

ROYAUME DE BELGIQUE

NUMERO DE PUBLICATION : 1017483A5

SPF ECONOMIE, P.M.E.,
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

NUMERO DE DEPOT : 2007/0098

Classif. Internat. : C04B

Date de délivrance le : 07 Octobre 2008

Office de la Propriété intellectuelle

Le Ministre de l'Economie,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété intellectuelle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d'invention, notamment l'article 22;

Vu l'arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, notamment l'article 28;

Vu le procès verbal dressé le 08 Mars 2007 à 14H15 à l'Office de la Propriété Intellectuelle

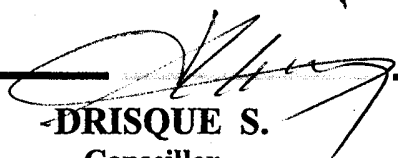
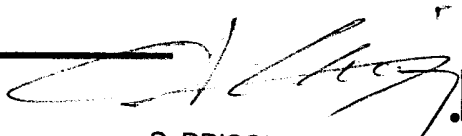
ARRETE :ARTICLE 1.- Il est délivré à : COUNCIL OF SCIENTIFIC & INDUSTRIAL RESEARCH
Anusandhan Bhawan, Rafi Marg, NEW DELHI 110001(INDE)représenté(e)(s) par : PLUCKER Guy, OFFICE KIRKPATRICK S.A., Avenue Wolfers 32 - B
1310 LA HULPE.

un brevet d'invention d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : PROCEDE AMELIORE DE PRODUCTION DE CIMENT PORTLAND AVEC DES CONSTITUANTS SECONDAIRES CONTENANT UNE PROPORTION SUPERIEURE DE CENDRES VOLANTES UTILISANT UN BROUAGE A HAUTE ENERGIE.

INVENTEUR(S) : Rakesh Kumar, c/o National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur - 831007, Jharkhand (IN); Sanjay Kumar, c/o National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur - 831007, Jharkhand (IN); Amitava Bandopadhyay, c/o National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur - 831007, Jharkhand (IN); Surya Pratap Mehrotra, c/o National Metallurgical Laboratory, Jamshedpur - 831007, Jharkhand (IN)

PRIORITE(S) 10.03.06 IN INA644DEL06

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeurs(s).

Pour expédition certifiée conformeBruxelles, le 07 Octobre 2008
PAR DELEGATION SPECIALE :
DRISQUE S.
Conseiller
S. DRISQUE
Conseiller

.be

Procédé amélioré de production de ciment Portland avec
des constituants secondaires contenant une proportion
supérieure de cendres volantes utilisant un broyage à
haute énergie

5 La présente invention concerne un procédé
amélioré de production de ciment Portland avec des
constituants secondaires contenant une proportion
supérieure de cendres volantes utilisant un broyage à
haute énergie. L'invention concerne en particulier un
10 procédé de production de ciment Portland à pouzzolane
utilisant des scories de ciment et une proportion
supérieure de cendres volantes, qui sont constituées de
déchets générés par les centrales thermiques.

 Les produits obtenus par le procédé de la
15 présente invention peuvent être de tailles et de formes
de particules différentes, de surfaces spécifiques
différentes et de réactivité différente. Le ciment
Portland à pouzzolane de la présente invention sera
utile dans les immeubles et d'autres grandes structures,
20 comme les barrages, les ponts, les routes, etc. Les
procédés connus jusqu'à présent pour produire un ciment
Portland à pouzzolane utilise des scories de ciment, des
cendres volantes et du gypse. Les procédés existants
utilisent des scories de ciment dans la plage de 70-90%
25 en poids, des cendres volantes dans la plage de 5-25% en
poids et du gypse dans la plage de 1 à 5% en poids. Le
procédé existant pour produire les scories de ciment qui
constituent le principal matériau brut du ciment
Portland à pouzzolane consiste à concasser des matériaux
30 bruts comme le calcaire, l'argile, le quartz, la

quartzite etc. dans un concasseur à mâchoires, à broyer finement le matériau brut concassé dans un broyeur à boulets ou un broyeur à cylindres vertical, en dosant les matériaux bruts, en les mélangeant dans des silos et en les cuisant dans un four rotatif au charbon.

