille inférieure ou égale à $20 \mu\text{m}$.

La chaux sera dosée en fonction de la teneur en matières sèches de l'émulsion à traiter, des caractéristiques rhéologiques attendues pour le produit concentré final, des contraintes de pH ou de température imposées notamment par l'hygiénisation dudit produit final. En pratique, on
10 utilisera au moins 1 partie en poids de CVRR pour 100 parties en poids sec de matières solides contenues dans l'émulsion à traiter.

La chaux selon l'invention sera avantageusement utilisée, notamment pour le traitement d'une boue industrielle, urbaine ou biologique, selon une quantité de CVRR, exprimée en équivalents de CaO , de 20 à 100
15 parties en poids pour 100 parties en poids sec de matières solides contenues dans la boue à traiter, ladite CVRR intervenant

- (i) sous la forme d'une poudre, ou
- (ii) sous la forme d'une suspension aqueuse à une concentration supérieure ou égale à 10 % en poids, de préférence à une
20 concentration supérieure ou égale à 50 % en poids, et mieux (en association avec un superplastifiant) à une concentration de 75 à 90 % en poids.

A l'étape (α) du procédé de l'invention on met en contact et sous agitation, pendant 0,4 à 30 minutes, en particulier pendant une durée
25 inférieure ou égale à 10 minutes, et notamment pendant 2 à 3 minutes, la CVRR avec la boue à traiter, le Ca(OH)_2 des particules de ladite CVRR servant à la concentration ou floculation desdites matières solides.

Une durée inférieure ou égale à 10 minutes est surtout recommandée afin d'assurer l'intégrité des noyaux de chaux vive de la CVRR pendant
30 l'étape (α). Grâce à sa granulométrie, ladite CVRR agit comme minéral sur la porosité du gâteau ou résidu de séparation et favorise l'obtention de gains de siccité.

A l'étape (β) de ce procédé, on sépare par filtration, centrifugation ou décantation le matériau humide obtenu, qui comprend les matières
35 solides de la suspension initiale, les particules de la CVRR et de l'eau.

Cette opération est réalisable au moyen d'un dispositif approprié, par exemple une centrifugeuse, un filtre-presse ou un filtre à bande, voire encore une cuve de décantation.

5 A l'étape (γ) du procédé de l'invention, on peut laisser réagir le CaO de la CVRR avec l'eau du gâteau ou résidu de séparation. Cependant, afin de favoriser la séparation solide-liquide et/ou éviter des temps d'attente trop longs, on prévoit selon l'invention la possibilité de provoquer, dans la suspension concentrée, la réaction entre CaO et l'eau. Il existe également un intérêt de pouvoir localiser la réaction à un endroit où l'on peut
10 maîtriser et valoriser le dégagement de chaleur et éventuellement de gaz, comme dans le cas du NH_3 libéré lors du traitement des suspensions contenant des sels d'ammonium comme les lisiers.

Ainsi la réaction de l'étape (γ) peut avantageusement être initiée :

- par voie thermique, notamment par apport de vapeur sèche ;
- 15 • par voie sonique, notamment par un champ d'ultrasons ; ou
- par voie chimique, notamment avec une substance choisie parmi l'ensemble constitué par les acides minéraux, les acides organiques, les sels alcalins, les sels alcalino-terreux, les polyols et leurs mélanges.

20 Le déclenchement peut être effectué par activation thermique, sonique ou en ajoutant un déclencheur chimique. L'objectif de ce déclenchement est de détruire la couche d'hydroxyde de calcium et de libérer les noyaux de chaux vive. Les déclencheurs chimiques sont des substances réagissant avec l'hydroxyde de calcium ou pouvant modifier sa
25 solubilité. Ils seront préférentiellement choisis parmi l'ensemble comprenant les acides inorganiques (notamment HCl ou HNO_3), les acides organiques, les sels alcalins (notamment NaCl), les sels alcalino-terreux (notamment CaCl_2), les polyols (notamment sorbitol, glycérol, penta-érythrol et polyalkylèneglycols) et leurs mélanges. Ils seront ajoutés sous
30 forme solide ou liquide ou encore sous forme de suspension. De façon pratique, le déclencheur chimique peut être ajouté en solution (notamment à 1 % en poids) dans l'eau de lavage du gâteau humide de séparation. La nature et la dose du déclencheur chimique seront ajustés selon l'effet désiré.

35 Le déclenchement de la réaction de l'étape (γ) peut être initié, le cas

échéant, pendant la séparation de l'étape (β) ou, mieux, après ladite étape (β).

