



## (12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 33033 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/01; C01B 25/22; C01B 25/222; C01B 25/234; C01F 11/46**
- (43) Date de publication : **01.02.2012**

- 
- (21) N° Dépôt : **34074**
- (22) Date de Dépôt : **04.08.2011**
- (30) Données de Priorité : **06.01.2009 US 12/349,320**
- (86) Données relatives à l'entrée en phase nationale selon le PCT : **PCT/US2010/020223 06.01.2010**
- (71) Demandeur(s) : **NALCO COMPANY, 1601 W. DIEHL ROAD NAPERVILLE IL 60563-1198 (US)**
- (72) Inventeur(s) : **HAY, Daniel, N.,T. ; GILL, Jasbir, S.**
- (74) Mandataire : **SABA & CO**

- 
- (54) Titre : **MODIFICATION DE LA MORPHOLOGIE D'UN PRÉCIPITÉ ET CARACTÉRISTIQUES DE DÉCANTATION DANS DES CONDITIONS ACIDES**
- (57) Abrégé : La présente invention concerne la modification d'un précipité formé à partir d'une boue ou d'une solution acide résultant d'une diminution des temps de sédimentation et des volumes des lits solides finaux. La présente invention utilise un mélange aqueux de synthèse comprenant un phosphate, un phosphonate, un polymère anionique, un mélange de polymères anionique/cationique ou des combinaisons de ceux-ci dans la boue et/ou la solution afin d'améliorer la clarification du flux du procédé. L'invention revendiquée a un effet significatif sur la morphologie du précipité améliorant par conséquent les caractéristiques de sédimentation et permettant une séparation solides-liquides et un débit de procédé supérieurs.

8196

**ABREGE**

5 La présente invention concerne la modification d'un précipité formé à partir d'une  
boue ou d'une solution acide occasionnant une réduction des temps de décantation et des  
volumes des lits solides fins. La présente invention utilise un mélange synthétique  
aqueux comprenant un phosphate, un phosphonate, un polymère anionique, un mélange de  
10 polymères anioniques/cationiques ou des combinaisons de ceux-ci dans la boue et/ou la  
solution afin d'améliorer la clarification du flux du procédé. L'invention revendiquée  
exerce un effet significatif sur la morphologie du précipité améliorant par conséquent les  
caractéristiques de décantation et permettant une séparation solides-liquides et un débit de  
procédé supérieurs.

**Nombre de lignes : 465**

**(DIX PAGES)**

**NALCO COMPANY  
P. P. SABA & CO., Casablanca**

8196

33033.01 FEV 2012

**MODIFICATION DE LA MORPHOLOGIE D'UN PRECIPITE ET  
CARACTERISTIQUES DE DECANTATION DANS DES CONDITIONS ACIDES  
AVIS DE DROITS D'AUTEUR**

5 Une partie de la description de ce document de brevet contient ou peut contenir une matière protégée par des droits d'auteur. Le titulaire des droits d'auteurs n'a pas d'objection à la reproduction par photocopie de la part de quiconque du document de brevet ou de la description du brevet exactement dans la forme reproduite dans le brevet ainsi que dans les registres ou dossier du bureau des brevets et marques, autrement il se réserve tous les droits d'auteur quels qu'ils soient.

10 **DOMAINE TECHNIQUE**

15 Cette invention concerne une clarification améliorée du flux du procédé au cours de la production d'acides. Un précipité modifié est enlevé plus rapidement des solutions aqueuses acides moyennant l'ajout de mélanges aqueux synthétiques contenant des phosphonates organiques, des dérivés de phosphate organique, des phosphates inorganiques, des polymères et des copolymères anioniques, des mélanges de polymères anioniques/cationiques ou une combinaison de ces derniers.

