

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIÉTÉ (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) FASCICULE DE BREVET

(11) N° de publication : **MA 28704 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/225; C01B 25/226**

(43) Date de publication :
01.06.2007

(21) N° Dépôt :
29591

(22) Date de Dépôt :
29.12.2006

(30) Données de Priorité :
01.06.2004 BE 2004/0273

(86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT :
PCT/EP2005/052495 01.06.2005

(71) Demandeur(s) :
PRAYON TECHNOLOGIES, RUE JOSEPH WAUTERS 144 - B-4480 ENGIS (BE)

(72) Inventeur(s) :
KUROWSKI, Serge

(74) Mandataire :
CABINET CHARDY

(54) Titre : **PROCEDE DE PRODUCTION D'ACIDE PHOSPHORIQUE**

(57) Abrégé : PROCÉDÉ DE PRODUCTION D'ACIDE PHOSPHORIQUE, COMPRENANT UNE FORMATION D'UNE PREMIÈRE BOUILLIE AQUEUSE CONTENANT DU SULFATE DE CALCIUM DIHYDRATE ET DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE, UNE FORMATION D'UNE DEUXIÈME BOUILLIE AQUEUSE CONTENANT DU SULFATE DE CALCIUM HÉMIHYDRATE ET DE L'ACIDE PHOSPHORIQUE ET UNE FILTRATION D'UN MÉLANGE DE CES DEUX BOUILLIES AU TRAVERS D'UN FILTRE AVEC FORMATION D'UN GÂTEAU DE FILTRATION CONTENANT SIMULTANÉMENT DU SULFATE DE CALCIUM DIHYDRATE ET HÉMIHYDRATE ET SÉPARATION D'UNE PHASE AQUEUSE CONTENANT L'ACIDE PHOSPHORIQUE.

ABREGE

“Procédé de production d’acide phosphorique”

Procédé de production d’acide phosphorique, comprenant une formation d’une première bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium dihydrate et de l’acide phosphorique, une formation d’une deuxième bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium hémihydrate et de l’acide phosphorique et une filtration d’un mélange de ces deux bouillies au travers d’un filtre avec formation d’un gâteau de filtration contenant simultanément du sulfate de calcium dihydrate et hémihydrate et séparation d’une phase aqueuse contenant l’acide phosphorique.

“Procédé de production d’acide phosphorique”

La présente invention est relative à un procédé de production d’acide phosphorique, comprenant

- 5 – une formation d’une première bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium dihydrate et de l’acide phosphorique,
- une formation d’une deuxième bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium hémihydrate et de l’acide phosphorique, et
- une filtration au travers d’un filtre avec formation d’un gâteau de
10 filtration et séparation d’une phase aqueuse contenant l’acide phosphorique.

On connaît depuis longtemps des procédés dans lesquels on filtre un gâteau de filtration formé principalement de sulfate de calcium dihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) (voir par exemple BE-660216 et
15 BE-683739). Dans ces brevets on prévoit ensuite une transformation du sulfate de calcium obtenu à plus hautes température et acidité afin de le purifier et de le recristalliser en sulfate de calcium hémihydrate ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$).

Le brevet britannique 313.036 ainsi que le brevet aux
20 U.S.A. n° 1.902.648 décrivent la production d’acide phosphorique accompagnée de l’obtention de sulfate de calcium hémihydrate, ce dernier étant ensuite converti en dihydrate en vue de le séparer par une opération de filtration et de lavage sur un deuxième filtre.

Le brevet aux U.S.A. n° 1.836.672 concerne un procédé
25 en deux étapes, à savoir une première étape qui comporte la réaction du phosphate et de l’acide sulfurique avec production simultanée d’hémihydrate et d’acide phosphorique concentré, ce dernier étant

séparé ensuite par une opération de filtration, tandis que, dans un deuxième stade, l'hémihydrate, encore imbibé d'acide phosphorique, est remis en suspension dans un milieu sulfophosphorique, dans des conditions d'acidité et de température telles que le sulfate de calcium
5 recristallise en dihydrate.

On connaît également un procédé continu de préparation d'acide phosphorique et de sulfate de calcium comprenant, après la filtration d'un sulfate sous forme de dihydrate ou de hémihydrate, une cristallisation inchangée sous la même forme ou une recristallisation
10 sous la forme d'anhydrite II ou de hémihydrate ou respectivement de dihydrate contenant une certaine proportion d'anhydrite II (v. EP-B-0181029).

