

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE (19)
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 38458 A1

(51) Cl. internationale :
**C01B 25/18; C07B 63/00;
C01B 25/234**

(43) Date de publication :
30.03.2018

(21) N° Dépôt :
38458

(22) Date de Dépôt :
07.03.2014

(30) Données de Priorité :
08.03.2013 US 61/775,049

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/US2014/021916 07.03.2014

(71) Demandeur(s) :
THE MOSAIC COMPANY, 3033 Campus Drive Suite E490 Plymouth, MN 55441 (US)

(72) Inventeur(s) :
KUCERA, Paul ; WEYRAUCH, Colin, G.

(74) Mandataire :
SABA & CO

(54) Titre : **PRODUCTION D'ACIDE PHOSPHORIQUE PAR UN PROCÉDÉ DE CRISTALLISATION EN DEUX STADES**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé et un système de production d'acide phosphorique. Une roche phosphatée est dissoute dans l'acide phosphorique dans un récipient de réaction pour former une bouillie. La bouillie est ensuite mise à réagir dans un premier étage de cristallisation avec de l'acide sulfurique pour produire du sulfate de calcium hémihydraté et de l'acide phosphorique. L'acide produit est séparé à partir des hémihydrates par filtration, et le gâteau de filtre est ensuite mis à réagir, dans une seconde étape de cristallisation, avec de l'acide sulfurique supplémentaire pour produire du sulfate de calcium dihydraté (gypse) et une solution de récupération. Le gypse est séparé de la solution de récupération par filtration et éliminé comme sous-produit. La solution de récupération est recyclée dans le réservoir de transformation et dans l'étape de filtration d'hémihydrate. Un réservoir d'acide d'alimentation combine la solution de lavage, la solution de récupération et l'acide produit. Une fois réglé à une concentration de P

Abrégé

Un procédé et un système de production d'acide phosphorique. Une roche phosphatée est dissoute dans l'acide phosphorique dans un récipient de réaction pour former une bouillie. La bouillie est ensuite mise à réagir dans un premier étage de cristallisation avec de l'acide sulfurique pour produire du sulfate de calcium hémihydraté et de l'acide phosphorique. L'acide produit est séparé à partir des hémihydrates par filtration, et le gâteau de filtre est ensuite mis à réagir, dans une seconde étape de cristallisation, avec de l'acide sulfurique supplémentaire pour produire du sulfate de calcium dihydraté (gypse) et une solution de récupération. Le gypse est séparé de la solution de récupération par filtration et éliminé comme sous-produit. La solution de récupération est recyclée dans le réservoir de transformation et dans l'étape de filtration d'hémihydrate. Un réservoir d'acide d'alimentation combine la solution de lavage, la solution de récupération et l'acide produit. Une fois réglé à une concentration de P₂O₅ cible, il est alimenté dans le récipient de réacteur initial pour dissoudre le minerai de phosphate.

**PRODUCTION D'ACIDE PHOSPHORIQUE PAR UN PROCÉDÉ DE
CRISTALLISATION EN DEUX STADES**

APPLICATION RELATIVE

5 La présente demande revendique les prestations de la demande provisoire des États-Unis No. 61/775,049 déposée le 8 mars, 2013 et incorporée ci-après dans son intégrité en tant que référence.

DOMAINE DE L'INVENTION

10 La présente invention porte généralement sur la production de l'acide phosphorique et plus particulièrement sur un processus de cristallisation et de filtration en deux stades par emploi de l'ensemble d'un réservoir d'acide d'alimentation et d'un réservoir de solution de récupération pour la production d'un acide phosphorique à haute résistance avec une haute récupération de P_2O_5 .

15

ETAT DE LA TECHNIQUE

L'acide phosphorique (H_3PO_4) se caractérise par un ensemble d'utilisations commerciales allant de son utilisation dans la production de produits agricoles, comme les engrais et la nourriture animale jusqu'à son incorporation dans les produits alimentaires. La concentration en acide phosphorique pourrait être exprimée de plusieurs manières y compris le pourcentage d'acide phosphorique ($\%H_3PO_4$), le pourcentage de pentoxyde de phosphore ($\%P_2O_5$) ou le pourcentage de phosphore ($\%P$) en utilisant les facteurs de conversion suivants pour convertir les unités de concentration.

25

$$\%H_3PO_4 \times 0.724 = \%P_2O_5$$

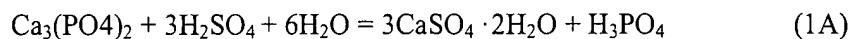
$$\%H_3PO_4 \times 0.316 = \%P$$

$$\%P_2O_5 \times 0.436 = \%P$$

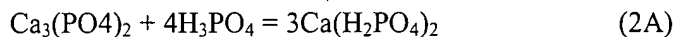
30 Afin de réaliser les objectifs de cette demande et de garantir la cohérence et la simplicité, la concentration en acide phosphorique est exprimée comme concentration en P_2O_5 ($\%P_2O_5$). La concentration ou la teneur en acide phosphorique définissent l'aptitude à un emploi spécifique. Par exemple, l'acide phosphorique de classe commerciale a une concentration ou une pureté de

P₂O₅ d'environ 50-54% alors que le P₂O₅ de classe alimentaire a une concentration ou une pureté d'environ 54-62%.

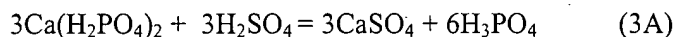
L'acide phosphorique utilisé dans les produits agricoles, comme les engrais et la nourriture animale est communément produit par le biais du procédé humide. Dans le procédé humide, la roche phosphatée ou le minerai de phosphate comme le phosphate tricalcique ou l'apatite sont dissous ou acidulés par l'ajout d'acide sulfurique pour former l'acide phosphorique et le sous-produit insoluble de sulfate de calcium. La forme simplifiée de la réaction chimique globale est la suivante:



La réaction globale peut être divisée en 2 étapes séparées. Premièrement, la formation du phosphate monocalcique par réaction entre la roche phosphatée et l'excès d'acide phosphorique, ajoutée au processus et/ou bien recyclé dans la réaction suivante:



Deuxièmement, la réaction entre le phosphate monocalcique et l'acide sulfurique pour former l'acide phosphorique et le sulfate de calcium supplémentaires dans la réaction suivante:



Le sous-produit de sulfate de calcium peut être obtenu dans des formes cristallines multiples selon les concentrations des divers réactifs dans chacune des réactions ci-dessus ainsi que la température des réactions. Deux formes particulières de sulfate de calcium comprennent le sulfate de calcium dihydraté (CaSO₄·2H₂O), connu aussi sous le nom de gypse et le sulfate de calcium hémihydraté (CaSO₄·1/2H₂O). La forme dihydrate, est une forme cristalline stable qui est facilement filtrable et lavable dans le processus. Cependant, à cause de sa forme cristalline stable, le phosphate peut se renfermer dans sa structure résultant en une perte nette de phosphate dans le système, réduisant ainsi les rendements généraux du système qui se traduisent en des coûts de production plus élevés. De plus, le gypse contaminé par le phosphate pourrait devenir inadapté à son utilisation finale comme pour le ciment, le gypse, etc.