**CONTEXTE**

20 L'acide phosphorique est généralement produit d'un minerai brut contenant du phosphate qui a été amélioré ou enrichi par lavage, déschlammage et flottation. Le matériau enrichi est ensuite broyé avant la digestion avec de l'acide sulfurique. Habituellement, à une boue de roche enrichie et d'acide recyclé résultant du processus, l'acide sulfurique concentré est ajouté à une vitesse qui contrôle l'exotherme en une quantité allant de 100 à 105% de la quantité stœchiométrique basée sur un calcul de l'oxyde de calcium. Quand la digestion est finie, la roche phosphatée digérée ou la boue 25 acide est soumise au procédé de purification, qui inclut une étape de filtration suivie de l'évaporation du flux d'acide et des étapes ultérieures de clarification pour produire un acide phosphorique fini. Celui-ci est alors converti en divers produits, variant des engrais aux additifs détergents, aliments pour animaux, produits contenant du phosphore utilisés dans la phosphatation de l'acier, ou tout autre produit en acide phosphorique purifié.

30 L'un des plus grands défis à la digestion des roches phosphatées et à l'évaporation de l'acide phosphorique est la précipitation de solides, qui sont éventuellement des sous-produits. La précipitation survient principalement simultanément avec la phase de digestion du processus de production de l'acide, avant l'étape de filtration. En plus, une certaine quantité a lieu *via* l'évaporation ainsi que les étapes additionnelles de clarification 35 ou de purification tout au long du procédé. La quantité et l'opportunité de la décantation ou de la filtration du précipité sont importantes dans la production d'un acide parce que le débit de procédé finalement dépend de l'élimination efficace des solides du flux du procédé.

40 Le sulfate de calcium est reconnu comme l'ingrédient primaire du précipité généré par la digestion de la roche phosphatée dans un procédé de production de l'acide phosphorique par voie humide. Il existe trois formes différentes de sulfate de calcium précipité. Ces formes, le gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), le sulfate de calcium hémihydraté ( $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ) et le sulfate de calcium anhydre (Anhydrite) ( $\text{CaSO}_4$ ), dépendent de la

8196

température et du temps de séjour dans le procédé. Cette transformation de phase renforce la complexité de leur modification cristalline et de leur élimination du flux du procédé.

La fabrication de phosphates et d'acide phosphorique est expliquée en détail dans le document de Becker, "Phosphates and Phosphoric Acid," droits d'auteur 1989 par Marcel Dekker, Inc. et Slack, "Phosphoric Acid, Part I and Part II," droits d'auteur 1968 par Marcel Dekker, Inc.

La présente invention se fonde sur la constatation que certains phosphates, phosphonates, polycarboxylates organiques et inorganiques solubles dans l'eau, ainsi que leurs homopolymères ou copolymères, mélanges de polymères anioniques/cationiques, et leurs mélanges (une composition d'auxiliaire de clarification) sont capables de modifier la morphologie du précipité et de diminuer le temps de décantation ainsi que le volume de lit final des solides, améliorant ainsi la séparation solides-liquides.

La présente invention concerne la clarification améliorée du flux du procédé de purification du système de production d'un acide et concerne un procédé de modification de la nature et d'amélioration des caractéristiques de décantation du précipité produit par la digestion de la roche phosphatée et/ou de l'acide phosphorique résultant. Ce procédé consiste à traiter le flux du procédé produit par la digestion de la roche phosphatée tout au long du procédé de production d'un acide à l'aide d'un auxiliaire de clarification en quantités sub-stœchiométriques. Le moment ou les moments d'application préférés de la composition d'auxiliaire de clarification précèdent les phases de filtration et/ou de clarification du processus de production d'acide et ceci en ajoutant l'auxiliaire de clarification au flux du procédé avant ou durant la précipitation. L'auxiliaire de clarification est typiquement ajouté en doses de 0.1-5000 ppm, de préférence de 0.1-100 ppm et le mieux de 0.1-50 ppm, en fonction de la composition de la solution, des impuretés et des conditions de traitement.