Les procédés existants (A.K. Chatterjee, Availability and use of pozzolanic and cementitious solid wastes in India, Proceedings International Symposium on Concrete Technology for Sustainable development in the 21st Century, CMA, New Delhi, 1999) pour produire le ciment Portland à pouzzolane consistent à broyer conjointement des scories de ciment, des cendres volantes et du gypse pendant 30 à 60 minutes dans un broyeur. L'air est en circulation dans les broyeurs pour un broyage homogène. Le produit obtenu après broyage est du ciment Portland à pouzzolane.

Traditionnellement, le ciment Portland à pouzzolane est produit en broyant conjointement des scories de ciment avec des cendres volantes dans des broyeurs (A.K. Chatterjee, Availability and use of pozzolanic and cementitious solid wastes in India, Proceedings International Symposium on Concrete Technology for Sustainable development in the 21st Century, CMA, New Delhi, 1999). On peut faire référence au brevet International n° PCT/SE2003/001009 dans lequel les émissions de dioxyde de carbone sont réduites en utilisant des cendres volantes. Le procédé et la composition pour la fabrication du ciment Portland à pouzzolane contenant des cendres volantes a été breveté en Inde en 1999 (1421/DEL/99). On peut faire référence à R.A. Helmuth, Fly Ash in cement and concrete, PCA,

Stokie III, 1997, dans lequel le ciment Portland à pouzzolane produit par les procédés existants a une résistance initiale inférieure et un temps de prise plus long que le ciment Portland ordinaire et ceci restreint l'utilisation de grandes proportions de cendres volantes dans le ciment Portland avec des constituants secondaires. On peut faire référence à V.M. Malhotra, *Advances in Concrete Technology*, 2^{ème} édition, CANMET, Natural Resources Canada Publications, Ottawa, 1994, dans lequel les utilisations de grand volume de cendres volantes dans les ciments Portland avec des constituants secondaires ont attiré l'attention intensive des chercheurs. On suggère que le broyage fin des constituants de ciment Portland avec des constituants secondaires, à savoir les scories et les cendres volantes, améliore la réactivité et l'utilisation de grand volume de cendres volantes dans le ciment (N. Bouzoubaa et al., *Laboratory produced high volume fly ash blended cements: Physical properties and compressive strength of mortars*, *Cem Concr. Res.*, Vol 28, No. 11, 1998, 1555-1569). En raison de la finesse des poudres, la distribution contrôlée de la taille de particules (CPSD) compense l'activité hydraulique relativement basse des cendres volantes. On peut faire référence à S. Nagataki, E. Sakai et T. Takeuchi, *The fluidity of fly ash-cement paste with superplasticizer*. *Cem. Concr. Res.* 14 5 (1984), pp. 631-638, où les cendres volantes avec des distributions différentes de la taille de particule changent la densité de tassement et la fluidité de la pâte pure. On peut faire référence à J. Paya et al. « Mechanical treatment of fly ashes:

Particle morphology of ground fly ash and workability of GFA-cement mortars, Cem. Concr. Res., Vol 26, No. 2, 1996, 225-235, où l'aptitude au façonnage du ciment Portland avec pouzzolane est améliorée quand des cendres
5 volantes broyées avec un broyeur à boulets pendant différentes périodes sont utilisées dans le ciment. Selon la littérature et les brevets et l'information disponible, on peut mentionner qu'à présent aucun procédé de production de ciment Portland à pouzzolane
10 utilisant l'activation mécanique n'est disponible. Le but de ce développement est d'utiliser des déchets abondamment disponibles comme les cendres volantes, qui constituent une cause de pollution environnementale, comme constituant majeur pour obtenir un produit à
15 valeur ajoutée comme le ciment Portland à pouzzolane.

Le procédé connu jusqu'à présent a les limites suivantes :

a. le principal matériau brut pour le ciment Portland à pouzzolane est constitué de scories de ciment
20 (70 à 90% en poids). Les cendres volantes ne peuvent être utilisées que dans la plage de 5 à 25% en poids. La formation de scories de ciment est un procédé à forte intensité d'énergie à cause du concassage, du broyage et de la cuisson à haute température. La production de 1
25 tonne de scories consomme ~3200 MJ d'énergie.

b. la formation de scories de ciment inclut la cuisson à haute température et utilise du calcaire (CaCO_3) conduisant à une émission énorme de CO_2 . La production de 1 tonne de scories émet ~1 tonne de CO_2 .

c. le coût de production du ciment Portland à pouzzolane est relativement élevé étant donné qu'on utilise plus de scories de ciment.