Lors de la mise en œuvre de l'étape (γ), la siccité augmente progressivement pour atteindre un palier. L'hydratation de la chaux vive
5 dégage de la chaleur (1160 kJ par kg de CaO à 20°C). Les élévations de température associées à ce dégagement sont d'autant plus importantes que l'on minimise les déperditions calorifiques. On peut, par exemple, contrôler le procédé de l'invention de façon à initier la réaction de l'étape (γ), lorsque la suspension que l'on traite est stockée dans un endroit isolé
10 thermiquement. Les températures requises pour une hygiénisation thermique (i. e. une température supérieure à 55°C pendant 75 minutes) pourront être atteintes sans traitement supplémentaire.

D'autres avantages et caractéristiques de l'invention seront mieux compris à la lecture qui va suivre d'exemples de réalisation (Ex 1-Ex.6) et
15 d'exemples comparatifs (A1-A4). Bien entendu, l'ensemble de ces éléments n'est pas limitatif mais est fourni à titre d'illustration.

Exemple 1

Une boue biologique d'origine industrielle, présentant une concentration en matières solides de 2,2% en poids sec, est mélangée sous
20 agitation dans la cuve de 1 m³ d'une centrifugeuse (fonctionnant à 20 m³/h) avec une CVRR ayant un rapport pondéral CaO/Ca(OH)₂ de 90/10 et une granulométrie telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$, à raison de 1 partie en poids sec de CVRR pour 1 partie en poids sec de matières solides, soit ici 22 kg de CVRR pour 1 m³ de boue à traiter. Une solution aqueuse
25 contenant 500 g/L de chlorure ferrique est ajoutée simultanément dans la cuve à raison de 0,8 L de cette solution pour 1 m³ de boue à traiter. Après centrifugation on obtient un premier gâteau humide ayant un TC de 37 %, dans lequel la CVRR est répartie de façon uniforme. On laisse reposer ce premier gâteau humide en sorte que la réaction du CaO de la CVRR avec
30 l'eau dudit premier gâteau se réalise. Après 72 h, on constate que la siccité du gâteau final a augmenté ; elle est de 42 % et reste constante au-delà de 72 h.

Exemple comparatif A1

La boue biologique de l'exemple 1 est traitée conventionnellement,
35 dans la cuve de même centrifugeuse, avec un flocculant organique

polymère (ici un copolymère acide acrylique/acrylamide), à raison de 15 g en poids sec de flocculant pour 1 kg de matières solides en poids sec de ladite boue. On obtient un premier gâteau humide de séparation, qui est recueilli, présente un TC de 18 %. Ce premier gâteau est ensuite mélangé
5 avec de la chaux vive à raison de 1 partie en poids sec de CaO pour 1 partie en poids sec de matières solides de ladite boue initiale. Après mélange, le gâteau final que l'on obtient, est déstructuré par l'action de la chaux vive et présente un TC de 34 % qui, mesuré après 72 h, reste constant.

10 *Exemple 2*

On opère selon le procédé de l'exemple 1 ci-dessus, mais avec la différence que l'on utilise (a) 0,55 partie en poids sec de CVRR (i. e. 0,5 partie en poids de CaO) pour 1 partie en poids sec de matières solides de la boue initiale, et (b) 0,4 L (au lieu de 0,8 L) de solution aqueuse de
15 FeCl_3 pour 1 m³ de boue à traiter. Le second gâteau que l'on recueille a un TC de 31 %. Après 72 h, on constate que le TC a augmenté et est de 34 % et reste constante au-delà de 72 h.

Exemple comparatif A2

On opère selon le procédé de l'exemple comparatif A1, mais avec la
20 différence que l'on utilise pour traiter le premier gâteau, qui a un TC de 18 %, une quantité de 0,5 (au lieu de 1) partie en poids de chaux vive pour 1 partie en poids sec de matières solides de la boue. On obtient un gâteau final ayant un TC de 27,5 %, qui mesuré après 72 h, reste constant.

Exemple 3

25 La boue biologique de l'exemple 1 est traitée dans un filtre-pressé avec un ajout de 1 kg de CVRR [ayant un rapport pondéral $\text{CaO}/\text{Ca}(\text{OH})_2$ de 85/15 et une granulométrie telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$] à raison de 1 partie en poids sec de CVRR pour 1 partie en poids sec de matières solides, soit ici 22 kg de CVRR pour 1 m³ de boue à traiter. Une solution
30 aqueuse à 500 g/L de FeCl_3 est ajoutée simultanément à raison de 0,8 L pour 1 m³ de boue à traiter. Le TC du gâteau final obtenu est de 42 %. Après 72 h, on constate que TC a augmenté et est de 48 %.