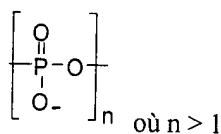
En général, le processus de production de l'acide phosphorique par voie humide implique la digestion d'une boue de minerai contenant un phosphate avec l'acide sulfurique. L'acide phosphorique résultant est séparé du sulfate de calcium précipité et d'autres impuretés solides par filtration. La solution d'acide phosphorique est ensuite concentrée par évaporation et clarifiée pour donner l'acide phosphorique fini (~ 50-70 %  $P_2O_5$ ). Bien que la plupart du sulfate de calcium et d'autres impuretés soient éliminées durant l'étape de filtration, une quantité significative demeure dissoute dans le flux du procédé après la filtration. Puisque l'acide phosphorique est concentré à travers le circuit de l'évaporateur, ou vieillit au cours du procédé, le sulfate de calcium en diverses formes ainsi que d'autres matériaux continuent à se précipiter de la solution occasionnant la formation de solides. Ces solides précipités tout au long du processus de production doivent être enlevés du courant acide. La morphologie de ces solides joue un rôle significatif dans leurs caractéristiques de décantation et de filtration et finalement dans la clarification du courant d'acide phosphorique. Certaines morphologies cristallines, comme les aiguilles fines ou les plaques, peuvent demeurer suspendues en solution ou bloquer les milieux de filtrage en raison d'une faible porosité du gâteau de filtration. Les solides se déposant rapidement et générant des lits solides compacts mais poreux ou des gâteaux de filtration permettent une séparation solides-liquides efficace et de ce fait une clarification améliorée du courant acide et une efficacité améliorée du processus de production d'acide.

L'ajout d'un auxiliaire de clarification à une solution de sulfate de calcium sursaturée occasionne une modification de la morphologie du précipité solide par rapport à un témoin non traité. Les solides précipités en présence de l'auxiliaire de clarification

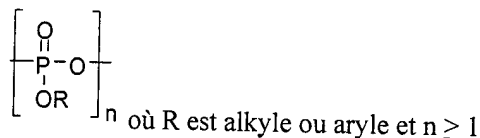
8196

tendent à être plus granulaires, cristallins et à écoulement fluide par comparaison aux solides lisses des tests témoins, qui forment des gâteaux de filtration fibreux enchevêtrés. Sur le plan microscopique, les cristaux provenant des tests traités avec l'auxiliaire de clarification sont généralement plus grands et regroupés par comparaison aux aiguilles fines des tests témoins non traités. Ce changement de la morphologie occasionne une réduction des temps de décantation du précipité de 41-47 % et des volumes de lits solides finaux de 55-90%, relativement au témoin. On remarque que l'auxiliaire de clarification, aux doses élevées, agit comme un inhibiteur de la précipitation produisant moins de précipité solide que la solution sursaturée.

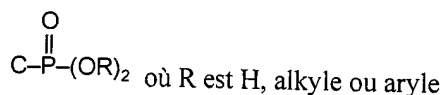
10 Phosphate inorganique :  
Il est constitué d'un composé contenant la fraction phosphate ou des unités phosphates liées par des liaisons phosphoanhydrides.



15 Phosphate organique :  
Il est constitué d'un ester de phosphate inorganique.



Phosphonate :  
Il est constitué d'un composé contenant la fraction structurale.



20 Polycarboxylate :  
Il est constitué d'un polymère dérivé de monomères contenant le groupe fonctionnel acide carboxylique ou des sels de celui-ci sélectionnés, par exemple, du groupe comprenant l'acide acrylique, l'acide méthacrylique, l'acide  $\alpha$ -haloacrylique, l'acide ou l'anhydride maléique, l'acide vinylacétique, l'acide allylacétique, l'acide fumarique et le  $\beta$ -carboxyéthylacrylate. Les copolymères de type polycarboxylate peuvent également renfermer, outre les monomères contenant carboxy, des monomères contenant le groupe acide sulfonique ou ses sels sélectionnés, par exemple, du groupe comprenant l'acide 2-acrylamido-2-méthylpropylsulfonique, l'acide 2-méthacrylamido-2-méthylpropylsulfonique, l'acide vinylsulfonique, le sulfoalkylacrylate, le méthacrylate de sulfoalkyle, l'acide allylsulfonique, l'acide méthallsulfonique et l'acide 3-méthacrylamido-2-hydroxypropylsulfonique.

30 Mélange de polymères anioniques/cationiques :  
Il est constitué d'un polymère anionique, ou de son sel, sélectionné parmi l'acide polyacrylique, l'acide polyméthacrylique et l'anhydride polymaléique, chacun facultativement copolymérisé avec l'autre, ou facultativement copolymérisé avec l'acrylamide en un rapport molaire 1:1, en combinaison avec le polycation, le chlorure de (polydiméthylallylammonium) pour former un complexe polyélectrolytique.