5 d. le développement de la résistance initiale est faible à cause de la faible réactivité des cendres volantes.

10 Le principal objet de la présente recherche est de fournir un procédé amélioré de production de ciment Portland avec des constituants secondaires contenant une proportion supérieure de cendres volantes utilisant un broyage à haute énergie, qui évite les désavantages comme détaillés ci-dessus.

15 Un autre objet de la présente invention est de fournir un procédé amélioré pour produire un ciment Portland à pouzzolane utilisant une proportion supérieure (25 à 75% en poids) de déchets industriels comme des cendres volantes à la place de scories de ciment par lequel la consommation d'énergie est considérablement réduite.

20 Un autre objet encore de la présente invention est de fournir un procédé amélioré pour produire un ciment Portland à pouzzolane par lequel l'émission de CO₂ est considérablement réduite.

25 Un autre objet encore de la présente invention est de fournir un procédé amélioré pour produire un ciment Portland à pouzzolane par lequel le coût de production est sensiblement abaissé et les propriétés du produit sont améliorées.

30 Un autre objet encore de la présente invention est de fournir un procédé amélioré pour produire un ciment Portland à pouzzolane par lequel la réactivité

des cendres volantes est augmentée par activation mécanique et le développement de la résistance initiale du produit est améliorée.

Les cendres volantes utilisées dans la présente invention contiennent de la silice (SiO_2), de l'alumine (Al_2O_3) et de l'oxyde de fer (Fe_2O_3) et de nature cristalline ainsi qu'amorphe. Les scories de ciment utilisées dans la présente invention contiennent les phases C_3S , C_2S , C_3A et C_4AF ($\text{C} = \text{CaO}$, $\text{S} = \text{SiO}_2$, $\text{A} = \text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{F} = \text{Fe}_2\text{O}_3$). Le gypse utilisé contient de l'oxyde de calcium (CaO), du sulfate (SO_3) et de l'eau.

Dans le ciment Portland à pouzzolane produit par les procédés existants, les cendres volantes sont utilisées comme matériaux pouzzolanique, c'est-à-dire qu'elles réagissent avec le CaO des scories durant l'hydratation et donnent les propriétés du ciment. Mais les cendres volantes ne participent pas activement à la réaction d'hydratation durant l'étape initiale en raison de leur pauvre activité pouzzolanique. En résultat, le développement de la résistance initiale est très faible. Donc on n'utilise qu'une quantité limitée de cendres volantes dans le ciment Portland à pouzzolane à cause de leur faible réactivité pouzzolanique. Dans le procédé de la présente invention, les scories de ciment sont broyées dans un broyeur à boulets séparément à l'état sec. Les cendres volantes sont broyées dans des dispositifs de broyage à haute énergie comme un broyeur à attrition ou un broyeur vibrant. Dans le broyeur à attrition, la taille inférieure (2 mm à < 0,5 mm) du corps broyant et la vitesse élevée de l'agitateur conduisent à une efficacité élevée du broyeur à

attrition. Bien que la taille inférieure du corps broyant fournisse une plus grande surface de contact entre ce corps et les cendres volantes, la vitesse plus élevée de l'agitateur provoque une plus grande énergie cinétique du corps broyant. Dans le broyeur vibrant, on utilise les trois granulométries de corps broyant, à savoir grande, moyenne et petite. Les trois granulométries du corps broyant fournissent un plus grand contact avec les cendres volantes et le mouvement excentrique du corps broyant provoque une plus grande énergie. Le procédé de broyage à haute énergie active mécaniquement les cendres volantes et leur réactivité pouzzolanique est augmentée. Deux types de réactions ont lieu en raison de la réactivité accrue des cendres volantes : (a) les fines particules de cendres volantes se comportent comme des microcharges et remplissent les espaces poreux. Le remplissage des pores provoque une structure dense et par conséquent de bonnes propriétés de résistance et (b) à cause de la réactivité accrue, dès que l'eau est ajoutée, les particules de cendres volantes sont hydratées avec les scories de ciment et le gypse. En raison des réactions d'hydratation combinées, il se forme un complexe C-S-H gel ($C = CaO$, $S = SiO_2$, $H = H_2O$) avec une microstructure très dense, qui conduit au développement de la résistance initiale. En raison aussi de la réactivité accrue, un pourcentage supérieur de cendres volantes est utilisé dans le ciment Portland à pouzzolane.