La forme hémihydratée, par contre, a une structure cristalline beaucoup moins stable, et lorsque les conditions de filtration ne sont pas contrôlées de près, cette forme présente le risque d'hydrater le filtre. L'hydratation sur le filtre peut résulter en une masse non filtrable menant à des arrêts du processus et en fin de compte des coûts de production plus élevés.

En conséquence, chaque étape du procédé humide et de ses différents paramètres, y compris les concentrations réactives et les températures de réaction doivent être attentivement contrôlées pour réduire la variabilité du processus en maximisant la filtrabilité du/des sous-produit(s) de sulfate de calcium et/ou la récupération du phosphate ou P₂O₅. Une variété de

procédés humides a été développée pour la production de l'acide phosphorique, surtout avec un ou plusieurs de ces objectifs à l'esprit.

La Brevet Américain No. 4,059,674 de Lopker, par exemple, porte sur un processus de production de l'acide phosphorique et du gypse, en utilisant 3 étapes de cristallisation afin d'augmenter la récupération du phosphate. Selon la section de l'abstract, "Les particules de la roche phosphatée de calcium [sont mélangées avec] les acides phosphoriques et sulfuriques pour former un acide sulfurique supplémentaire et le sulfate de calcium hémihydraté (gypse)...une bouillie de gypse est prélevée et l'acide phosphorique produit est séparé et exclus du processus...Le gypse est transféré à un premier re-cristalliseur où l'acide sulfurique est introduit et le gypse est recristallisé en hémihydrate. Une bouillie d'hémihydrate est transférée à un second re-cristalliseur, où l'eau obtenue comme décrit ci-dessous est ajoutée et l'hémihydrate est recristallisé en gypse..."

Le Brevet Américain No. 4,777,027 de Davister et al. porte sur un processus continu de préparation de l'acide phosphorique et du sulfate de calcium. Tel décrit dans la colonne 1, lignes 5-19, le procédé consiste à mettre en contact, dans un mélange contenant du sulfate de calcium coulant à travers une séquence de zone de réaction, le phosphate de calcium avec un mélange d'acides sulfurique et phosphorique, tout en séparant le sulfate de calcium et en extrayant au moins une partie de l'acide phosphorique de production...Le sous-produit du sulfate de calcium pourrait notamment comprendre dihydrate, α -semi-hydrate, II-anhydrite ou un mélange dans des ratios différents de deux ou plusieurs formes cristallines mentionnées..." Comme affiché dans la figure 2, plusieurs conduites d'alimentation et de recyclage alimentent le premier réacteur dans les séries de réacteurs.

Le Brevet américain No. 4,853,201 de Ore et al. divulge un "processus pour la récupération des valeurs P₂O₅ des cristaux hémihydratés générés durant le processus d'hémihydratation pour la fabrication de l'acide phosphorique y compris la conversion des cristaux hémihydratés en cristaux dihydratés par recristallisation dans un cristalliseur ayant une concentration en acide phosphorique comprise entre 0.1% et environ 10% sur une base de P₂O₅ et une concentration en sulfate libre comprise entre environ 0.1% et 10%...Le cristalliseur opère à un faible niveau de P₂O₅ et un niveau élevé de sulfate, réduisant ainsi le temps d'hydratation, ce qui constitue en fait le bénéfice majeur de ce processus.

De même, le Brevet Américain No. 3,632,307 de Cornelis van Es et al. divulge un processus dans lequel l'acide phosphorique et le gypse sont préparés à partir d'une roche phosphatée par acidulation avec l'acide sulfurique ou un mélange d'acides sulfurique et phosphorique pour former un bouillie de CaSO₄ · 1/2 H₂O [sulfate de calcium hémihydraté] dans l'acide

phosphorique. Le $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2 \text{H}_2\text{O}$ est lavé pour éliminer l'acide phosphorique collé et puis il est recristallisé à partir d'une solution contenant des acides sulfurique et phosphorique pour former le $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ [gypse].

Tous ces processus utilisent une certaine forme de recyclage dans le processus comme
5 par exemple, le recyclage de la/ des solution(s) de récupération à partir des étapes de filtration,
et/ou le recyclage des solutions de lavage à partir des étapes de filtration. Ces conduites de
recyclage sont directement alimentées au récipient de réaction initiale ou le réservoir
d'acidification et/ou les étapes de filtration. Puisque chacune de ces conduites doit être mesurée
et contrôlée avec précision, des problèmes de contrôlabilité relatifs au processus peuvent
10 rapidement surgir à cause du volume des conduites alimentant les différentes unités d'opération.
En cas de variabilité dans le système de mesure, et des mesures non précises dans une ou
plusieurs conduites de recyclage, ceci peut mener à une concentration hors cible des réactifs dans
le cristalliseur (par exemple des faibles niveaux de sulfate), ce qui fait que le cristalliseur opère
d'une manière incorrecte, résultant en des cristaux de petite taille, par exemple. En conséquence,
15 une pauvre filtration ou une variabilité dans la filtration a lieu et mène à une perte de P_2O_5 et
éventuellement à une augmentation des coûts. De même, une co-cristallisation non désirée peut
avoir lieu avec des effets similaires ainsi qu'une pauvre digestion dans le réservoir d'acidification
si les flux entrants ne sont pas bien contrôlés, et par exemple en cas d'une variabilité trop élevée.

Un processus de production de l'acide phosphorique avec un rendement élevé de P_2O_5 et
20 un acide de haute concentration en réduisant le risque d'erreur de mesure et la variabilité du
système et du processus.

RESUME DE L'INVENTION

Les modes de réalisation de l'invention portent sur un processus de cristallisation et de
25 filtration en deux étapes pour la production de l'acide phosphorique. Dans le mode de
réalisation, le processus comprend un premier réacteur y compris un réservoir de bouillie de
roche et un dissolvant dans lequel des roches humides extraites de mines sont dissoutes avec de
l'acide phosphorique et éventuellement de l'acide sulfurique pour produire une bouillie de roche.
Cette bouillie est ensuite alimentée à un premier ensemble de cristalliseur/filtration y compris un
30 cristalliseur et un système de filtration de l'hémihydrate. Dans le cristalliseur, la bouillie de roche
est mise à réagir avec l'acide sulfurique pour produire l'acide phosphorique et le sulfate de
calcium hémihydraté. L'acide produit est extrait du sulfate de calcium hémihydraté dans le
premier ensemble de filtration, et alimenté au réservoir de produit acide. Le gâteau de filtre est
ensuite nettoyé et la solution de lavage est de nouveau recyclée à un réservoir d'acide.

