

(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  
19 février 2004 (19.02.2004)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2004/014807 A2

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : C02F 1/68

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2003/002338

(22) Date de dépôt international : 23 juillet 2003 (23.07.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
02/09574 26 juillet 2002 (26.07.2002) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : OTV  
SA [FR/FR]; L'Aquarene - 1, Place Montgolfier, FR-94417  
Saint-Maurice Cédex (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : CLAUSSE,  
Franck [FR/FR]; 16, avenue Charles de Gaulle, 92270

Bois-Colombes (FR). MARTEIL, Philippe [FR/FR]; 3,  
impasse de la Garenne, 95450 Vigny (FR). LEBOUC,  
Germain [FR/FR]; 8, rue de Guyenne, F-35131 Chartres  
de Bretagne (FR). LEFORT, Frédéric [FR/FR]; Route de  
Roisel, BP 84, F-80202 PERONNE Cedex (FR).

(74) Mandataire : D. LARCHER; Cabinet Vidon, Le Nobel-2,  
allée Antoine Becquerel, BP 90333, F-35703 Rennes (FR).

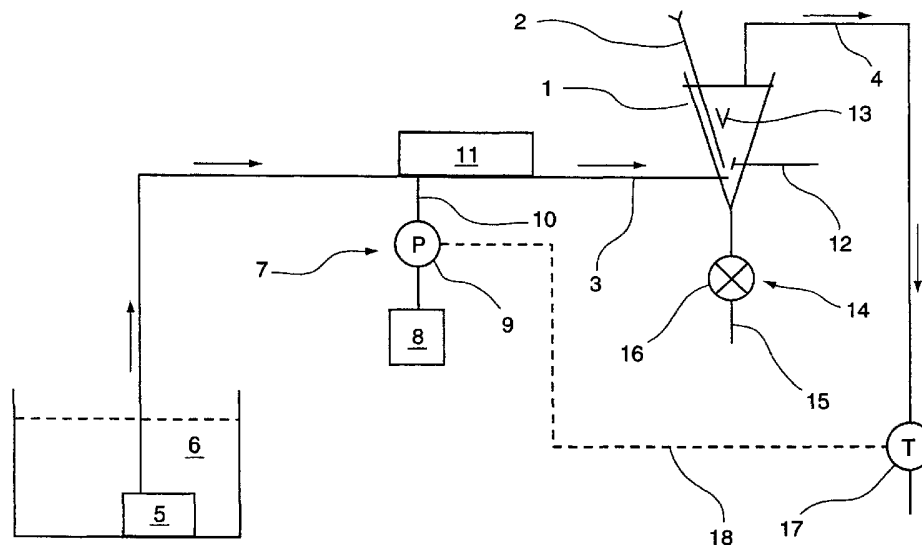
(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG,  
SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC,  
VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: METHOD AND INSTALLATION FOR THE PRODUCTION OF LIME WATER FROM DEIONISED WATER

(54) Titre : PROCEDE ET INSTALLATION POUR LA FABRICATION D'EAU DE CHAUX A PARTIR D'EAU DEIONISEE



(57) Abstract: The invention relates to a method of producing lime water comprising a step whereby lime milk is mixed with a dilution water. The invention is characterised in that the aforementioned dilution water is deionised water and in that it comprises a step whereby at least one silicate is added to the filtered water. The invention also relates to an installation for carrying out the inventive method, said installation comprising at least one lime saturator (1), means (3) of conveying the dilution water into the lime saturator, means (2) of conveying the lime milk into the lime saturator, means (4) of releasing the lime water obtained by bringing the lime milk into contact with the dilution water and means (13) of releasing the non-calculated parts and the precipitates. The above-mentioned installation is characterised in that it also comprises means (7) of conveying at least one silicate into the dilution water.