Exemple comparatif A3

On traite la boue biologique de l'exemple 1 de façon conventionnelle
35 dans un filtre-pressé en y ajoutant 1 kg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ pour 1 kg de matière

sèche contenue dans cette boue. Le premier gâteau de filtration présente un TC de 41 % et une structure ne permettant pas l'opération de post-chaulage.

Exemple 4

5 Une boue biologique d'origine urbaine présentant une teneur en matière sèche de 2,4 % en poids est mélangée, sous agitation, dans une cuve de 1 m³ avec la CVRR de l'exemple 1 ajoutée à raison de 0.5 partie en poids pour 1 partie en poids de matière sèche, soit 12 kg pour 1 m³ de boue à traiter. Une solution aqueuse à 500g/L de FeCl₃ est ajoutée
10 simultanément à raison de 0,5 L pour 1 m³ de boue à traiter. Le TC du gâteau final obtenu par séparation sur filtre à bande (opérant avec un débit de 6 m³/h) est de 34 %. Après 72 h, on constate que TC a augmenté et est de 37 %.

Exemple comparatif A4

15 La boue de l'exemple 4 est traitée conventionnellement au moyen du même filtre à bande en y ajoutant 5 g de polymère (polyacrylamide) pour 1 kg de matière sèche. Le premier gâteau de filtration, ainsi obtenu, est mélangé avec de la chaux vive à raison de 0,5 kg de CaO pour 1 kg de matière sèche de la boue initiale. Après mélange, le gâteau déstructuré par
20 l'opération présente un TC de 32 % qui reste constant après 72 h.

Exemple 5

Un lisier de porc homogène présentant une concentration en matière sèche de 5,5% en poids est mélangé, sous agitation, dans une cuve de 1 m³ d'une centrifugeuse, opérant à un débit de 4 m³/h, avec la CVRR de
25 l'exemple 3 ajoutée à raison de 10 kg de CVRR pour 1 m³ de boue à traiter. Le lisier centrifugé se présente immédiatement sous la forme d'une poudre divisée légèrement humide. Après 24 heures, cette poudre est parfaitement sèche et facilement manipulable ; son TC est de 39 %.

Exemple 6

30 Déclenchement de la réaction de post-chaulage par voie chimique

La mesure des réactivités des chaux est réalisée selon la méthode normalisée EN459-2. La modification essentielle, mise en oeuvre ici, porte sur le remplacement de l'eau déminéralisée par une boue biologique ayant une teneur en matières sèches solides de 2,7 %. 150 g de chaux
35 (chaux vive CaO ou CVRR selon l'exemple 1) sont plongés brutalement

dans 600 g de cette boue à 20°C. Dès l'introduction, la température du mélange résultant sous agitation est mesurée en continu. Les courbes de montée en température sont présentées à la figure 1. L'additif de déclenchement (HCl) est ajouté, à l'instant A, à raison de 1 % en poids par rapport à la masse de CaO mise en œuvre.

Dans le système température de la boue (en °C) en fonction de la durée de réaction (en secondes) de la figure 1, la courbe 1 concerne la boue additionnée de chaux vive normale, la courbe 3 concerne la boue additionnée de la CVRR, et la courbe 2 montre l'effet de l'additif de déclenchement après son incorporation à l'instant A dans le mélange boue + CVRR.

REVENDEICATIONS

1. Utilisation de chaux vive dans la séparation, concentration, et dessiccation de matières solides en émulsion dans un liquide, ladite utilisation étant caractérisée en ce que l'on fait appel à une chaux vive partiellement pré-hydratée à réactivité retardée (CVRR), qui est constitué par des particules de chaux vive CaO revêtues d'une couche protectrice de chaux éteinte Ca(OH)_2 , la chaux éteinte de la CVRR servant à la floculation ou concentration des matières solides avant séparation, et la chaux vive de ladite CVRR servant à la dessiccation desdites matières solides pendant ou (mieux) après séparation.
2. Utilisation suivant la revendication 1, caractérisée en ce que ladite CVRR est constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)_2 , de préférence constituée de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de Ca(OH)_2 , et mieux constituée de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de Ca(OH)_2 .
3. Utilisation suivant la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que en ce que ladite CVRR a une granulométrie inférieure à 5 mm, de préférence une granulométrie moyenne comprise entre 20 μm et 500 μm , et mieux une granulométrie moyenne telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$.
4. Utilisation suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée par le fait que ladite CVRR est associée à au moins un sel métallique, notamment un sel de Fe^{3+} et/ou un sel de Al^{3+} , de préférence FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ et/ou le chlorure basique d'aluminium.
5. Procédé pour le traitement d'une boue au moyen de chaux en vue de concentrer, dessécher et recueillir ses matières solides, ledit procédé étant caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant à :
 - (α) mettre en contact et sous agitation, pendant 0,4 à 30 minutes, de préférence pendant une durée inférieure ou égale à 10 minutes, et mieux pendant une durée de 2 à 3 minutes, de la chaux vive partiellement pré-hydratée à réactivité retardée (CVRR) avec la boue à traiter, à raison d'au moins 1 partie en poids sec de ladite CVRR pour 100 parties en poids sec de matières solides contenues dans ladite boue, le Ca(OH)_2 des particules de ladite CVRR servant à la concentration ou