8196

Homopolymère :

Il est constitué d'un polymère dérivé d'une seule espèce monomère uniquement.

Copolymère :

- 5 Il est constitué d'un polymère dérivé de deux espèces monomères ou plus (hétéropolymère).

Floculant :

- 10 La masse moléculaire d'un floculant polymère peut varier et varie habituellement de moins que 250,000 environ à 30,000,000 environ, ou plus. De préférence, la masse moléculaire varie d'environ 10,000,000 à plus d'environ 20,000,000, et le mieux d'environ 15,000,000 à environ 20,000,000.

RESUME

La présente invention décrit les aspects principaux suivants :

1. Il est avantageux que l'invention modifie la morphologie du précipité à partir du flux du procédé avant toute étape de clarification.
- 15 2. Il est avantageux que l'invention réduit le temps de décantation des solides précipités générés par le flux du procédé, améliorant ainsi la clarification.
3. Il est avantageux que l'invention génère un volume inférieur de lits solides plus compacts après la décantation.
- 20 4. Il est avantageux que l'invention réalise un débit de procédé élevé.

DESCRIPTION DETAILLEE

L'invention revendiquée concerne un procédé de modification de la morphologie et d'amélioration de la séparation solides-liquides d'un précipité dans un processus de production d'acide, lequel procédé consiste à faire réagir un minerai avec une solution acide en les combinant dans un processus de digestion formant ainsi une boue acide qui passe au procédé de purification. Le procédé de purification consiste à passer la boue acide dans un procédé de filtration pour former un filtrat qui est ensuite passé à un procédé d'évaporation et à son étape d'échange de chaleur ainsi qu'à un procédé de clarification, où une composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée à la boue acide et/ou au filtrat avant ou durant la formation d'un précipité dans la boue acide et/ou dans le filtrat.

25 30

Au cours du procédé de l'invention revendiquée, un floculant polymère est ajouté aussi avec une composition d'auxiliaire de clarification où le floculant polymère peut être en forme d'une émulsion à inversion rapide ajoutée sans traitement antérieur qui risque de déstabiliser l'émulsion.

35 La composition d'auxiliaire de clarification utilisée dans le procédé revendiqué est ajoutée au filtrat immédiatement avant de passer au procédé d'évaporation et/ou au cours de ce procédé, au filtrat immédiatement avant son entrée dans un ou des échangeurs thermiques et/ou est ajoutée au filtrat immédiatement avant son entrée dans un ou des échangeurs thermiques.

40 Le minerai utilisé dans le procédé revendiqué peut être un minerai contenant un phosphate pouvant être enrichi avant la digestion. Ledit minerai est combiné avec une solution acide qui est un acide sulfurique.

8196

La composition d'auxiliaire de clarification est l'un ou une combinaison d'un phosphate organique, d'un phosphonate, d'un phosphate inorganique, d'un homopolymère ou copolymère de type polycarboxylate, d'un mélange de polymères anioniques/cationiques. La composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée en quantités sub-stœchiométriques allant de 0.1 à 5000 ppm, de préférence de 0.1 à 100 ppm et le mieux de 0.1 à 50 ppm.

Un mode de réalisation additionnel de l'invention revendiquée concerne un procédé de modification de la morphologie et d'amélioration de la séparation solides-liquides d'un précipité dans un processus de production d'acide, qui consiste à faire réagir un minerai avec une solution acide en les combinant dans un procédé de digestion formant ainsi une boue acide qui passe au procédé de purification ; lequel procédé de purification consiste à passer la boue acide à travers un procédé de filtration pour former un filtrat qui est ensuite passé à un procédé d'évaporation et à son étape d'échange de chaleur ainsi qu'à un procédé de clarification, où une composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée durant la digestion. Au cours du procédé, un flocculant polymère est ajouté aussi avec une composition d'auxiliaire de clarification. Le flocculant polymère peut être en forme d'une émulsion à inversion rapide ajoutée sans traitement antérieur qui risque de déstabiliser l'émulsion. Dans un mode de réalisation, la composition d'auxiliaire de clarification est également ajoutée à la boue acide et/ou au filtrat avant ou durant la formation d'un précipité dans la boue acide et/ou le filtrat tout au long du procédé de purification.