[Suite sur la page suivante]

WO 2004/014807 A2



eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

*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.*

**Publiée :**

- *sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport*

---

**(57) Abrégé :** L'invention concerne un procédé de fabrication d'eau de chaux comprenant une étape de mélange de lait de chaux avec une eau de dilution, caractérisé en ce que ladite eau de dilution est une eau deionisée, et en ce qu'il comprend une étape consistant à ajouter à ladite eau filtrée au moins un silicate. L'invention concerne également une installation pour la mise en œuvre de ce procédé, installation comprenant au moins un saturateur à chaux (1), des moyens d'amenée (3) d'eau de dilution dans ledit saturateur à chaux, des moyens d'amenée (2) de lait de chaux dans ledit saturateur à chaux, des moyens d'évacuation (4) de l'eau de chaux obtenue par mise en contact du lait de chaux avec l'eau de dilution, et des moyens d'évacuation (13) des incuits et des précipités, ladite installation étant caractérisée en ce qu'elle inclut des moyens d'amenée (7) d'au moins un silicate dans l'eau de dilution.

**Procédé et installation pour la fabrication d'eau de chaux à partir d'eau déionisée.**

L'invention concerne le domaine du traitement de l'eau.

5 Plus précisément, l'invention concerne le domaine de la fabrication d'eau de chaux destinée à être utilisée pour reminéraliser les eaux ayant une faible minéralité et plus précisément les eaux ayant subi une étape de déionisation soit par filtration membranaire (de type osmose inverse, nanofiltration) soit par distillation, ou encore par passage sur résine échangeuse d'ions.

10 Ces eaux étant peu ou pas minéralisées, présentent l'inconvénient d'être corrosives et donc de pouvoir induire des dégradations des installations utilisées pour leur traitement ou leur transport.

De plus, ces eaux présentent une valeur de pH d'équilibre élevée au sens de l'équilibre calcocarbonique des eaux. Cette valeur élevée est incompatible avec une bonne efficacité de certains agents désinfectants, comme le chlore. Il convient donc de les reminéraliser dans le but d'abaisser la valeur du pH d'équilibre.

Dans le processus de reminéralisation, il est connu d'ajouter à l'eau une base, et notamment de l'eau de chaux.

15 Compte tenu de la faible solubilité de la chaux dans l'eau, il est nécessaire d'utiliser des dispositifs spécifiques appelés «saturateurs » permettant d'obtenir une eau de chaux de titre constant autorisant un dosage précis.

20 Idéalement, on cherche ainsi à produire à l'aide de tels saturateurs une eau de chaux de qualité dont le titre est en pratique d'environ 220°F de TAC (titre alcalimétrique complet) à une température de 20°C soit 1,65 g/litre de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  avec une turbidité inférieure à 10 NTU. Grâce à sa limpidité, une telle eau de chaux sous forme de solution saturée peut être mélangée à l'eau à traiter pour reminéraliser efficacement celle-ci à l'aide de  $\text{CO}_2$  gazeux.

25 Classiquement, les saturateurs reçoivent d'une part une certaine quantité de chaux sous forme de lait de chaux (de l'ordre de 20 à 100 g/litre), injecté à la base du saturateur ou dans une chambre de mélange interne ou externe au saturateur, et d'autre part de l'eau de dilution (eau à saturer par de la chaux). De

30

l'eau additionnelle, appelée eau de giclage, permet d'ajuster le débit de production et améliore la qualité du mélange. La chaux est amenée sous forme liquide de lait de chaux et se trouve dissoute pendant son parcours ascensionnel dans le saturateur, générant une fraction de carbonates de calcium et autres particules insolubles, qui pourra être purgée de façon continue ou discontinue.