Le processus comprend aussi un deuxième ensemble de cristalliseur/filtration y compris un réservoir de transformation et un système de filtration du dihydrate. Le gâteau de filtre du système de filtration de l'hémihydrate est alimenté au réservoir de transformation où il est mis à réagir avec l'acide sulfurique et une combinaison de solution de récupération du dihydrate
5 recyclé et de solution de lavage pour précipiter le dihydrate du sulfate de calcium ou le gypse en forme de bouillie. La bouillie est ensuite alimentée au système de filtration du dihydrate dans lequel il est filtré et la solution de récupération provenant de cette filtration primaire est recyclée dans le réservoir de transformation. Le gypse filtré est ensuite lavé avec de l'eau et le gypse est extrait du processus. La solution de lavage est ensuite recyclée au réservoir de transformation.

10 Le processus comprend aussi un réservoir d'acide d'alimentation pour combiner la solution de récupération provenant de la filtration primaire du dihydrate, la solution de lavage provenant de la filtration par lavage de l'hémihydrate, et l'acide produit du réservoir d'acide produit. L'ensemble du réservoir d'acide inclut un système de contrôle pour contrôler ou mesurer et ajuster la concentration en P_2O_5 dans le réservoir d'acide, ainsi que la température, débit et
15 autres paramètres du processus selon le besoin. L'alimentation en acide à une concentration cible de P_2O_5 à partir de l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation est directement dirigée vers le réservoir de bouillie de roche. L'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation fournit une source unique pour le contrôle et la régulation de l'alimentation en acide dans le système au lieu de contrôler les courants d'acide d'alimentation individuels tel requis dans les systèmes de l'état de
20 la technique.

Le processus comprend aussi un ensemble du réservoir de la solution de récupération pour rassembler la solution de récupération lors de la filtration primaire du sulfate de calcium dihydraté avant de la réintroduire dans le processus. Comme l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation, l'ensemble du réservoir de la solution de récupération fournit un point unique
25 d'ajustement et de contrôle de la concentration, température, et/ou le débit de la solution de récupération avant de la recycler à un ou plusieurs des réservoirs de transformation en tant que réactif, à l'étape de filtration du lavage de l'hémihydrate en tant que solution de lavage des hémihydrates du gâteau de filtre, et en tant qu'apport à l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation.

30 L'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation et du réservoir de la solution de récupération fournissent chacun une source unique de contrôle et de régulation de l'alimentation en acide et de la solution de récupération recyclée, respectivement dans le système, ce qui résulte en un meilleur contrôle du processus, moins de variabilité dans la concentration des différents courants dans le processus, ainsi que dans la filtration afin de rendre le processus efficace,

économique et stable en produisant un acide de haute concentration comme par exemple une concentration de 39% ou plus en P_2O_5 et des rendements élevés de 99% ou plus en P_2O_5 du minéral de phosphate.

Le résumé suivant de l'invention n'est pas destiné à décrire chaque mode de réalisation illustré ou chaque mise en œuvre dans la présente invention. Les figures et la description détaillée qui suivent illustrent plus particulièrement ces modes de réalisation.

BREVE DESCRIPTION DES DESSINS

L'invention peut être complètement acquise à la lumière de la description détaillée suivante des différents modes de réalisation de l'invention relatifs aux figures annexées, dans lesquelles:

La Figure 1. est un diagramme du flux du processus de production de l'acide phosphorique suivant le mode de réalisation de l'invention.

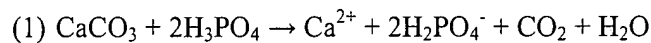
L'invention est susceptible de subir plusieurs modifications et formes alternatives, dont les particularités sont affichées à titre d'exemple dans les figures et sont décrites en détails. Mais il faut cependant noter que l'intention n'est pas de limiter l'invention à des modes de réalisation particuliers décrits ci-après. Par contre, l'intention est de couvrir toutes les modifications, équivalents et alternatifs inclus dans l'étendue de l'invention comme définis dans les revendications annexées.

20

DESCRIPTION DETAILLEE

Dans les modes de réalisation de l'invention, un processus hémihydrate/dihydrate 10 (désigné ici comme le processus HH-DH 10) pour la production de l'acide phosphorique comprend deux étapes de cristallisation et de filtration pour réaliser une haute récupération de P_2O_5 et un acide de haute teneur (ou de haute concentration). De plus, le processus 10 inclut un ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 comprenant 1 ou plusieurs réservoirs auxquelles l'acide produit et autres courants de recyclage sont combinés, mesurés ou ajoutés avant d'être ajoutés comme courant unique d'acide d'alimentation dans le réacteur initial ou le réservoir de bouillie de roche, permettant ainsi de mieux contrôler le processus et son efficacité tout en réduisant la variabilité du processus et l'erreur d'échantillonnage. Le processus 10 inclut un ensemble du réservoir de la solution de récupération 144 comprenant un ou plusieurs réservoirs dans lesquels est injectée la solution de récupération provenant de l'étape 132 de filtration du dihydrate, puis mesurée et éventuellement ajustée avant d'être introduite comme un ou plusieurs courants de recyclage dans le processus 10 lors de plusieurs étapes.

D'abord, dans un réservoir de bouillie de roche 102, des roches humides 100 et un courant ajusté d'acide d'alimentation 150 sont combinés. Les roches humides 100 peuvent être pulvérisées ou traitées avant de les insérer dans le réservoir de bouillie 102 pour augmenter la surface de la roche phosphatée pour une digestion plus complète. Le courant ajusté d'acide d'alimentation 150 contient une combinaison de courants d'acides produits et de recyclage à une concentration P_2O_5 de l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148, comme décrit en détails ci-dessous. Dans le réservoir de bouillie de roche 102, le CO_2 dans la roche est libéré comme affiché dans la réaction (1):



L'élimination du gaz CO_2 dans le réservoir de bouillie de roche permet une opération constante de dissolution.