On connaît enfin un procédé de production d'acide phosphorique et de sulfate de calcium par un traitement continu sur un
15 filtre traitant des flux en provenance de plusieurs zones réactionnelles, chacune alimentée en une bouillie aqueuse résultant de l'attaque du minerai par de l'acide sulfurique (US-A-3911079). Ces bouillies peuvent contenir au choix du sulfate de calcium dihydrate ou hémihydrate. Le gâteau de filtration obtenu est donc constitué de couches superposées
20 de sulfate de calcium dihydrate ou hémihydrate sans interpénétration d'une couche dans l'autre. Le but de ce procédé est d'augmenter la concentration en P_2O_5 de l'acide phosphorique produit dans la dernière des zones réactionnelles. Ce procédé relativement complexe et délicat à maîtriser présente toutefois l'inconvénient d'un rendement peu
25 économique de l'installation.

Dans tous ces procédés antérieurs on filtre toujours séparément du sulfate de calcium hémihydrate ou dihydrate.

Dans les procédés classiques de filtration de dihydrate, le gypse représente un sous-produit devant être mis en décharge. Par
30 ailleurs la mise en tas ne peut se faire que dans des conditions bien déterminées, en des endroits parfois éloignés des sites de production. Le

gypse obtenu entraîne avec lui de grandes quantités d'eau qui rendent celui-ci difficilement manipulable et accroissent le coût de transport par voie sèche. De plus il y a risque de polluer les eaux souterraines au lieu de décharge.

5 Les procédés par voie humide utilisés dans l'industrie, qui permettent la production d'acide phosphorique concentré (plus de 40 % de P_2O_5), se sont longtemps heurtés aux difficultés résultant de la production simultanée de sulfate de calcium hémihydrate et de la marche à haute température : les conditions de travail entraînent des
10 phénomènes de corrosion et d'incrustation entraînant des surcoûts de production.

La présente invention a pour but de mettre au point un procédé de production d'acide phosphorique qui permette de surmonter les inconvénients précités, tout en permettant la mise en oeuvre d'une
15 installation techniquement simple ou même une adaptation aisée d'une installation actuellement en service.

On résout ce problème suivant l'invention par un procédé tel qu'indiqué au début, ce procédé comprenant

- avant et/ou pendant ladite filtration, un mélange de ladite première
20 bouillie et de ladite deuxième bouillie, et
- la filtration de ce mélange avec formation d'un gâteau de filtration constitué d'un mélange de sulfate de calcium dihydrate et de sulfate de calcium hémihydrate.

On a pu constater d'énormes avantages à utiliser ce
25 procédé très simple. Par rapport à la filtration d'un gâteau formé de sulfate de calcium dihydrate, la filtrabilité du gâteau est améliorée car, en effet, sa porosité est plus grande grâce à la présence des cristaux d'hémihydrate dont la structure est différente (macles) de ceux des cristaux de gypse (aciculaire). Cela a pour effet une amélioration de la
30 capacité de production d'un filtre déjà installé dans une usine existante permettant une filtration de gypse. Si une nouvelle unité de production

d'acide phosphorique doit être construite, la taille du filtre peut être réduite, ce qui diminue les coûts d'investissement.

De plus, et cela d'une manière surprenante, il est apparu que, par rapport à des bouillies contenant uniquement du dihydrate, l'alimentation du filtre en un mélange contenant dihydrate et hémihydrate
5 donne des gâteaux de filtration dont les teneurs en eau libre et en P_2O_5 soluble dans l'eau sont les plus basses, pour un temps minimum de filtration, ce qui n'était pas prévisible et augmente fortement la rentabilité économique de l'installation.

10 Comme dit ci-dessus, les gâteaux déchargés par le filtre contiennent donc moins d'eau libre que les gâteaux résultant d'une filtration de bouillies contenant uniquement du dihydrate. Après déchargement en tas, les cristaux d'hémihydrate, instables, se réhydratent grâce aux molécules d'eau libre encore présentes dans le
15 gâteau déchargé. Il en résulte que la quantité d'eau acidulée accompagnant le gâteau sur son site de mise en décharge est réduite, ce qui diminue le danger de pollution des nappes phréatiques. Le gâteau filtré s'assèche au cours du temps, il est facilement transportable et il peut être entreposé en tas, ce qui permet de réduire la surface au sol
20 nécessaire à la décharge.