Par conséquent, la présente invention fournit un procédé amélioré de production de ciment avec des constituants secondaires contenant une proportion

supérieure de cendres volantes utilisant un broyage à haute énergie, qui comprend :

(i) le broyage par boulets de scories de ciment pendant une période allant entre 30 à 60 minutes à l'état sec,

(ii) le broyage à haute énergie des cendres volantes pendant une période allant entre 5 à 15 minutes dans un broyeur à attrition en utilisant un rapport des cendres volantes à l'eau dans la plage de 1:1 à 1:2 et un rapport des cendres volantes aux boulets de broyage dans la plage de 1:5 à 1:15 ou le broyage à sec des cendres volantes pendant 15-30 minutes dans un broyeur vibrant,

(iii) l'élimination de l'eau de la suspension obtenue après le broyage à attrition par un procédé connu et après quoi le séchage,

(iv) le mélange intime de :
cendres volantes broyées à haute énergie dans la plage de : 25 à 75% en poids
scories broyées par boulets dans la plage de : 25 à 75% en poids
gypse dans la plage de : 1 à 5% en poids
pendant une période dans la plage de 10 à 15 minutes.

Selon la caractéristique de l'invention, les cendres volantes, les scories de ciment et le gypse peuvent être choisis parmi la plage de composition suivante :

Constituant (% en poids)	Cendres volantes	Scories de ciment	Gypse
SiO ₂	50-65	20-25	--
Al ₂ O ₃	20-30	3-8	--
Fe ₂ O ₃	0-5	2-4	--
CaO	0-4	60-70	25-40
MgO	--	0-6	--
MnO	0-2	0-4	--
SO ₃	--	< 1,5	30-60
Teneur en verre (%)	> 40	--	--

Le ciment Portland à pouzzolane obtenu dans la présente invention peut avoir la plage suivante de propriétés :

5 (a) résistance à la compression :

1 jour : 1-10 MPa
3 jours : 10-20 MPa
7 jours : 15-25 MPa
28 jours : 30-50 MPa

10 (b) temps de prise :

Prise initiale : 10-60 minutes
Prise finale : 400-800 minutes

(c) stabilité à l'autoclave : < 1%

La nouveauté de la présente invention est qu'elle utilise des cendres volantes, qui constituent des déchets industriels, dans une plage de 25-75% en poids. Les produits obtenus par le procédé de la présente invention ont aussi une meilleure résistance initiale à la compression (1 jour 1-10 MPa, 3 jours 10-20 MPa) que les produits obtenus par des procédés

classiques (1 jour 1-5 MPa, 3 jours 5-16 MPa).

Les exemples suivants sont donnés à titre d'illustration et ne doivent pas être considérés comme une limite de l'étendue de l'invention.

5

EXEMPLE 1.-

Six cents grammes de scories de ciment sont broyées à sec dans un broyeur à boulets pendant 30 minutes. Le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. Trois cent cinquante grammes de cendres volantes sont broyées à l'état humide dans un broyeur à attrition pendant 10 minutes en utilisant de l'eau comme corps broyant. Le rapport du matériau à l'eau est maintenu à 1:1,5 et le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. L'eau présente dans la suspension de broyage à attrition est séparée par filtration et ensuite le matériau est séché à 40°C dans un four électrique pendant 6 heures et ensuite refroidi à température ambiante. On mélange intimement 600 grammes de scories de ciment broyées par boulets, 350 grammes de poudre sèche de cendres volantes broyées par attrition et 50 grammes de poudre de gypse dans un broyeur à boulets pendant 10 minutes et on stocke dans un conteneur étanche à l'air pour divers tests. Les tests physiques comme le temps de prise, la résistance à la compression après 1, 3, 7 et 28 jours d'hydratation, la stabilité à l'autoclave sont effectués selon les standards Indiens IS 4031-1998. Les propriétés obtenues sont fournies dans le tableau I.