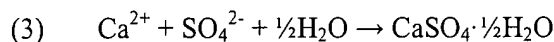
La bouillie de roche 104 du réservoir de bouillie de roche 102 et la bouillie de cristallisation re-circulé 116 (décrit ci-dessous) sont alimentés à un dissolvant 106. Dans le dissolvant 106, la roche est dissoute avec de l'acide phosphorique dans la bouillie de phosphate monocalcique 108 (ou la bouillie dissolvant 108) comme illustré dans la réaction (2):



Dans le dissolvant 106, la concentration en P_2O_5 est maintenue au-dessus de 39% et la concentration en Ca^{2+} est maintenue autour de 1% afin de maximiser la dissolution de la roche.

Les pertes de roches non dissoutes peuvent être ou comprendre moins de 0.5% de roche alimentée de P₂O₅.

L'acide sulfurique frais (H₂SO₄) 112 et la bouillie dissolvant 108 sont alimentés au cristalliseur 110. Dans le cristalliseur 110, Ca²⁺ se précipite avec SO₄²⁻ comme gypse d'hémihydrate tel montré dans la réaction (3):



La concentration SO₄²⁻ dans le cristalliseur 110 est maintenue à 2% approximativement pour une bonne croissance et filtrabilité du cristal dans la filtration postérieure. A cause de la concentration élevée en P₂O₅ dans le cristalliseur 110, la co-cristallisation du phosphate dicalcique se produit comme affiché dans la réaction (4):

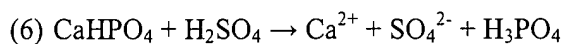
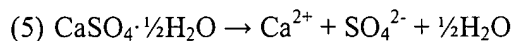


Cette réaction constitue de 6 à 8% de la perte de P₂O₅ si les solides du cristalliseur sont libérés sans traitement supplémentaire.

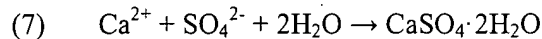
La bouillie de cristallisation 114, constituée d'une combinaison de gypse d'hémihydrate et de phosphate dicalcique, est alimentée à un système de filtration de l'hémihydrate 117 pour séparer l'acide produit (H₃PO₄) 120 des solides. L'acide produit 120 est envoyé au réservoir du produit acide 121 où il est utilisé dans la vente commerciale du produit acide 120a et/ou bien il est envoyé via 120b à l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 avant de le réintroduire ou de le recycler dans le processus 10 selon le besoin.

Après la filtration primaire dans 118, l'acide phosphorique reste dans le gâteau de filtre. La solution de récupération 146b (décrite en détails ci-dessous) comprenant l'acide phosphorique et l'excès d'acide sulfurique, est utilisée pour laver l'acide phosphorique du gâteau au niveau de l'étape de filtration du lavage d'hémihydrate et la solution de lavage résultante 126 est retournée à l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148. Les pertes de P₂O₅ soluble suite au lavage constituent 2% à 4% de la perte de P₂O₅ si le gâteau est libéré après la filtration sans traitement supplémentaire.

Le gâteau de filtre d'hémihydrate lavé 124, l'acide sulfurique frais 112, la solution de lavage du filtre de dihydrate 142, et la solution de récupération ajustée 146a sont mélangés dans le réservoir de transformation 128. Dans le réservoir de transformation 128, les pertes de gypse d'hémihydrate et de P₂O₅ co-cristallisé sont dissoutes comme affiché dans les réactions (5) & (6):



Le gypse de dihydrate se cristallise comme affiché dans la réaction (7):



La concentration en SO_4^{2-} dans le réservoir de transformation est maintenue au-dessus de 1%, et particulièrement au-dessus de 3% et plus particulièrement au-dessus de 5% pour prévenir ou inhiber la cristallisation du phosphate dicalcique. A cette concentration, les pertes co-cristallisés sont estimées inférieures à 0.5% de P_2O_5 de roche alimenté.

La bouillie du réservoir de transformation 130, qui inclut le gypse de dihydrate, est alimentée au système de filtration du dihydrate 131 pour séparer la solution de récupération 134 des solides. La solution de récupération 134 est envoyé à l'ensemble du réservoir de la solution de récupération 144, comprenant 1 ou plusieurs réservoirs. L'ensemble du réservoir de la solution de récupération 144 permet un point d'ajustement et de contrôle unique de la concentration, température et/ou flux de la solution de récupération 134 avant de la recycler dans un ou plusieurs réservoirs de transformation 128 dans 126a, l'étape 122 dans 126b, de filtration du lavage de l'hémihydrate et /ou l'ensemble d'acide d'alimentation 148 dans 126c.

Après filtration primaire 132, la solution de récupération reste dans le gâteau de filtre. L'eau 138, comme par exemple, l'eau fraîche des limites de la batterie, l'eau traitée, et/ou d'autres sources applicables d'eau, est utilisée pour laver la solution de récupération du gâteau dans l'étape 136 de filtration du lavage et la solution de lavage résultante 142 est retournée au réservoir de transformation 128. Les pertes de P_2O_5 soluble suite au lavage sont estimées inférieures à 0.5% du P_2O_5 alimenté de roche. Le gypse de dihydrate 140 est extrait de l'étape de filtration du lavage.

Comme mentionné ci-dessous, l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148, comprenant un ou plusieurs réservoirs fournit un courant ajusté d'acide d'alimentation 150 au réservoir de bouillie de roche 102 au début du processus 10 comme courant unique d'acide d'alimentation 150. Le courant ajusté d'acide d'alimentation 150 est constitué de courants combinés dans l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 y compris la solution de lavage d'hémihydrate 126 de l'étape de filtration de l'hémihydrate 122, la solution de récupération ajustée 146c de l'ensemble du réservoir de la solution de récupération 144, et l'acide produit 120b du réservoir d'acide produit 121 selon le besoin. En intégrant l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148, le stock d'acide d'alimentation ou le courant d'acide d'alimentation 150, est simplifié à une source unique, permettant un meilleur contrôle et une concentration plus consistante du courant d'acide d'alimentation 150. En d'autres termes, l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 agit comme un tampon pour le courant d'acide d'alimentation 150, permettant des ajustements des concentrations d'acides ou de réactifs, du flux, et/ou des

températures dans l'ensemble du réservoir 148 avant de l'insérer dans le réservoir de bouillie de roche 102.