De plus, le rendement global d'une installation de production d'acide phosphorique produisant du sulfate de calcium dihydrate est augmenté du fait que la recristallisation d'une partie du gypse en sulfate de calcium hémihydrate libère des ions phosphatés
25 sous forme d'acide phosphorique.

Suivant une forme de réalisation de l'invention le procédé comprend, avant la filtration, un mélange de la première bouillie aqueuse et de la deuxième bouillie aqueuse et une alimentation du filtre en ledit mélange. Ce mélange peut se faire de manière simple, par exemple en
30 reliant le conduit d'alimentation du filtre aux conduits de sortie des cuves où sont réalisées les deux bouillies du procédé suivant l'invention. On

peut aussi prévoir en outre un mélangeur intermédiaire où les deux bouillies sont mélangées. Le procédé suivant l'invention prévoit également une alimentation simultanée du filtre en ladite première bouillie et en ladite seconde bouillie et un mélange de ces deux bouillies
5 dans le filtre lui-même.

Les bouillies aqueuses peuvent être obtenues par n'importe quel moyen approprié. On peut par exemple envisager que l'une ou l'autre ou les deux soient issues d'une attaque sulfurique de minerais de phosphate. On peut aussi envisager que l'on forme, d'une manière
10 connue en soi, la bouillie d'hémihydrate à partir d'une partie de la bouillie de dihydrate, par exemple en modifiant les conditions de température et/ou d'acidité de cette partie soutirée de bouillie de dihydrate. Une telle modification nécessite uniquement le montage d'une seule cuve supplémentaire prévue à la sortie de la cuve d'attaque d'une installation
15 existante. Ainsi le procédé comprend alors avantageusement

une attaque sulfurique de minerai de phosphate avec formation de ladite première bouillie aqueuse,
un soutirage d'une partie de ladite première bouillie aqueuse, et
un traitement de celle-ci donnant lieu à une conversion de ladite
20 première bouillie aqueuse en ladite deuxième bouillie aqueuse.

Ce traitement peut comprendre par exemple une addition d'acide sulfurique à ladite partie soutirée de la première bouillie aqueuse, ou un chauffage de celle-ci, par exemple par chauffage de la cuve ou par injection de vapeur d'eau dans la bouillie, ou les deux processus
25 simultanément.

A l'inverse, on peut aussi envisager que l'on forme, d'une manière connue en soi, la bouillie de dihydrate à partir d'une partie de la bouillie d'hémihydrate.

Dans certains cas, la bouillie d'hémihydrate est un milieu
30 plus acide que la bouillie de dihydrate, c'est-à-dire qu'elle contient une teneur supérieure en acide sulfurique.

Lorsqu'un mélange des deux bouillies est alimenté au filtre, on récolte un acide phosphorique à teneur en acide sulfurique parfois supérieur à la spécification et il faut alors éventuellement désulfater le filtrat, par exemple par addition à ce dernier de minerai de phosphate et
5 décantation du sulfate de calcium formé, qui sera recyclé de préférence à l'attaque sulfurique du minerai de phosphate.

D'autres modes de réalisation du procédé sont indiqués dans les revendications annexées.

Un exemple de réalisation d'installation mettant en oeuvre
10 un procédé suivant l'invention va à présent être décrit de manière plus détaillée en faisant référence à la figure unique annexée qui est un schéma d'écoulement.

Cette installation comprend une cuve d'attaque 1 dans laquelle on introduit en 2 du minerai de phosphate broyé et en 3 de
15 l'acide sulfurique, ainsi que, en 4, la solution aqueuse d'acide phosphorique recyclée depuis le procédé suivant l'invention. Dans cette cuve les conditions d'attaque sont appliquées d'une manière connue pour obtenir une bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium dihydrate et de l'acide phosphorique, bouillie qui est soutirée de la cuve 1
20 par le conduit de sortie 5.