Classiquement, l'eau de dilution utilisée pour diluer le lait de chaux dans le saturateur est de l'eau minéralisée ou qui a subi un traitement de reminéralisation. Or, cette eau que nous appellerons par la suite « eau non déionisée », n'a subi qu'une simple filtration dite « non déionisante » soit par filtration granulaire sur sable soit parfois par microfiltration ou ultrafiltration, ce qui peut présenter l'inconvénient de ne pas retenir les molécules dissoutes ou indésirables comme les pesticides ou les nitrates. Lorsqu'elles sont intégrées à l'eau de chaux destinée à reminéraliser les eaux déionisées, ces eaux contribuent à la pollution de celles-ci dans une mesure certes faible mais néanmoins indésirable. Il est possible de débarrasser de telles eaux de leurs pesticides et/ou de leur nitrates par combinaison de moyens tels que le charbon actif et la dénitrification biologique ou sur résines, mais le moyen le plus simple est souvent d'utiliser directement l'eau déionisée produite par l'usine

Il a cependant été constaté que l'utilisation, à la place d'eau n'ayant subi qu'une filtration non déionisante, d'une eau déionisée ayant subi soit une filtration poussée sur membrane, soit une distillation ou une eau ayant subi un traitement avec des résines échangeuses d'ions, pour la fabrication de l'eau de chaux conduisait à l'obtention d'une eau de chaux qui se troublait rapidement du fait de la précipitation de carbonates provenant du CO<sub>2</sub> atmosphérique ou dissous. Une telle eau de chaux fabriquée ainsi à partir d'eau peu ou pas minéralisée présente en effet une turbidité pouvant être comprise classiquement entre 50 et 100 NTU. Une telle turbidité empêche son utilisation lors de l'étape de reminéralisation d'une eau ayant subi une filtration poussée sur membranes.

Un objectif de la présente invention est de proposer un nouveau procédé de fabrication d'eau de chaux à partir d'eau déionisée conduisant à une eau de chaux

débarrassée de toute molécule indésirable du type pesticide ou nitrates et de manière générale de toute molécule non écartée par une filtration non-déionisante.

5 Un autre objectif de la présente invention est d'avoir des saturateurs à chaux de rendement supérieur aux saturateurs à chaux alimentés avec de l'eau filtrée. Les rendements des saturateurs se situent classiquement entre 75 et 95 %, c'est à dire que la perte en chaux peut atteindre 25%.

10 Un autre objectif de la présente invention est de présenter un tel procédé qui permette l'obtention d'une eau de chaux présentant une turbidité inférieure à 10 NTU pour un rendement du saturateur supérieur à 95 %.

Encore un autre objectif de la présente invention est de décrire un tel procédé qui puisse être mis en œuvre dans un saturateur à chaux ne présentant que peu de modification par rapport au saturateur à chaux de l'art antérieur.

15 Ces différents objectifs sont atteints grâce à l'invention qui concerne un procédé de fabrication d'eau de chaux comprenant une étape de mélange de lait de chaux avec une eau de dilution, caractérisé en ce que ladite eau de dilution est une eau déionisée par filtration membranaire ou par distillation ou par passage sur résine échangeuse d'ions, et en ce qu'il comprend une étape préliminaire consistant à ajouter à ladite eau déionisée des ions silicates.

20 De façon surprenante, il a en effet été constaté que l'utilisation d'ions silicates permettait d'obtenir une eau de chaux présentant une turbidité faible avec un bon rendement de saturation. Par ailleurs, une telle utilisation en tant qu'eau de dilution d'eau ayant subi une déionisation, diminue considérablement la probabilité de retrouver des molécules indésirables dans l'eau reminéralisée grâce  
25 à l'eau de chaux obtenue par ce procédé.

L'utilisation d'un tel composé permet d'améliorer la floculation et la précipitation, d'où des vitesses au miroir améliorées, supérieures à 2 m/h.

30 On notera qu'on utilisera préférentiellement dans le cadre du procédé selon l'invention un silicate choisi dans le groupe constitué par le silicate de sodium et le silicate de potassium et que, de façon préférée entre toutes, on utilisera du

silicate de sodium qui présente un coût de traitement moins élevé.

Comme indiqué ci-dessus, l'eau de dilution utilisée dans le cadre du procédé selon l'invention n'est pas de l'eau ayant subi une filtration grossière non-déionisante mais de l'eau ayant subi une filtration poussée sur membranes ou une distillation. Cette filtration poussée sur membranes pourra être une nano-filtration ou une filtration par osmose inverse.