De plus, l'utilisation de l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 pour produire un courant unique et ajusté d'acide d'alimentation 150, en opposition avec les courants multiples alimentant directement le réservoir de bouillie de roche 102, nécessite un système de mesure unique pour le contrôle de la concentration et du flux du courant d'acide d'alimentation 150. Ce qui élimine la nécessité d'avoir des systèmes de mesure et de contrôle complexes requis dans les processus de l'état de la technique. Dans l'état de la technique, un système de mesure ou un instrument séparé est requis pour mesurer ou contrôler chaque alimentation individuelle dans le réacteur initial ou le réservoir d'acidification, ce qui augmente la probabilité de l'erreur d'échantillonnage de l'équipement ou de la mesure. En utilisant l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148, un seul courant d'acide d'alimentation ou (la concentration en P_2O_5) nécessite un contrôle, réduisant ainsi la possibilité d'erreur de mesure et de variabilité de contrôle, qui à son tour réduit la variabilité dans les concentrations d'unités d'opérations, comme le dissolvant 106, le cristalliseur 110, et/ou le réservoir de transformation 128, à travers le processus 10. Ceci résulte en un meilleur contrôle et une moindre variabilité dans la filtrabilité du gypse d'hémihydrate et de dihydrate, créant un processus plus économique et mieux contrôlé et un rendement plus élevé de P_2O_5 .

De même, l'ensemble du réservoir de la solution de récupération 144 agit comme tampon qui contrôle le flux entrant 146a dans le réservoir de transformation 128 ainsi que le flux entrant 146b à l'étape de filtration du lavage d'hémihydrate 122 et le flux entrant 146c dans l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148. Le contrôle de l'un ou de plusieurs de ces éléments : concentration, flux et température de la solution de récupération 134 dans un point unique avant de réinsérer dans le processus 10 permet la réduction des erreurs de mesure et d'échantillonnage dans le système, résultant en une réduction de la variabilité du processus et une augmentation de l'efficacité du processus.

Suivant le mode de réalisation non limitant de l'invention, un système de contrôle inclut le contrôle des flux à chacune des unités d'opérations comme décrit ci-dessus. Cependant, les systèmes de contrôle alternatifs peuvent aussi être envisagés et le système de contrôle décrit ci-après est utilisé à titre d'exemple uniquement.

Réservoir de bouillie de Roche 102

Le flux de bouillie de roche 104 au dissolvant 106 est contrôlé par l'opérateur pour ajuster le taux vers l'installation cible. Le flux de roches humides 100 au réservoir de bouillie de roche

102 est contrôlé selon le ratio du flux du bouillie de roche 104 au dissolvant 106. Le niveau du réservoir de bouillie de roche contrôle le ratio de roches humides 100 transformées en bouillie de roche 104.

Le flux de roches humides 100 au réservoir de bouillie de roche 102 est contrôlé selon le flux du bouillie de roche 104 au dissolvant 106. Les solides dans le réservoir de bouillie de roche sont contrôlés par l'ajustement de l'opérateur du taux du courant d'acide d'alimentation 150 aux roches humides 100. Les solides du cristalliseur sont contrôlés en ajustant le niveau cible de solides du réservoir de bouillie de roche.

10 **L'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148**

Le flux de produit acide via 120b vers l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 est contrôlé en cascade selon le niveau du réservoir d'acide d'alimentation. Le flux de la solution de récupération 146 c est contrôlé selon le taux du flux du produit acide 120b à l'ensemble du réservoir 148. La concentration en P_2O_5 du réservoir d'acide d'alimentation est alors contrôlée par ajustement de l'opérateur du taux solution de récupération/produit acide. La concentration P_2O_5 du cristalliseur est alors contrôlée en ajustant simplement la concentration cible en P_2O_5 de l'alimentation en acide – qui est une source unique en opposition aux sources multiples de P_2O_5 .

Dissolvant 106

Le flux de la bouillie de cristallisation 116 au dissolvant 106 est contrôlé selon le flux de bouillie de roche 104 au dissolvant 106. La concentration du dissolvant en Ca^{2+} est contrôlée par ajustement de l'opérateur du taux bouillie de cristallisation 116 / bouillie de roche 104.

- 5 Le flux de la bouillie du dissolvant 108 au cristalliseur 110 est contrôlé en cascade par le niveau dans le dissolvant.106.

Cristalliseur 110

- 10 Le flux d'acide sulfurique 112 au cristalliseur 110 est contrôlé selon le flux de la bouillie de roche 104 au dissolvant 106. La concentration SO_4^{2-} du cristalliseur est ajustée par l'opérateur selon le taux acide sulfurique 112/bouillie de roche 104.

La pression dans le cristalliseur est réglée en cascade selon la température du cristalliseur. La température du cristalliseur est réglée par l'opérateur.

15 Filtre d'hémihydrate 117

Le flux de la bouillie de cristallisation 114 au filtre primaire d'hémihydrate ou de HH 118 est réglé en cascade par le niveau dans le cristalliseur 110.

- 20 Le flux de la solution de récupération ajustée 146b au filtre de lavage HH est contrôlé selon le flux de la bouillie de cristallisation 114 au filtre. La concentration en P_2O_5 de la solution de lavage HH est contrôlée par ajustement de l'opérateur du taux solution de récupération 146b / bouillie de cristallisation 114. Le flux de la solution de lavage HH 126 est dirigé vers l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148.

- 25 La vitesse du filtre HH est contrôlée selon le flux de la bouillie de cristallisation 114 au filtre primaire de HH 118. L'épaisseur du gâteau de filtre HH est contrôlée par ajustement de l'opérateur du rapport vitesse du filtre/bouillie de cristallisation. Le flux de la solution de récupération 126 à l'ensemble du réservoir d'acide d'alimentation 148 est contrôlé en ajustant l'épaisseur cible du gâteau de filtre

Réservoir de transformation 128

- 30 Le flux de la solution de récupération ajustée 146a au réservoir de transformation 128 est réglée par l'opérateur afin de contrôler les solides du réservoir de transformation.

Le flux d'acide sulfurique 112 au réservoir de transformation 128 est contrôlé par rapport au total du flux de la solution de récupération ajustée 146a et solution de lavage DH 142 au

réservoir de transformation 128. La concentration en SO_4^{2-} du réservoir de transformation est contrôlée par ajustement de l'opérateur du taux acide sulfurique 112/solution de récupération et lavage du DH

5 **Filtre de Dihydrate 117**

Le flux de la bouillie de transformation 130 au filtre primaire de dihydrate ou DH 132 est régulé en cascade par le niveau du réservoir de transformation 128.

Le flux d'eau 138 au filtre DH 136 est contrôlé par rapport au flux de la bouillie de transformation au filtre DH 132. Le niveau de l'ensemble du réservoir de la solution de récupération 144 contrôle le taux eau 138/bouillie de transformation.130.

Le flux de la solution de lavage DH 142 est dirigé au réservoir de transformation 128.

La vitesse du filtre DH est contrôlée selon le flux de la bouillie de transformation 130 au filtre DH 132. L'épaisseur du gâteau de filtre DH est contrôlée par ajustement de l'opérateur du rapport vitesse du filtre/bouillie de cristallisation. Le flux de la solution de récupération ajustée 146a au réservoir de transformation 128 est contrôlée en ajustant l'épaisseur cible du gâteau de filtre DH.