Une partie de cette bouillie soutirée de la cuve 1 est prélevée par le conduit de prélèvement 6 et amenée à une cuve de conversion 7. Dans cette cuve la bouillie est traitée de manière à être
25 convertie en une bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium hémihydrate et de l'acide phosphorique. Le traitement appliqué dans cet exemple de réalisation consiste à introduire en 8 un supplément d'acide sulfurique et/ou à chauffer la cuve et/ou à injecter en 9 de la vapeur d'eau dans la bouillie. Toute autre source de chaleur appropriée peut bien entendu être utilisée à cet effet. Sous l'effet de l'augmentation de
30 l'acidité et/ou de la température, le dihydrate se transforme en hémihydrate.

La partie restante de la bouillie soutirée de la cuve 1 est, par le conduit 10, amenée à une étape de mélange illustrée par la flèche 11. La bouillie traitée dans la cuve 7 est amenée à cette même étape de mélange par un conduit de sortie 12.

5 Cette étape de mélange peut être effectuée, comme représenté, à l'aide d'un conduit d'alimentation commun dans lequel débouchent les conduits 10 et 12, mais aussi par exemple au moyen d'une cuve d'agitation dans laquelle débouchent ces conduits 10 et 12, et à partir de laquelle un mélange est évacué vers le filtre 13. On peut
10 aussi envisager une alimentation simultanée des deux bouillies par les conduits 10 et 12 menant directement au filtre 13 où le mélange a lieu.

Le filtre 13 peut être n'importe quel dispositif de filtration connu, approprié, par exemple un filtre à bande, un dispositif à cellules filtrantes disposées en carrousel, etc.

15 Dans l'exemple illustré, le mélange des deux bouillies est filtré dans une première section du filtre avec obtention d'un filtrat en 14 qui est le produit du procédé, c'est-à-dire une solution aqueuse d'acide phosphorique.

20 Le procédé illustré comprend deux étapes de lavage du gâteau, après la filtration. Le second lavage est effectué à l'aide d'un liquide de lavage qui est par exemple de l'eau, alimentée en 15.

Le produit de lavage obtenu en 16 est recyclé en 17 comme liquide de lavage pour la première étape de lavage. Le produit de lavage obtenu en 18, qui est issu de la première étape de lavage, est une
25 solution aqueuse d'acide phosphorique qui peut être recyclée en 4 à la cuve d'attaque 1, par l'intermédiaire d'un conduit de recyclage 19.

30 Si l'acide phosphorique filtré, obtenu au conduit de sortie 14, présente une teneur résiduelle en acide sulfurique trop élevée, on peut prévoir de faire déboucher ce conduit 14 dans une cuve de désulfatation 20 munie d'un agitateur et alimentée en 21 par exemple par un supplément de minerai de phosphate. Dans cette cuve a lieu alors

une formation de sulfate de calcium qui peut être, par un conduit 22, transféré par exemple à un clarificateur 27 où a lieu une séparation par décantation du sulfate de calcium qui est déchargé du clarificateur 25 par le conduit d'évacuation 23, tandis qu'on récupère l'acide phosphorique
5 épuré en 28. Ce sulfate de calcium peut alors aussi être recyclé en 24 à la cuve d'attaque 1.

Enfin, à l'extrémité aval du filtre 13, le gâteau de filtration est déchargé et éventuellement transporté, conformément à l'indication de la flèche 25. Il peut ensuite être mis en tas, en 26. Pendant le
10 déchargement, ce transport et/ou cette mise en tas, l'hémihydrate se convertit peu à peu en dihydrate grâce à la présence d'eau résiduelle dans le gâteau. Le gâteau perd donc progressivement sa teneur en eau ce qui facilite le transport et la décharge en tas.

Avantageusement, lors de l'étape de mélange en 11, le
15 mélange des deux bouillies contient le sulfate de calcium dihydrate et le sulfate de calcium hémihydrate dans un rapport pondéral de 90/10 à 10/90, de préférence de 70/30 à 30/70.

On peut aussi prévoir sur le filtre, en amont ou en aval de la filtration du mélange suivant l'invention, une alimentation du filtre en au
20 moins une bouillie aqueuse supplémentaire contenant par exemple uniquement du dihydrate, uniquement de l'hémihydrate ou encore un mélange de celles-ci, notamment dans des proportions différentes de celles prévues dans l'étape de mélange 11.