On pourra envisager différents moyens pour ajouter les ions silicates à l'eau déionisée. Selon une variante, cette étape d'addition sera mise en œuvre en mélangeant ce composé. Selon une autre variante, on introduira le silicate dans ledit saturateur.

Par ailleurs, on notera également que d'une façon préférentielle, le silicate sera ajouté à l'eau de dilution ou dans le saturateur à raison de 5 mg/l à 40 mg/l, préférentiellement 10 à 20 mg/l, de  $\text{SiO}_2$  par rapport à l'eau de dilution.

La présente invention vise aussi à couvrir toute installation pour la fabrication d'eau de chaux par le procédé décrit ci-dessus comprenant une installation pour la fabrication d'eau de chaux par le procédé décrit ci-dessus, ladite installation comprenant :

- au moins un saturateur à chaux,
- des moyens d'amenée d'eau de dilution dans ledit saturateur à chaux,
- des moyens d'amenée de lait de chaux dans ledit saturateur à chaux,
- des moyens d'évacuation de l'eau de chaux obtenue par mise en contact du lait de chaux avec l'eau de dilution,
- des moyens d'évacuation des incuits et/ou précipités

caractérisée en ce qu'elle inclut des moyens d'amenée d'ions silicates dans l'eau de dilution ou dans le saturateur à l'aide d'une conduite spécifique.

L'installation selon la présente invention se distingue donc des installations classiques en ce qu'elle inclut des moyens supplémentaires d'amenée d'ions silicates dans l'eau de dilution déionisée.

Préférentiellement, cette installation comprend également des moyens de mélange des ions silicates dans l'eau de dilution qui, conformément au procédé

selon l'invention, est constituée par de l'eau dé ionisée ayant subi une filtration poussée sur membranes ou une distillation ou un traitement par passage sur résine échangeuse d'ions.

5 De façon préférée entre toutes, ces moyens de mélange permettant de diluer les ions silicates avec l'eau de dilution incluent au moins un système de mélange qui peut être un mélangeur statique ou une cuve de mélange.

10 Enfin, on notera que selon une variante de l'invention, l'installation inclut également des moyens de mesure de la qualité de l'eau de chaux fabriquée dans le saturateur et des moyens pour faire varier la dose de silicate amenée par les moyens d'amenée dans l'eau de dilution. De tels moyens de mesure peuvent par exemple comprendre un turbidimètre et/ou un pH-mètre et/ ou des moyens de mesure de la conductivité.

De tels moyens permettent d'ajouter le silicate en quantité juste suffisante pour obtenir la qualité souhaitée de l'eau de chaux réalisée grâce à l'installation.

15 Le procédé et l'installation selon la présente invention permettent d'obtenir une eau de chaux présentant une turbidité inférieure à 10 NTU avec un rendement de saturation au moins égal à 95 % pouvant tout à fait être utilisée pour reminéraliser une eau ayant subi un processus par filtration membranaire ou de distillation ou par un traitement sur résine.

20 L'invention couvre également toute utilisation d'une eau de chaux obtenue grâce au procédé décrit ci-dessus dans le cadre d'un procédé de reminéralisation d'une eau à reminéraliser par addition d'eau de chaux et de gaz carbonique.

25 L'invention, ainsi que les différents avantages qu'elle présente seront mieux compris grâce à la description qui va suivre d'un mode non limitatif de réalisation de celle-ci en référence à la figure 1 qui représente une vue schématique d'une installation pour traiter une eau ayant subi un processus de filtration membranaire.

30 Selon la figure 1, l'installation comprend un saturateur à chaux 1, des moyens d'amenée 2 de lait de chaux dans ledit saturateur à chaux 1, des moyens d'amenée 3 d'eau de dilution dans le saturateur à chaux, des moyens d'évacuation

4 de l'eau de chaux obtenue par mise en contact du lait de chaux avec l'eau de dilution dans le saturateur à chaux 1. On notera que d'une façon classique, le saturateur à chaux 1 comprend aussi une arrivée d'eau de giclage 12 injectant de l'eau permettant de favoriser le mélange entre le lait de chaux et l'eau de dilution.