30

TABLEAU I

Propriétés du ciment Portland à pouzzolane discuté ci-dessus

Propriétés	Valeurs
Temps de prise (minutes)	
initiale	20
finale	450
Résistance à la compression (MPa)	
1 jour	4
3 jours	14
7 jours	18
28 jours	40
Stabilité à l'autoclave (%)	0,2

EXEMPLE 2.-

5 Trois cent cinquante grammes de scories de ciment sont broyés à sec dans un broyeur à boulets pendant 30 minutes. Le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. Six cents grammes de cendres volantes sont broyées à l'état humide dans un broyeur à attrition pendant 15 minutes en utilisant de l'eau comme corps broyant. Le rapport du matériau à l'eau est maintenu à 1:1,5 et le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. L'eau présente dans la suspension de broyage à attrition est séparée par filtration et ensuite le matériau est séché à 40°C dans un four électrique pendant 6 heures et ensuite refroidi à température ambiante. On mélange intimement 350 grammes de scories de ciment broyés par boulets, 600 grammes de poudre sèche de cendres volantes broyées par attrition et 50 grammes de poudre de gypse dans un broyeur à boulets pendant 10 minutes et on stocke dans un

conteneur étanche à l'air pour divers tests. Les tests physiques comme le temps de prise, la résistance à la compression après 1, 3, 7 et 28 jours d'hydratation, la stabilité à l'autoclave sont effectués selon les standards Indiens IS 4031-1998. Les propriétés obtenues sont fournies dans le tableau I.

TABLEAU II

Propriétés du ciment Portland à pouzzolane discuté ci-dessus

Propriétés	Valeurs
Temps de prise (minutes)	
initiale	35
finale	600
Résistance à la compression (MPa)	
1 jour	7
3 jours	14
7 jours	21
28 jours	42
Stabilité à l'autoclave (%)	0,2

EXEMPLE 3.-

Cinq cents grammes de scories de ciment sont broyés à sec dans un broyeur à boulets pendant 30 minutes. Le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. Quatre cent cinquante grammes de cendres volantes sont broyés à sec dans un broyeur vibrant pendant 20 minutes. On mélange intimement 500 grammes de scories de ciment broyés par boulets, 450 grammes de poudre sèche de cendres volantes broyées par attrition et 50 grammes de poudre de gypse dans un broyeur à boulets pendant 10 minutes et on stocke dans un conteneur étanche à l'air pour divers tests. Les tests

physiques comme le temps de prise, la résistance à la compression après 1, 3, 7 et 28 jours d'hydratation, la stabilité à l'autoclave sont effectués selon les standards Indiens IS 4031-1998. Les propriétés obtenues sont fournies dans le tableau I.

TABLEAU III

Propriétés du ciment Portland à pouzzolane discuté ci-dessus

Propriétés	Valeurs
Temps de prise (minutes)	
initiale	35
finale	525
Résistance à la compression (MPa)	
1 jour	10
3 jours	22
7 jours	27
28 jours	50
Stabilité à l'autoclave (%)	0,02

EXEMPLE 4.-

Deux cent vingt grammes de scories de ciment sont broyées à sec dans un broyeur à boulets pendant 30 minutes. Le rapport du matériau aux boulets est maintenu à 1:10. Sept cent cinquante grammes de cendres volantes sont broyées à sec dans un broyeur vibrant pendant 30 minutes. On mélange intimement 220 grammes de scories de ciment broyées par boulets, 750 grammes de poudre sèche de cendres volantes broyées par vibration et 50 grammes de poudre de gypse dans un broyeur à boulets pendant 15 minutes et on stocke dans un conteneur étanche à l'air pour divers tests. Les tests physiques comme le temps de prise, la résistance à la compression après 1, 3, 7 et

28 jours d'hydratation, la stabilité à l'autoclave sont effectués selon les standards Indiens IS 4031-1998. Les propriétés obtenues sont fournies dans le tableau I.