Le procédé suivant l'invention va à présent être décrit de
25 manière plus détaillée à l'aide d'exemples de réalisation donnés à titre illustratif et non limitatif.

Exemple 1

Deux séries de 4 essais ont été réalisées. Dans chaque série d'essais, l'alimentation des bouillies sur le filtre a été effectuée de
30 quatre manières différentes:

1. alimentation d'une bouillie d'hémihydrate (20 % en poids) d'abord, suivie d'une bouillie de gypse (80 % en poids)
2. alimentation d'une bouillie de gypse (80 % en poids) d'abord, suivie d'une bouillie d'hémihydrate (20 % en poids)
- 5 3. alimentation suivant l'invention de bouillies d'hémihydrate et de gypse mélangées, dans un rapport pondéral dihydrate/hémihydrate de 80/20
4. alimentation d'une bouillie constituée de 100 % en poids de gypse.

La filtration a été effectuée sous une dépression de
10 400 mm de Hg sur une cellule de Buchner présentant une surface utile de 1 dm². Elle se décompose en quatre étapes successives : la formation du (des) gâteau(x) par séparation de l'acide phosphorique et des cristaux contenus dans les bouillies (secteur "eaux mères" des tableaux 1 et 2 ci-dessous), un premier lavage du gâteau ainsi formé par
15 le filtrat du second lavage (secteur "lavage 1"), un second lavage du gâteau par de l'eau prélevée en milieu industriel (secteur "lavage 2"), et enfin le séchage du gâteau par de l'air (secteur "drainage").

Première série d'essais

Les résultats sont donnés dans le tableau 1 suivant

N°	Essai	Temps (en sec.)					Analyses du gâteau		Epaisseur mm
		Eaux mères	Lavage 1	Lavage 2	Drainage	Total	% H ₂ O libre	% P ₂ O ₅ SE	
1a	20 % H - 80 % D	33	38	19	30	120	47,6	0,43	53
2a	80 % D - 20 % H	40	43	21	30	134	47,4	0,35	48
3a	Mélange	35	33	22	30	120	44,2	0,36	48
4a	100 % D	36	41	29	30	136	46,8	0,41	55

Deuxième série d'essais

5 Les résultats sont donnés dans le tableau 2 suivant

N°	Essai	Temps (en sec.)					Analyses du gâteau		Epaisseur mm
		Eaux mères	Lavage 1	Lavage 2	Drainage	Total	% H ₂ O libre	% P ₂ O ₅ SE	
1b	20 % H - 80 % D	22	23	16	30	91	49,1	0,50	50
2b	80 % D - 20 % H	37	31	27	30	115	46,5	0,43	53
3b	Mélange	16	21	15	30	82	45,4	0,37	55
4b	100 % D	21	32	20	30	103	53,8	0,50	58

H : hémihydrate - D : dihydrate - P₂O₅SE : P₂O₅ soluble dans l'eau = acide phosphorique d'imprégnation

Les deux séries montrent clairement que ce sont les essais où la bouillie d'hémihydrate est alimentée en premier (essais 1a et 1b) et ceux où les bouillies sont préalablement mélangées (essais 3a et 3b), qui donnent le temps minimum de filtration, avec des résultats plus favorables pour le mélange dans l'essai 3b.

D'autre part, l'alimentation des bouillies d'hémihydrate et de gypse en mélange donnent systématiquement les teneurs en eau libre et en P₂O₅ soluble dans l'eau du gâteau les plus basses.

Exemple 2

Cinq séries d'essais ont été réalisées avec des mélanges dihydrate/hémihydrate présentant des rapports pondéraux différents, en comparaison de dihydrate seul.

Les temps de filtration totaux, la teneur en P₂O₅ du gâteau, le rendement et l'eau libre du gâteau après réhydratation de l'hémihydrate sont donnés dans le tableau ci-dessous.

Essai	Temps de filtration secondes	Analyses du gâteau			Rendement P ₂ O ₅ %
		% P ₂ O ₅ SE	% P ₂ O ₅ TOT	% H ₂ O libre après réhydratation	
100 % D	184,3	4,8	12,3	32,53	93,8
Mél. 80 % D-20 % H	202	4,5	11,6	31,08	94,2
Mél. 70 % D-30 % H	159,9	4,2	10,5	30,43	94,8
Mél. 60 % D-40 % H	162,6	4,4	10,1	27,13	95,0
Mél. 50 % D-50 % H	179	4,8	9,5	24,74	95,3

D = dihydrate

H = hémihydrate

P₂O₅ SE = P₂O₅ soluble dans l'eau = acide phosphorique d'imprégnation

P₂O₅ TOT = P₂O₅ total.