5 Ce saturateur à chaux est également pourvu d'un piège à carbonates et insolubles 13 permettant d'évacuer les carbonates formés dans le saturateur à chaux, et de moyens d'évacuation 14 des boues formées dans la partie inférieure du saturateur incluant une canalisation d'évacuation 15 et une pompe 16.

10 Conformément à la présente invention, l'eau de dilution est constituée par de l'eau ayant subi une filtration poussée sur membrane, dans le cas présent de l'eau nano-filtrée pompée par une pompe 5 dans un réservoir d'eau nano-filtrée 6.

Egalement selon la présente invention, l'installation inclut des moyens d'amenée 7 d'ions silicates dans l'eau de dilution. Ces moyens d'amenée incluent un réservoir de silicate 8, une pompe 9 et une canalisation 10.

15 Egalement, conformément à la présente invention, les ions silicates sont mélangés à l'eau de dilution grâce par exemple à un mélangeur statique 11, avant que ce mélange ne soit introduit dans le saturateur à chaux 1. Dans le cadre du présent mode de réalisation, on a utilisé un mélangeur statique 11.

20 Egalement conformément à la présente invention, un turbidimètre 17 est prévu sur les moyens d'évacuation 4 de l'eau de chaux formée dans le saturateur à chaux 1 ainsi que des moyens 18 pour faire varier la dose de silicate amenée par les moyens d'amenée 7 de ce composé dans l'eau de dilution.

25 La présente installation a été testée en utilisation du silicate de potassium et du silicate de sodium. La concentration en silice, la densité et la consistance de ces réactifs sont présentés dans le tableau 1 ci-après.

Silicate	Concentration en SiO <sub>2</sub>	Densité
de sodium	25	1,36
de potassium	22,6	1,29

Tableau 1

5 Le titre alcalimétrique complet (TAC) de l'eau de chaux réalisée selon l'invention a été mesuré et comparé au TAC de l'eau de chaux obtenue de façon classique en utilisant pour la fabrication de l'eau de chaux non pas de l'eau de dilution constituée par de l'eau ayant subi une filtration sur membranes mais une eau ayant subi une filtration non déionisante comme une filtration granulaire sur sable.

10 Le taux de recouvrement du TAC de l'eau de chaux obtenue selon la présente invention vis-à-vis du TAC de l'eau de chaux selon l'état de l'art a été mesuré. La turbidité à l'équilibre de l'eau de chaux obtenue a également été mesurée.

15 En ce qui concerne le silicate de potassium, des essais de production d'eau de chaux avec des ajouts de 0, 5, 6 et 20 mg/l de SiO<sub>2</sub> ont été effectués.

En ce qui concerne le silicate de sodium des essais de production d'eau de chaux avec des ajouts de 0, 3, 9 et 32 mg/l de SiO<sub>2</sub> ont été effectués.

20 Les tableaux 2 et 3 suivant présentent respectivement les résultats obtenus avec le silicate de potassium et le silicate de sodium avec de l'eau de dilution déionisée.

Taux de silicate de potassium (en ppm de SiO <sub>2</sub> )	Turbidité à l'équilibre (NTU)	Taux de recouvrement du TAC vis à vis du TAC obtenu selon l'art antérieur (en %)
0	>50	/
5	9	95-100
6	7	95 à 100
20	5	95 à 100

Tableau 2

Taux de silicate de sodium (en ppm de SiO <sub>2</sub> )	Turbidité à l'équilibre (NTU)	Taux de recouvrement du TAC vis à vis du TAC obtenu selon l'art antérieur (en %)
0	>50	/
3	12	95-100
9	7	95 à 100
32	5	95 à 100

Tableau 3

5

10

15

L'ajout de silicate selon la présente invention provoque systématiquement une précipitation de CaH<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>. Les précipités de ce composé, ayant l'apparence de floccs de 1 à 3 mm de diamètre, décantent au fond du saturateur, rendant l'eau de chaux limpide. La quantité de floccs est d'autant plus importante que le taux de silicate est important. Une telle floculation se substitue complètement aux troubles que provoquent les carbonates de calcium lorsqu'il n'y a pas ajout de composé silicate, c'est-à-dire lorsque l'on utilise pour la fabrication de l'eau des chaux ou de l'eau filtrée sur membrane ou de l'eau distillée. L'eau de chaux entre les floccs est tout à fait limpide dans le cas d'ajout de réactifs selon l'invention. Lorsque ces composés ne sont pas ajoutés, l'eau de chaux devient trouble et laiteuse et sa

turbidité s'élève à environ 50 NTU.