TABLEAU IV

5 Propriétés du ciment Portland à pouzzolane discuté ci-dessus

Propriétés	Valeurs
Temps de prise (minutes)	
initiale	50
finale	700
Résistance à la compression (MPa)	
1 jour	4
3 jours	12
7 jours	16
28 jours	38
Stabilité à l'autoclave (%)	0,02

Les principaux avantages de la présente invention sont :

1. le procédé utilise une proportion supérieure de
10 déchets industriels abondamment disponibles (cendres volantes) comme matériau brut majeur pour produire le ciment Portland à pouzzolane, si bien que le coût de production est considérablement réduit en comparaison du procédé connu ;
- 15 2. le procédé de la présente invention contribue à la conservation des ressources en remplaçant les scories de ciment, qui utilisent des matériaux bruts coûteux par exemple, le calcaire, l'argile, le quartz, la quartzite etc. pour sa production par des déchets industriels ;
- 20 3. le procédé remplace une proportion élevée de scories de ciment qui sont produites par un procédé hautement

énergétique par un déchet industriel (cendres volantes), si bien qu'il y a une réduction considérable de la consommation d'énergie en comparaison du procédé connu ;

5 4. le procédé remplace les scories de ciment, qui provoquent une émission de CO₂ dans l'environnement, par un déchet industriel (cendres volantes), si bien qu'il y a une réduction considérable de l'émission de CO₂ en comparaison du procédé connu ;

10 5. les produits développés par le procédé de la présente invention sont supérieurs, en termes de développement de la résistance initiale, aux produits obtenus par le procédé existant. Ceci est obtenu par activation mécanique des cendres volantes, ce qui augmente leur réactivité pouzzolanique et donne une résistance
15 initiale améliorée.

REVENDECATIONS

1.- Procédé amélioré de production de ciment Portland avec des constituants secondaires contenant une proportion supérieure de cendres volantes utilisant un
5 broyage à haute énergie, qui comprend :

(i) le broyage par boulets de scories de ciment pendant une période allant entre 30 à 60 minutes à l'état sec,

10 (ii) le broyage à haute énergie des cendres volantes pendant une période allant entre 5 à 15 minutes dans un broyeur à attrition en utilisant un rapport des cendres volantes à l'eau dans la plage de 1:1 à 1:2 et un rapport des cendres volantes aux boulets de broyage dans la plage de 1:5 à 1:15 ou le broyage à sec des
15 cendres volantes pendant 15-30 minutes dans un broyeur vibrant,

(iii) l'élimination de l'eau de la suspension obtenue après le broyage à attrition par un procédé connu et après quoi le séchage,

20 (iv) le mélange intime de :
cendres volantes broyées à haute énergie dans la plage de : 25 à 75% en poids
scories broyées par boulets dans la plage de : 25 à 75% en poids
25 gypse dans la plage de : 1 à 5% en poids
pendant une période dans la plage de 10 à 15 minutes.

2.- Procédé amélioré selon la revendication 1 dans lequel les cendres volantes utilisées ont la plage de composition suivante : SiO_2 - 50 à 65%, Al_2O_3 - 20 à

30%, Fe_2O_3 - 0 à 5%, CaO - 0 à 4%, MnO - 0-2% et la teneur en verre > 40%.

3.- Procédé amélioré selon les revendications 1 ou 2, dans lequel les scories de ciment utilisées ont la plage de composition suivante : SiO_2 - 20 à 25%, Al_2O_3 - 3 à 8%, Fe_2O_3 - 2 à 4%, CaO - 60 à 70%, MgO - 0 à 6%, MnO - 0 à 4%, SO_3 < 1,5%.

4.- Procédé amélioré selon les revendications 1, 2 ou 3, dans lequel le gypse utilisé a la plage de composition suivante : CaO - 25 à 40%, SO_3 - 30 à 60%.

A B R É G É

Un procédé amélioré de production de ciment Portland
avec des constituants secondaires contenant une
proportion supérieure de cendres volantes utilisant un
broyage à haute énergie

La présente invention concerne un procédé amélioré de production de ciment Portland avec des constituants secondaires contenant une proportion supérieure de cendres volantes utilisant un broyage à haute énergie. Le procédé comprend le broyage par boulets de scories de ciment à l'état sec, le broyage à haute énergie de cendres volantes dans un broyeur à attrition en utilisant des cendres volantes et de l'eau, le broyage à sec des cendres volantes dans un broyeur vibrant, l'élimination de l'eau de la suspension obtenue après broyage par attrition et après quoi le séchage. Le ciment Portland avec des constituants secondaires obtenu par le procédé a une composition de 25 à 75% en poids de cendres volantes broyées à haute énergie, 25 à 75% en poids de scories de ciment broyées par boulets et 1 à 5% en poids de gypse.