Réservoir du Produit Acide 121

Le flux du produit acide 120a aux limites de la batterie est régulé en cascade par le niveau du réservoir du produit acide.

En réduisant la variabilité du filtre et de la concentration du produit acide, le processus HH-DH produit de l'acide phosphorique ayant une concentration P_2O_5 entre 35% et 45% et plus particulièrement une concentration P_2O_5 d'environ 39% ou plus avec une récupération > 99% de P_2O_5 .

Plusieurs modes de réalisation de systèmes, appareils et procédés sont décrits ci-après. Ces modes de réalisation sont fournis à titre d'exemple et ne visent pas à limiter l'étendue de l'invention. Il faut, toutefois, prendre en considération que les différentes caractéristiques des modes de réalisation qui ont été décrits pourraient être combinées de plusieurs manières pour produire plusieurs modes de réalisation supplémentaires. Alors que plusieurs matériaux, dimensions, formes, configurations et localisations sont décrits pour utilisation dans des modes de réalisation révélés, d'autres peuvent être utilisés sans dépasser l'étendue de l'invention.

Les personnes ayant des compétences ordinaires dans les domaines relatifs reconnaissent que l'invention peut comprendre moins de caractéristiques que celles illustrées dans tout mode de réalisation individuel décrit ci-dessus. Les modes de réalisation décrits ci-après ne constituent

pas une présentation globale des procédés dans lesquelles les différentes caractéristiques de l'invention peuvent être formées ou combinées. En conséquent, les modes de réalisation ne sont pas des combinaisons exclusives des caractéristiques; l'invention pourrait comprendre une combinaison de différentes caractéristiques individuelles sélectionnés de plusieurs modes de réalisation individuels, tel acquis par les hommes de l'art.

Toute incorporation par référence aux documents ci-dessus se fait sous condition que tout sujet incorporé ne soit pas contraire à l'invention explicite ci-après. Toute incorporation par référence aux documents ci-dessus est limitée à ce qu'aucune revendication incluse dans les documents ne soit incorporée par référence ci-après. Toute incorporation par référence aux documents ci-dessus se fait sous condition que toute définition fournie dans le document ne soit incorporée par référence que si elle est expressément incluse ci-après.

Revendications

1. Un procédé pour la production de l'acide phosphorique, comprenant:
 - 5 l'ajustement de l'une ou plus des variables de l'alimentation en acide dans un réservoir d'acide d'alimentation pour former une alimentation en acide ajustée; étant donné que le réservoir d'acide d'alimentation détient une pluralité de courants d'acide entrants;
 - 10 la fourniture de l'alimentation en acide ajustée du réservoir d'acide d'alimentation au réservoir de la bouillie; où le minerai de phosphate est dissous avec l'acide alimenté pour former une bouillie de phosphate;
 - la cristallisation de la bouillie de phosphate pour former une bouillie de cristallisation ;
 - l'exposition de la bouillie de cristallisation à une série d'étapes de filtration et de lavage pour former un produit acide et le gypse de dihydrate; et
 - 15 la récolte de l'acide produit dans le réservoir de produit acide, où une partie du produit acide est fournie au réservoir d'acide d'alimentation en tant que l'un des courants d'acide entrants.

2. Le procédé de la revendication 1, où se forme la bouillie de phosphate, comprend aussi:
 - 20 la minimisation des pertes du minerai de phosphate non dissous à moins de 0.5% en maintenant une concentration en P_2O_5 supérieure à 39% et une concentration Ca^{2+} d'environ 1% dans le réservoir de dissolvant.

3. Le procédé des revendications 1 ou 2, comprenant l'étape de cristallisation de la bouillie de phosphate pour former une bouillie de cristallisation, comprend aussi :
 - 25 l'ajout de l'acide sulfurique à la bouillie de phosphate dans un réservoir de cristallisation, où la concentration en SO_4^{2-} est maintenue à 2% dans le réservoir de cristallisation.

- 30 4. Le procédé dans chacune des revendications précédentes comprenant l'étape d'exposition de la bouillie de cristallisation à une série d'étapes de filtration et de lavage, comprend aussi:
 - l'introduction de la bouillie de cristallisation au système de filtration de l'hémihydrate pour former le produit acide, une première solution de lavage et un gâteau de filtre d'hémihydrate; et

l'introduction du gâteau de filtre d'hémihydrate à un système de filtre de d'hémihydrate pour former le gypse d'hémihydrate, une deuxième solution de lavage et une solution de récupération.

- 5 5. Le procédé de la revendication 4, comprenant aussi:
l'introduction de la première solution de lavage au réservoir d'acide d'alimentation comme l'un des courants d'acide entrants.
6. Le procédé de la revendication 4, comprenant aussi:
10 l'introduction de la solution de récupération à un réservoir de solution de récupération et
l'ajustement d'une ou plus des variables de la solution de récupération dans le réservoir de la solution de récupération pour former une solution de récupération ajustée.
- 15 7. Le procédé de la revendication 6, comprenant aussi:
l'introduction de la solution de récupération ajustée du réservoir de la solution de récupération au réservoir d'acide d'alimentation comme étant l'un des courants d'acide entrants.
- 20 8. Le procédé de la revendication 6, comprenant aussi:
l'introduction de la solution de récupération ajustée du réservoir de la solution de récupération au système de filtration de l'hémihydrate.
9. Le procédé de la revendication 6, comprenant l'introduction de la bouillie de
25 cristallisation au système de filtration de l'hémihydrate, comprenant aussi:
la filtration de la bouillie de cristallisation pour séparer l'acide produit du gâteau de filtre d'hémihydrate;
le lavage du gâteau de filtre avec la solution de récupération ajustée pour éliminer l'acide produit résiduel du gâteau de filtre d'hémihydrate pour former la première solution
30 de lavage; et
l'introduction de la première solution de lavage au réservoir d'acide d'alimentation comme l'un des courants d'acide entrants.
10. Le procédé de la revendication 9, comprenant:

le mélange du gâteau du filtre d'hémihydrate avec l'acide sulfurique, la solution de récupération ajustée et la deuxième solution de lavage dans le réservoir de transformation, où la concentration en SO_4^{2-} est maintenue au-dessus de 1% pour inhiber la cristallisation du phosphate di-calcique.

5

11. Le procédé de la revendication 10, dans laquelle une ou plusieurs variables de l'alimentation en acide sont sélectionnées du groupe formé essentiellement par: un niveau du réservoir d'acide d'alimentation et une concentration en P_2O_5 .