Le minerai utilisé dans le présent mode de réalisation du procédé revendiqué peut être un minerai contenant du phosphate pouvant être enrichi avant la digestion. Ledit minerai est combiné avec une solution acide qui est un acide sulfurique et la composition d'auxiliaire de clarification peut être l'un ou une combinaison d'un phosphate organique, d'un phosphonate, d'un phosphate inorganique, d'un homopolymère ou copolymère de type polycarboxylate, d'un mélange de polymères anioniques/cationiques.

#### EXEMPLES

On pourrait mieux comprendre ce qui précède en se référant aux exemples suivants, qui visent à illustrer les procédés de réalisation de l'invention sans limiter sa portée.

Une solution aqueuse synthétique est préparée en dissolvant une quantité appropriée de chlorure de calcium et de sulfate de sodium dans de l'eau désionisée. Le pH de la solution est ajusté à 2 au moyen d'un réactif de grade acide phosphorique et maintenu pendant que l'eau désionisée est ajoutée pour produire le volume final souhaité. 200 mL de cette solution sont transférés, en poids, dans une bouteille en acier inoxydable. A la bouteille, la quantité appropriée d'auxiliaire de clarification ou un volume équivalent d'eau (test témoin) est ajouté au moyen d'une seringue ou d'une pipette. La bouteille est encapsulée et le contenu est mélangé jusqu'à l'homogénéisation. Les bouteilles d'essai sont chargées dans un bain d'huile rotatif et chauffées à 85°C pendant 1.5 heures pour induire la précipitation du sulfate de calcium solide. Les bouteilles sont ensuite enlevées du bain d'huile, refroidies dans un bain aqueux à température ambiante, et les solides sont isolés par filtration. Les solides sont récupérés et lavés avec le méthanol puis séchés sous vide et pesés.

Dans un cylindre gradué, 100 mg du précipité solide récupéré sont suspendus dans 25 mL d'une liqueur mère filtrée d'un test témoin non traité. Le mélange homogène est laissé pour se décanter. Le temps de décantation est le temps nécessaire pour former un lit de solides stable. Le rapport de volume du lit est défini comme le rapport de la hauteur du

8196

lit final de l'échantillon traité avec l'auxiliaire de clarification à la hauteur du lit final du test témoin non traité correspondant.

Tableau 1 :

	Dose, mg/L	Masse de précipité, mg	Temps de décantation, sec	
Témoin	0	691.5	255	
Additif A	5	675.4	150	
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité	% Réduction, Temps de décantation	Rapport de volume de lit
	Additif A 5 mg/L	-2.3	41	0.45
Témoin	0	704.4	285	
Additif A	10	658.7	150	
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité	% Réduction, Temps de décantation	Rapport de volume de lit
	Additif A 10 mg/L	-6.5	47	0.19
Témoin	0	701.8	285	
Additif A	15	644.9	150	
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité	% Réduction, Temps de décantation	Rapport de volume de lit
	Additif A 15 mg/L	-8.1	47	0.10

5 Masse de précipité (mg), temps de décantation (sec) et rapport de volume de lit pour un test témoin vs un test traité avec l'auxiliaire de clarification (mg/L) en utilisant une solution aqueuse synthétique. Composition de la solution : Ca<sup>2+</sup>: 2000 mg/L, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> : 4800 mg/L, pH: 2.0 (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). L'additif A est un mélange d'un phosphonate et d'un copolymère de type polycarboxylate.

Tableau 2 :

	Dose, mg/L	Masse de précipité, mg
Témoin	0	584.0
Additif A	0.2	586.5
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité
	Additif A 0.2 mg/L	0



8196

<b>Témoin</b>	0	594.6
<b>Additif A</b>	25	355.5
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité
	<b>Additif A 25 mg/L</b>	-40
<b>Témoin</b>	0	601.4
<b>Additive A</b>	50	188.3
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité
	<b>Additif A 50 mg/L</b>	-69
<b>Témoin</b>	0	591.1
<b>Additif A</b>	500	97.9
	<b>Par rapport au témoin</b>	% Changement, Masse de précipité
	<b>Additif A 500 mg/L</b>	-83

5 Masse de précipité (mg) et temps de décantation (sec) pour les tests témoins vs des tests traités avec l'auxiliaire de clarification (mg/L) en utilisant une solution aqueuse synthétique. Composition de la solution :  $\text{Ca}^{2+}$ : 2000 mg/L,  $\text{SO}_4^{2-}$ : 4800 mg/L, pH : 2.0 ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ). L'additif A est un mélange d'un phosphonate et d'un copolymère de type polycarboxylate.