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9312
BE 200700098

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
D,A	BOUZOUBAA N ET AL: "Laboratory produced high volume fly ash blended cements: physical properties and compressive strength of mortars" CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, PERGAMON PRESS, ELMSFORD, NY, US, vol. 28, no. 11, novembre 1998 (1998-11), pages 1555-1569, XP008089449 ISSN: 0008-8846 * page 1559, alinéa 2 - alinéa 3 * * page 1565; tableau 6 *	1-4	INV. C04B7/26
A	JP 2001 009417 A (ISOBE TEKKO KK) 16 janvier 2001 (2001-01-16) * abrégé * -& DATABASE WPI Week 200121 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 2001-205466 XP002475928 & JP 2001 009417 A (ISOBE TEKKO KK) 16 janvier 2001 (2001-01-16) * abrégé *	1-4	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	TANG MING ET AL: "Study on fractal characteristics and activity of superfine fly ash" CAILIAO KEXUE YU GONGYI/MATERIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY, vol. 10, no. 1, mars 2002 (2002-03), pages 89-92, XP002475925 * abrégé *	1-4	C04B
A	FR 2 666 576 A (ARMINES [FR]; ADERMIP [FR]; ELECTRICITE DE FRANCE [FR]) 13 mars 1992 (1992-03-13) * page 5, ligne 10 - ligne 18 * * figure 4 *	1-4	
		-/--	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 avril 2008		Kolb, Ulrike	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2
EPO FORM 1503 03.82 (P04C48)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9312
BE 200700098

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
A	BABAIAN P; ET AL: "Effect of mechanochemical activation on reactivity of cement kiln dust-fly ash systems" ACI MATER J, vol. 100, no. 1, janvier 2003 (2003-01), pages 55-62, XP002475926 * abrégé *	1-4	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
A	RYOU J: "Improvement on reactivity of cementitious waste materials by mechanochemical activation" MATERIALS LETTERS, NORTH HOLLAND PUBLISHING COMPANY. AMSTERDAM, NL, vol. 58, no. 6, février 2004 (2004-02), pages 903-906, XP004484206 ISSN: 0167-577X * abrégé *	1-4	
A	SEKULIC Z ET AL: "Mechanical activation of various cements" INTERNATIONAL JOURNAL OF MINERAL PROCESSING, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, AMSTERDAM, NL, vol. 74, 10 décembre 2004 (2004-12-10), pages S355-S363, XP004663230 ISSN: 0301-7516 * abrégé *	1-4	
A	DATABASE EPODOC EUROPEAN PATENT OFFICE, THE HAGUE, NL; XP002475927 & KR 2004 0099668 A (SUNCHON NAT UNIVERSITY) 2 décembre 2004 (2004-12-02) * abrégé * -/--	1-4	
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 avril 2008		Kolb, Ulrike	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES 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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

2
EPO FORM 1503 03 B2 (P04C48)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE
établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BO 9312
BE 200700098

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
	-& DATABASE WPI Week 200526 Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 2005-249528 XP002475929 & KR 2004 099 668 A (UNIV SUNCHON NAT) 2 décembre 2004 (2004-12-02) * abrégé * -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
15 avril 2008		Kolb, Ulrike	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
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 antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

2

EPO FORM 1503 03 82 (P04C48)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BO 9312
BE 200700098

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

15-04-2008

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP 2001009417 A	16-01-2001	AUCUN	
FR 2666576 A	13-03-1992	WO 9204296 A1	19-03-1992
KR 20040099668 A	02-12-2004	AUCUN	
KR 2004099668 A		AUCUN	

Concernant le point V

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1 Il est fait référence aux documents suivants:

- D1: BOUZOUBAA N ET AL: "Laboratory produced high volume fly ash blended cements: physical properties and compressive strength of mortars" CEMENT AND CONCRETE RESEARCH, PERGAMON PRESS, ELMSFORD, NY, US, vol. 28, no. 11, novembre 1998 (1998-11), pages 1555-1569, XP008089449 ISSN: 0008-8846
- D2: JP 2001 009417 A (2001-01-16)
- D3: TANG MING ET AL: "Study on fractal characteristics and activity of superfine fly ash" CAILIAO KEXUE YU GONGYI/MATERIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY, vol. 10, no. 1, mars 2002 (2002-03), pages 89-92, XP002475925
- D4: FR-A-2 666 576 (1992-03-13)

2 Brevetabilité

La demande de brevet semble satisfaire aux exigences de l'article 52(1) CBE parce que l'objet des revendications 1 - 4 est nouveau, implique une activité inventive et est susceptible d'application industrielle.