10 12. Le procédé de la revendication 11, où une ou plusieurs des variables de la solution de récupération sont sélectionnées du groupe formé essentiellement des éléments suivants: un niveau du réservoir de récupération, une température du réservoir de récupération et un débit du flux de la solution de récupération.

15 13. Un procédé pour la production de l'acide phosphorique, comprenant:

un réservoir d'acide d'alimentation contenant une alimentation en acide ajustée, le réservoir d'acide d'alimentation ayant plusieurs courants entrants où le réservoir d'acide d'alimentation est adapté pour ajuster une ou plusieurs des variables d'acide d'alimentation pour former l'alimentation en acide ajustée.

20 un réservoir de bouillie pour dissoudre le minerai de phosphate avec l'alimentation en acide ajustée afin de former le minerai de phosphate;

un cristalliseur pour cristalliser la bouillie de phosphate pour former une bouillie de cristallisation.

25 un système de filtration de l'hémihydrate pour séparer le produit acide, une première solution de lavage et un gâteau de filtre de l'hémihydrate de la bouillie de cristallisation où la première solution de lavage est fournie au réservoir d'acide d'alimentation comme l'un de plusieurs courants entrants;

un réservoir de transformation pour mélanger le gâteau de filtre d'hémihydrate pour former une bouillie du réservoir de transformation.

30 un système de filtration du dihydrate pour séparer la bouillie du réservoir de transformation pour former le gypse du dihydrate, une deuxième solution de lavage et une solution de récupération ; et

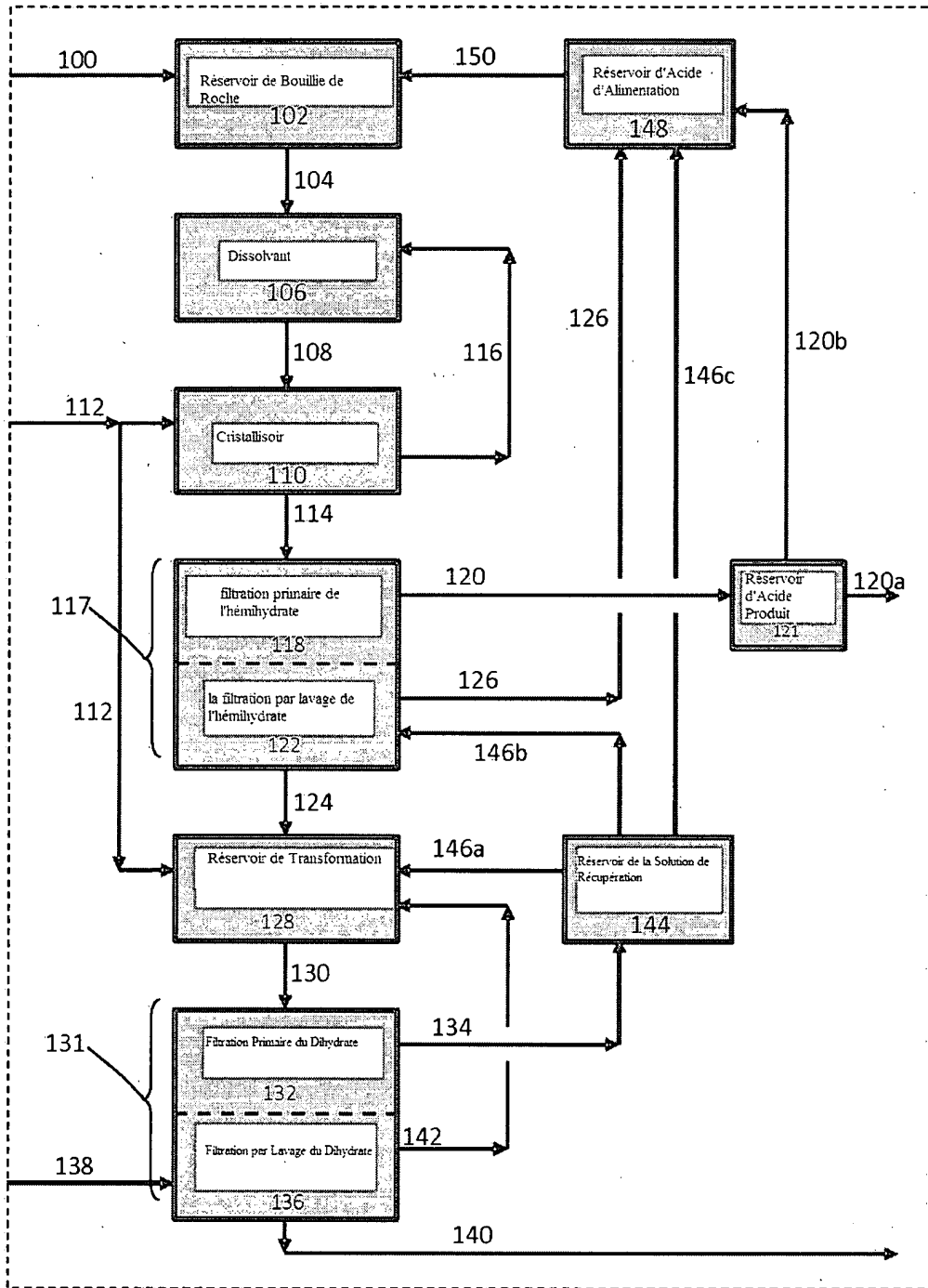
un réservoir de récupération contenant une solution de récupération ajustée, le réservoir de récupération recevant la solution de récupération est adapté pour ajuster une

ou plusieurs variables de la solution de récupération formant ainsi la solution de récupération ajustée, qui est fournie au réservoir d'acide d'alimentation en tant que l'un d'une pluralité de flux entrants.

- 5 14. Le système de la revendication 14, comprenant:
un réservoir d'acide d'alimentation pour recevoir l'acide produit, où une portion de l'acide produit est fournie au réservoir d'acide d'alimentation parmi la pluralité de flux entrants.
- 10 15. Le système des revendications 14 ou 15, où la solution de récupération est fournie au système de filtre d'hémihydrate.
16. Le système des revendications 14-16, où la solution de récupération ajustée est fournie au réservoir de transformation.
- 15 17. Le système des revendications 14-17, où une ou plusieurs variables de l'alimentation en acide sont sélectionnées du groupe comprenant essentiellement: un niveau du réservoir d'acide d'alimentation et une concentration en P_2O_5 du réservoir d'acide d'alimentation.
- 20 18. Le système des revendications 14-18, où une ou plusieurs variables de la solution de récupération sont sélectionnées du groupe comprenant essentiellement: un niveau du réservoir de récupération, une température du réservoir de récupération et un débit de la solution de récupération.