5 Les mesures de TAC sur l'eau de chaux produite à partir d'eau ayant subi une nanofiltration ont donné des résultats systématiquement compris entre 210 °F et 230° F et ont toujours été du même ordre que ceux obtenus sur l'eau de chaux produite, selon l'état de l'art, à partir d'eau filtrée sur sable. Le taux de recouvrement calculé a toujours ainsi été de 95 à 100%.

On notera que le mode de réalisation de l'invention ici décrit n'a pas pour objectif de réduire la portée de celle-ci.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de fabrication d'eau de chaux comprenant une étape de mélange de lait de chaux avec une eau de dilution, dans un saturateur caractérisé en ce que ladite eau de dilution est une eau déionisée obtenue par filtration sur membrane ou par distillation, et/ou par un traitement sur résine échangeuse d'ions, et en ce qu'il comprend une étape consistant à ajouter des ions silicates à ladite eau déionisée.
2. Procédé selon la revendication 1 caractérisé en ce que ledit silicate est choisi dans le groupe constitué par le silicate de sodium et le silicate de potassium.
3. Procédé selon la revendication 2 caractérisé en ce que ledit silicate est le silicate de sodium.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que ladite eau déionisée par filtration membranaire est une eau ayant subi une nanofiltration ou une filtration par osmose inverse.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que ladite étape d'addition d'au moins un silicate est mise en œuvre en mélangeant le silicate à ladite eau filtrée par filtration membranaire.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que ladite étape d'addition d'au moins un silicate à l'eau déionisée est mise en œuvre en introduisant ledit silicate dans ledit saturateur.
7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 caractérisé en ce que ledit silicate est ajouté à ladite eau déionisée à raison de 5 à 40 mg/l de SiO<sub>2</sub>, préférentiellement 10 à 20 mg/l.
8. Installation pour la fabrication d'eau de chaux par le procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, ladite installation comprenant :
- au moins un saturateur à chaux (1),
  - des moyens d'amenée (3) d'eau de dilution dans ledit saturateur à chaux,
  - des moyens d'amenée (2) de lait de chaux dans ledit saturateur à chaux,

- des moyens d'évacuation (4) de l'eau de chaux obtenue par mise en contact du lait de chaux avec l'eau de dilution,
  - des moyens d'évacuation (13) des incuits et des précipités,
- caractérisée en ce qu'elle inclut des moyens d'amenée (7) d'au moins un silicate dans l'eau de dilution.
- 5
9. Installation selon la revendication 8 caractérisée en ce qu'elle inclut des moyens de mélange du silicate avec l'eau de dilution.
10. Installation selon la revendication 9 caractérisée en ce que lesdits moyens de mélange incluent au moins un mélangeur (11).
- 10 11. Installation selon la revendication 10 caractérisée en ce que le mélangeur (11) est un mélangeur statique.
12. Installation selon l'une quelconque des revendications 8 à 11 caractérisée en ce qu'elle inclut des moyens (17) de mesure de la qualité de l'eau de chaux fabriquée dans le saturateur et des moyens (18) pour faire varier la dose de silicate amenée par lesdits moyens d'amenée.
- 15
13. Installation selon la revendication 12 caractérisée en ce que lesdits moyens de mesure de la qualité de l'eau de chaux sont un turbidimètre (17) et/ou un pH-mètre t/ ou des moyens de mesure de la conductivité.
14. Utilisation d'une eau de chaux obtenue grâce au procédé selon l'une
- 20 quelconque des revendications 1 à 7 dans le cadre d'un procédé de reminéralisation d'une eau à reminéraliser par addition d'eau de chaux et de gaz carbonique.