2.1 Le document D1, qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, décrit (p. 1559, par. 2 - 3):

un procédé de production de ciment Portland avec des constituants secondaires contenant une proportion supérieure de cendres volantes qui comprend le mélange intime et simultané et le broyage à sec par cylindres céramiques dans un broyeur à boulets pendant une période de 4 heures de:

- 55 % en poids de cendres volantes
- 43,7 % en poids de scories de ciment
- 1,3 % en poids de gypse

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 diffère de ce procédé connu en ce que

- les cendres volantes et les scories de ciment sont broyées séparément
- les scories de ciment sont broyées à l'état sec dans un broyeur à boulets pendant une période allant de 30 minutes à 60 minutes
- les cendres volantes sont broyées par un broyeur à haute énergie
- pendant une période allant de 5 minutes à 15 minutes dans un broyeur à attrition en utilisant un rapport des cendres volantes à l'eau dans la plage de 1:1 à 1:2 et un rapport des cendres volantes aux boulets de broyage dans la plage de 1:5 à 1:15
- ou par le broyage à sec pendant 15 - 30 minutes dans un broyeur vibrant,
- l'eau de la suspension obtenue après le broyage à attrition est éliminée par un procédé connu et après quoi le séchage est réalisé,
- les cendres volantes et les scories de ciment sont mélangées après pendant une période dans la plage de 10 - 15 minutes.

2.2 L'objet de la revendication 1 est donc nouveau.

Aucun effet technique lié à ces différences n'a été montré dans la demande. Le ciment Portland à pouzzolane obtenu dans le procédé de D1 (p. 1565, tab. 6) semble d'avoir les mêmes propriétés, par exemple concernant la résistance à la compression.

Le problème que la présente invention se propose de résoudre peut donc être considéré comme trouver un procédé alternatif pour préparer un ciment Portland avec des constituants secondaires contenant une proportion supérieure de cendres volantes.

La solution de ce problème proposée dans la revendication 1 de la présente demande est considérée comme impliquant une activité inventive pour les raisons suivantes:

Les documents D2 et D3 (abrégés) décrivent le broyage à sec de cendres dans un broyeur vibrant pour obtenir un matériau cru pour le béton.

Le document D4 (abrégé, p. 5, l. 10 - 18, fig. 4) décrit le broyage humide des cendres dans un broyeur à attrition pour obtenir un matériau cru pour le béton.

La fonction de ces cendres micronisées est d'améliorer les propriétés d'un béton contenant des constituants secondaires. Elles sont mélangées avec les autres

constituants du béton, par exemple le ciment Portland et le gypse plus tard.

Sans la connaissance de l'enseignement des documents D2 à D4, il est évident pour l'homme du métier que le broyage séparé des cendres et des scories de ciment peut être une alternative au broyage commun.

Les documents D2 à D4 recommandent l'usage d'un broyage à haute énergie pour augmenter la réactivité des cendres.

Cependant, les documents D2 à D4 ne donnent pas d'information détaillée sur les conditions de broyage (période, rapport des cendres volantes à l'eau, etc.). De plus, les documents D2 à D4 ne décrivent pas un procédé intégré comprenant deux broyeurs différents.

Même si l'homme du métier combinait les enseignements de D1 avec D2 à D4, il ne pourrait pas trouver par une routine expérimentale l'ensemble des paramètres détaillés qui font l'objet de la revendication 1.

- 2.3 En conclusion, l'homme du métier ne pourrait pas trouver le procédé alternatif décrit dans la revendication 1 sans l'implication d'une activité inventive.
- 2.4 Par conséquent, l'objet des revendications dépendantes 2 - 4 satisfont également aux exigences de l'activité inventive.