10 ↗

FIG. 1



ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية

المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 38458	Date de dépôt : 07/03/2014 ; Date d'entrée en phase nationale : 02/10/2015
Déposant : THE MOSAIC COMPANY	Date de priorité: 08/03/2013
Intitulé de l'invention : PRODUCTION D'ACIDE PHOSPHORIQUE PAR UN PROCÉDÉ DE CRISTALLISATION EN DEUX STADES	
Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.	
Les documents cités par l'examineur dans la partie rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport	
<input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés	
Partie 2 : Rapport de recherche	
Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée	
<input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A EL KADIRI	Date d'établissement du rapport : 21/03/2018
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	

Partie 1 : Considérations générales		
<i>Cadre 1 : base du présent rapport</i>		
Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :		
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Description</u> 14 Pages • <u>Revendications</u> 18 		
Partie 2 : Rapport de recherche		
Classement de l'objet de la demande :		
CIB : C 01B 25/18, 25/234, C 07B 63/00		
Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :		
EPOQUE, Orbit		
Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	US3632307 A (ES, ADRIAAN CORNELIS VAN) 4 Janvier 1972	1-12, 16-18
A	KR1020120112459 A (PRAYON TECHNOLOGIES) 11 Octobre 20 12	13-15
A	US4588570 A (DAVISTER, ARMAND L. et al.) 13 Mai 1986	1-3, 13-15
A	US4777027 A (DAVISTER, ARMAND L. et al.) 11 Octobre 1988	1-3, 13-15
A	US4277448 A (ORE, FERNANDO et al.) 7 Juillet 1981	1-3, 13-15
*Catégories spéciales de documents cités :		
<p>-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément</p> <p>-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier</p> <p>-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent</p> <p>-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs</p> <p>-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté</p>		

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité*Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle*

Nouveauté (N)	Revendications 2-3, 13-15	Oui
	Revendications 1, 4-12, 16-18	Non
Activité inventive (AI)	Revendications 13-15	Oui
	Revendications 1-12, 16-18	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-3, 13-15	Oui
	Revendications aucune	Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : US3632307
 D2 : KR1020120112459
 D3 : US4588570
 D4 : US4777027
 D5 : US4277448

1. Nouveauté (N) :

Le document D1 divulgue un procédé continu pour la préparation d'acide phosphorique et de gypse comprenant les étapes suivantes :

(1) la détermination des quantités de phosphate de roche, l'acide sulfurique, l'acide phosphorique et de l'eau par la concentration d'un produit de l'acide phosphorique souhaité; (2) l'acidification de la roche phosphatée avec un mélange d'acide phosphorique et d'acide sulfurique pour former une suspension de $\text{CaSO}_4, 1/2\text{H}_2\text{O}$ (Sulfate de calcium semi-hydraté) et des cristaux d'acide phosphorique concentré, dans lequel à la fois la concentration de l'acide sulfurique et la température de l'acidulation sont contrôlées; (3) la séparation les cristaux de sulfate de calcium hémihydraté de l'acide phosphorique par un filtre; (4) l'élimination d'au moins une partie dudit acide phosphorique en tant que produit; (5) lavage de l'hémihydrate de sulfate de calcium pour éliminer au moins une partie de l'acide phosphorique qui adhère encore à l'hémihydrate de sulfate de calcium; et (5) recristallisation des cristaux de sulfate de calcium hémihydraté dans une solution aqueuse de recristallisation pour former des cristaux de $\text{CaSO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$ (sulfate de calcium dihydraté) (voir colonne 3, lignes 1-48; la revendication 1.).

D'où l'objet de la revendication 1 manque de nouveauté conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Aucun document de l'état de l'art D1-D5 ne contient pas les caractéristiques des revendications 2-3, 13-15, d'où l'objet des revendications 2-3 et 13-15 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 est considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet de la revendication 2.

L'objet de la revendication 2 diffère de D1 en ce que la minimisation des pertes du minerai de phosphate non dissous est à moins de 0,5% en maintenant une concentration en P_2O_5 supérieure à 39% et une concentration de Ca^{2+} d'environ 1% dans le réservoir de dissolvant.

Cependant, ces caractéristiques additionnelles de la revendication 2 ne constituent que l'une des options que l'homme de métier sélectionnerait sans faire preuve d'activité inventive.

Le document D1 est considéré comme l'état de l'art le plus proche de l'objet de la revendication 3. L'objet de la revendication 3 diffère de D1 en ce que le procédé comprend l'ajout de l'acide sulfurique à la bouillie de phosphate dans un réservoir de cristallisation, ou la concentration en SO_4^{2-} est maintenue à 2% dans le réservoir de cristallisation.

La caractéristique additionnelle de la revendication 3 ne constitue que l'une des options que l'homme de métier sélectionnerait sans faire preuve d'activité inventive.

Par conséquent, l'objet des revendications 2-3 manque d'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

D1 considéré comme l'art antérieur le plus proche de l'objet de la revendication 13, divulgue une installation de production d'acide phosphorique et du gypse, comprenant: (a) des conduits (4, 5) d'alimentation des phases de l'acide phosphorique dans un réacteur d'acidification; (b) le réacteur d'acidification (1) formant l'acide phosphorique et de sulfate de calcium hémihydraté; (c) un dispositif de séparation (7), tel qu'un filtre pour séparer l'acide phosphorique et de l'hémihydrate de sulfate de calcium; (d) une cuve de recristallisation (11) pour recristalliser un gâteau de filtration de sulfate de calcium semi-hydraté de calcium pour former des cristaux de sulfate dihydraté (gypse); et (e) un filtre (17) pour retirer les cristaux de gypse (voir colonne 8, lignes 74, 75; colonne 9, lignes 1-75.).

L'objet de la revendication 13 diffère de D1 par un réservoir de récupération destiné à ajuster une ou plusieurs variables de solution de récupération pour former une solution de récupération ajustée qui est fournie à un réservoir d'alimentation d'acide comme l'une d'une pluralité de courants d'entrée.

Le problème à résoudre peut être considéré comme la mise à disposition d'un procédé alternatif pour la production de l'acide phosphorique.

L'état de l'art ne contient aucune incitation à l'homme de métier pour modifier le procédé de D1 et arriver au procédé de la présente revendication 13, d'où l'objet de la revendication 13 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet des revendications 14-15 dépendantes de la revendication 13, implique lui aussi une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet des revendications 4-12, 16-18, dépendantes des revendications 1 et 13, ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle se réfèrent, définit un objet qui satisfasse aux exigences de la nouveauté ou/et l'activité inventive au sens des articles 26 et 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet des revendications 1-3 & 13-15 de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.