Ces résultats montrent à suffisance les avantages d'une filtration en mélange par rapport au dihydrate seul : réduction du temps

de filtration, meilleure récupération du P_2O_5 , diminution de la teneur en eau libre du gâteau après réhydratation de la phase hémihydrate.

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

REVENDICATIONS

1. Procédé de production d'acide phosphorique, comprenant

- 5 – une formation d'une première bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium dihydrate et de l'acide phosphorique,
 - une formation d'une deuxième bouillie aqueuse contenant du sulfate de calcium hémihydrate et de l'acide phosphorique, et
 - 10 – une filtration au travers d'un filtre avec formation d'un gâteau de filtration et séparation d'une phase aqueuse contenant de l'acide phosphorique,
- caractérisé en ce qu'il comprend
- avant et/ou pendant ladite filtration, un mélange de ladite première bouillie et de ladite deuxième bouillie, et
 - 15 – la filtration de ce mélange avec formation d'un gâteau de filtration constitué d'un mélange de sulfate de calcium dihydrate et de sulfate de calcium hémihydrate.

2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend, avant la filtration, un mélange de la première bouillie aqueuse et de la deuxième bouillie aqueuse et une alimentation du filtre en ledit mélange.

3. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce qu'il comprend une alimentation simultanée du filtre en ladite première bouillie et en ladite seconde bouillie et un mélange de ces deux bouillies dans le filtre.

25 4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que ladite première bouillie et/ou ladite deuxième bouillie est formée par une attaque sulfurique de minerai de phosphate.

5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend

une attaque sulfurique de minerai de phosphate avec formation de ladite première bouillie aqueuse,

un soutirage d'une partie de ladite première bouillie aqueuse, et

un traitement de celle-ci donnant lieu à une conversion de ladite
5 première bouillie aqueuse en ladite deuxième bouillie aqueuse.

6. Procédé suivant la revendication 5, caractérisé en ce que ledit traitement comprend une addition d'acide sulfurique à ladite partie soutirée de la première bouillie aqueuse et/ou un chauffage de celle-ci.

10 7. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il comprend une mise en décharge du gâteau de filtration contenant simultanément du sulfate de calcium dihydrate et du sulfate de calcium hémihydrate ainsi qu'une eau résiduelle et une hydratation ultérieure du sulfate de calcium hémihydrate en sulfate de
15 calcium dihydrate en présence de cette eau résiduelle.

8. Procédé suivant la revendication 7, caractérisé en ce que la mise en décharge du gâteau de filtration s'effectue en tas par voie sèche.

9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à
20 8, caractérisé en ce que la phase aqueuse contenant l'acide phosphorique qui est séparée pendant ladite filtration est soumise à une désulfatation ultérieure.

10. Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce que la désulfatation ultérieure comprend une addition de minerai de
25 phosphate à la phase aqueuse susdite et une séparation du sulfate de calcium ainsi formé.

11. Procédé suivant la revendication 10, caractérisé en ce que le sulfate de calcium ainsi formé est recyclé à la formation de ladite première bouillie aqueuse.

30 12. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que, après ladite séparation de la phase aqueuse

contenant de l'acide phosphorique, il comprend au moins une étape de lavage du gâteau de filtration par un liquide de lavage.

5 13. Procédé suivant la revendication 12, caractérisé en ce qu'il comprend un recyclage du liquide de lavage issu d'au moins une étape de lavage susdite vers ladite formation d'au moins une desdites première et deuxième bouillies.

10 14. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que le mélange obtenu contient le sulfate de calcium dihydrate et le sulfate de calcium hémihydrate dans une rapport pondéral de 90/10 à 10/90.

15 15. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'il comprend en outre, avant et/ou après la filtration dudit mélange, au moins une alimentation du filtre en une desdites première et deuxième bouillies aqueuses.

QUINZIÈME ET DERNIER FEUILLET
RABAT, LE