floculation desdites matières solides ;

(β) séparer, notamment par filtration, centrifugation ou décan-
tation, la suspension résultante pour obtenir un matériau solide
se présentant sous la forme d'un premier gâteau humide, qui est
un mélange homogène desdites matières solides concentrées, de
ladite CVRR et d'eau; puis,

(γ) faire réagir ou laisser réagir le CaO de ladite CVRR, qui est
contenue dans ledit matériau solide ainsi séparé, avec l'eau
dudit matériau solide.

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé
en ce que l'étape (α) est mise en œuvre avec une CVRR constituée de 40
à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de Ca(OH)₂, de
préférence de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de
Ca(OH)₂, et mieux de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids
de Ca(OH)₂, selon une quantité de CVRR, exprimée en équivalents de
CaO, de 20 à 100 parties en poids pour 100 parties en poids sec de
matières solides contenues dans ladite boue, ladite CVRR ayant une
granulométrie inférieure à 5 mm, de préférence une granulométrie
moyenne comprise entre 20 μm et 500 μm, et mieux une granulométrie
moyenne telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$, et ladite CVRR intervenant

(i) sous la forme d'une poudre, ou

(ii) sous la forme d'une suspension aqueuse à une concentration
supérieure ou égale à 10 % en poids, de préférence à une
concentration supérieure ou égale à 50 % en poids, et mieux
(en association dans ce cas avec un superplastifiant) à une
concentration de 75 à 90 % en poids,

en ce que la séparation de l'étape (β) est mise en œuvre au moyen d'une
centrifugeuse, d'un filtre-presse ou d'un filtre à bande, et

en ce que la réaction de l'étape (γ) est déclenchée, pendant ou après
l'étape (β), notamment par initiation par voie thermique, sonique ou
chimique.

7. Procédé suivant la revendication 5 ou 6, caractérisé en ce que la
réaction de l'étape (γ) est initiée

- par voie thermique, notamment par apport de vapeur sèche ;

- par voie sonique, notamment par un champ d'ultrasons ; ou

- par voie chimique, notamment avec une substance choisie parmi l'ensemble constitué par les acides minéraux, les acides organiques, les sels alcalins, les sels alcalino-terreux, les polyols et leurs mélanges.
- 5 8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisé en ce que l'étape (α) est mise en œuvre avec une association de la CVRR avec au moins un sel métallique, notamment un sel de Fe^{3+} et/ou un sel de Al^{3+} , de préférence FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ et/ou le chlorure basique d'aluminium.
- 10 9. Matériau pour le traitement d'une boue, caractérisé en ce qu'il s'agit d'une combinaison de
- 15 (a) une CVRR, constituée de 40 à 98 % en poids de CaO et de 60 à 2 % en poids de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, de préférence constituée de 80 à 92 % en poids de CaO et de 20 à 8 % en poids de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, et mieux constituée de 85 à 90 % en poids de CaO et de 15 à 10 % en poids de $\text{Ca}(\text{OH})_2$, ayant une granulométrie moyenne telle que $20 \mu\text{m} \leq d_{50} \leq 200 \mu\text{m}$ et étant utilisée (i) sous forme de poudre ou (ii) sous forme de suspension aqueuse à une concentration supérieure ou égale à 10 % en poids,
- 20 avec
- (b) au moins un sel métallique, notamment un sel de Fe^{3+} et/ou un sel de Al^{3+} , de préférence FeCl_3 , $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ et/ou le chlorure basique d'aluminium,
- 25 dans laquelle la CVRR et le sel métallique sont conditionnés séparément, sous la forme de deux produits distincts, ou ensemble, sous la forme d'un seul produit résultant de leur mélange,
- 30 ladite combinaison étant notamment utile pour (i) la séparation matières solides/eau d'une boue industrielle, d'une boue urbaine, d'une boue d'eaux usées, d'une boue biologique, d'une boue agricole telle que le lisier, ou d'une boue de dragage, et (ii) la décontamination des matières solides résultant de ladite séparation.