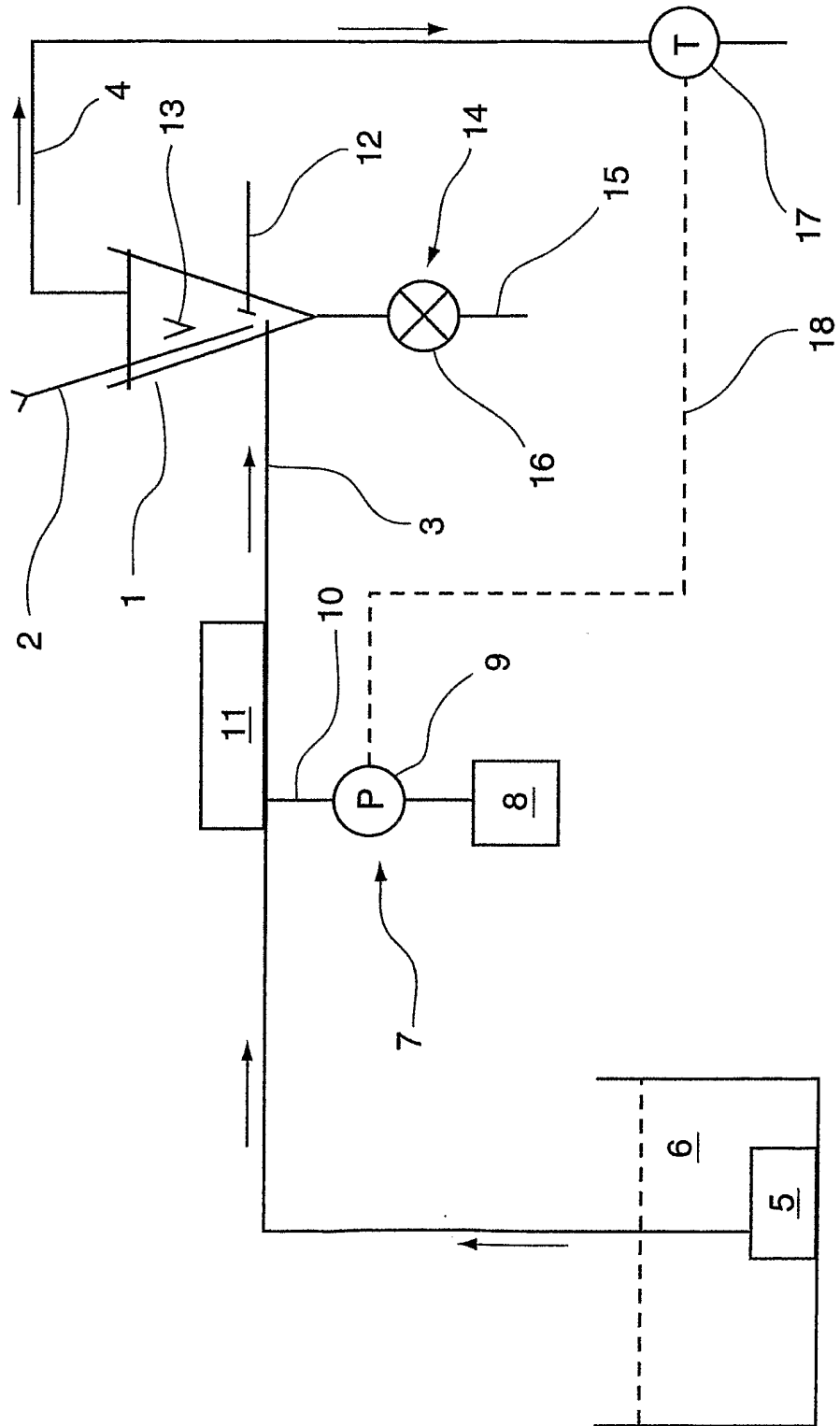


Fig. 1