10

15

20

8196

**REVENDEICATIONS**

On revendique ce qui suit :

1. Un procédé de modification de la morphologie et d'amélioration de la séparation solides-liquides d'un précipité dans un processus de production d'acide, qui consiste à faire réagir un minerai avec une solution acide en les combinant dans un procédé de digestion formant ainsi une boue acide qui passe au procédé de purification ; ledit procédé de purification consiste à passer la boue acide dans un procédé de filtration pour former un filtrat qui est ensuite passé à un procédé d'évaporation y compris son étape d'échange de chaleur ainsi qu'à un procédé de clarification, où une composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée à la boue acide et/ou au filtrat avant ou durant la formation d'un précipité dans la boue acide et/ou le filtrat.
2. Le procédé de la revendication 1, où un flocculant polymère est ajouté aussi avec une composition d'auxiliaire de clarification.
3. Le procédé de la revendication 2, où le flocculant polymère est en forme d'une émulsion à inversion rapide ajoutée sans traitement antérieur qui risque de déstabiliser l'émulsion.
4. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée au filtrat immédiatement avant de passer au procédé d'évaporation et/ou durant ce procédé.
5. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée au filtrat immédiatement avant son entrée dans un ou des échangeurs thermiques.
6. Le procédé de la revendication 1, où le minerai est un minerai contenant du phosphate.
7. Le procédé de la revendication 5, où le minerai contenant du phosphate est enrichi avant la digestion.
8. Le procédé de la revendication 5, où la solution acide est l'acide sulfurique.
9. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est l'un ou une combinaison d'un phosphate organique, d'un phosphonate, d'un phosphate inorganique, d'un homopolymère ou copolymère de type polycarboxylate, d'un mélange de polymères anioniques/cationiques.
10. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée en quantités sub-stœchiométriques.
11. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée de 0.1 à 5000 ppm.
12. Le procédé de la revendication 1, où la composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée de 0.1 à 50 ppm.
13. Un procédé de modification de la morphologie et d'amélioration de la séparation solides-liquides d'un précipité dans un processus de production d'acide, qui consiste à faire réagir un minerai avec une solution acide en les combinant dans un procédé de digestion formant ainsi une boue qui passe au procédé de purification ; lequel procédé de purification consiste à passer la boue acide dans un procédé de filtration pour former un filtrat qui est ensuite passé à un procédé d'évaporation et à son étape d'échange de chaleur

8196

ainsi qu'à un procédé de clarification, où une composition d'auxiliaire de clarification est ajoutée durant la digestion.

14. Le procédé de la revendication 13, où un flocculant polymère est ajouté aussi à la composition d'auxiliaire de clarification.
- 5 15. Le procédé de la revendication 14, où le flocculant polymère est en forme d'une émulsion à inversion rapide ajoutée sans traitement antérieur qui risque de déstabiliser l'émulsion.
- 10 16. Le procédé de la revendication 13, où la composition d'auxiliaire de clarification est également ajoutée à la boue acide et/ou au filtrat avant ou durant la formation d'un précipité dans la boue acide et/ou le filtrat tout au long du procédé de purification.
17. Le procédé de la revendication 13, où le minerai contenant du phosphate est enrichi avant d'être combiné avec la solution acide.
- 15 18. Le procédé de la revendication 13, où la solution acide est l'acide sulfurique.
19. Le procédé de la revendication 13, où la composition d'auxiliaire de clarification est un ou une combinaison d'un phosphate organique, d'un phosphonate, d'un phosphate inorganique, d'un homopolymère ou copolymère de type polycarboxylate, d'un mélange de polymères anioniques/cationiques.

20