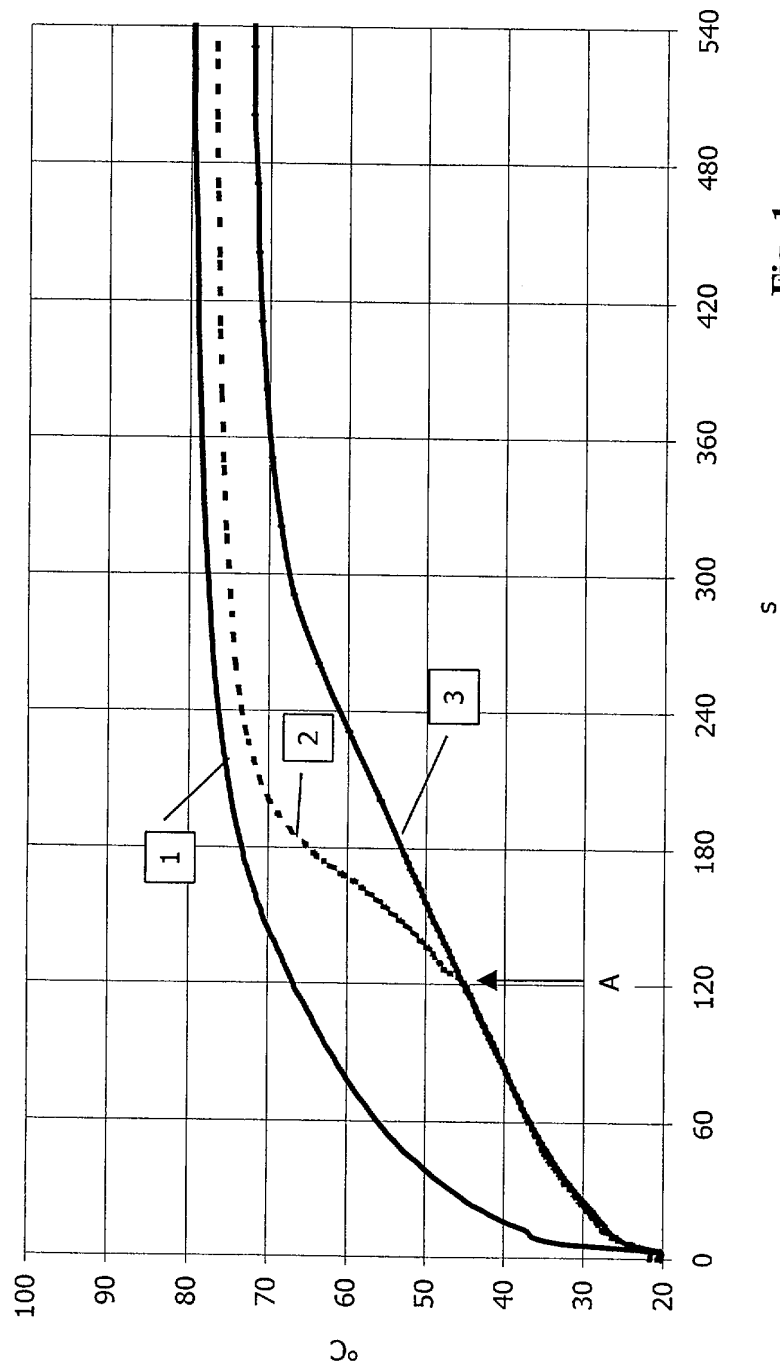


Fig. 1



RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 656613
FR 0409767

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
D,X	FR 2 841 895 A (GOMBART MARC) 9 janvier 2004 (2004-01-09)	1	C04B2/02 C01F11/02 C02F11/14
Y	* revendications *	9	
Y	JP 60 054799 A (OOTOSETSUTO:KK; OOTO SETSUTO KK) 29 mars 1985 (1985-03-29) * abrégé *	9	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (Int.CL.7)
			C02F
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
13 avril 2005		Serra, R	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE**RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0409767 FA 656613**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **13-04-2005**

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
FR 2841895	A	09-01-2004	FR	2841895 A1	09-01-2004

JP 60054799	A	29-03-1985	JP	1614977 C	15-08-1991
			JP	2032040 B	18-07-1990
