



## (12) DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 38622 B1** (51) Cl. internationale : **C02F 101/20; C02F 11/00; F23G 5/02; C02F 11/10; C02F 9/00; C02F 11/06**
- (43) Date de publication : **30.06.2017**

---

(21) N° Dépôt : **38622**

(22) Date de Dépôt : **03.05.2013**

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/EP2013/059285 03.05.2013**

(71) Demandeur(s) : **OUTOTEC (FINLAND) OY, Rauhalanpuisto 9 FI-02230 Espoo (FI)**

(72) Inventeur(s) : **HERMANN, Ludwig ; SCHNEIDER, Gunter ; LOHRBERG, Dirk**

(74) Mandataire : **ABU-GHAZALEH INTELLECTUAL PROPERTY TMP AGENTS**

---

(54) Titre : **PROCÉDÉ ET INSTALLATION DE SÉPARATION DE MÉTAUX LOURDS À PARTIR D'UNE MATIÈRE PREMIÈRE PHOSPHORIQUE**

(57) Abrégé : Procédé de séparation de métaux lourds à partir d'une matière première phosphorique comprenant les étapes suivantes consistant en : (i) le chauffage de la matière première à une température de 600 à 1 200 °C dans un premier réacteur (1) et le retrait du gaz de combustion; (ii) l'utilisation du gaz de combustion de l'étape (i) pour préchauffer une source alcaline; et (iii) le transfert de la matière première chauffée de l'étape (i) et de la source alcaline chauffée de l'étape (ii) dans un deuxième réacteur (20), l'ajout d'une source de carbone élémentaire, le chauffage à une température de 700 à 1 100 °C et le retrait du gaz de procédé et d'un courant de produit.

Abrégé :

Un procédé pour séparer des métaux lourds d'un matériau de départ phosphorique, comprenant les étapes suivantes :

5

(iii) chauffer le matériau de départ à une température de 600 à 1,200°C, dans un premier réacteur (1) et retirer le gaz de combustion ;

10

(iv) utiliser le gaz de combustion de l'étape (i) pour préchauffer une source alcaline ; et

15

(iii) transférer la matière de départ chauffée de l'étape (i) et la source alcaline chauffée de l'étape (ii) dans un second réacteur, ajouter une source de carbone élémentaire, chauffer à une température de 700 à 1,100°C et retirer du gaz de traitement et un flux de produit.

20

25

30

- 1 -

**PROCEDE ET INSTALLATION DE SEPARATION DE METEAUX LOURDS A  
PARTIR D'UNE  
MATIERE PREMIERE PHOSPHORIQUE**

5

La présente invention concerne un procédé et une installation pour la séparation de métaux lourds à partir de matières de départ phosphoriques.

10

15

20

25

Le phosphate est un nutriment très important pour la photosynthèse des plantes de sorte que plus de 90% de la production mondiale de phosphate est transformé en engrais phosphatés. La disponibilité du phosphore, cependant, est limitée. Afin d'améliorer la disponibilité limitée de matières phosphoriques, il y a eu des efforts pour utiliser les cendres des boues d'égouts, qui contient souvent une quantité considérable de phosphore et qui, généralement, est rejeté dans une décharge, en tant que source pour récupérer le phosphore. Il a été proposé de brûler les boues d'égouts contenant du phosphore pour obtenir une cendre contenant du phosphore avec une teneur en phosphore de 8 à 20% en poids. Les principaux composants chimiques qui résultent de la cendre des boues d'égouts sont  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  et  $\text{P}_2\text{O}_5$ . Les cendres contiennent toutefois aussi des métaux lourds tels que le plomb, le cadmium, l'arsenic, le chrome, le cuivre, le nickel, le zinc ou le mercure. Comme le contenu de ces éléments dépasse les limites prévues par les réglementations officielles et que la disponibilité de ses composés de phosphate est faible, les cendres de la boue d'épuration en tant que telle ne peuvent pas être utilisées comme engrais et doivent être traitée au préalable.

30

La demande PCT/EP2012/061986 décrit un procédé pour la séparation de métaux lourds à partir des cendres de boues d'épuration contenant du phosphore, dans lequel le matériau de départ est chauffé à une température comprise entre  $700^\circ\text{C}$  et  $1.100^\circ\text{C}$  dans un premier réacteur, les gaz de combustion

sont retirées et la matière de départ chauffée est transférée dans un second réacteur dans lequel des chlorures de métaux alcalins et des métaux alcalino-terreux sont ajoutés.

5 Il est également connu de l'art antérieur (voir Böhm, H., Werner W., "Entwicklung und Erprobung eines Verfahrens zur chemisch-thermischen Verarbeitung P-haltiger Klärschlammasche zu Düngerphosphaten", Ministère fédéral allemand de la Recherche et de la Technologie, Rapport de recherche T 81 - 127, Juillet 1981) de chauffer un mélange de soude, de cendres de boues  
10 d'épuration et de sable à une température comprise entre 1.100°C et 1.250°C dans un four rotatif contenant du phosphate. Il y a de nombreux inconvénients techniques à ce procédé : premièrement, les métaux lourds qui sont présents dans le matériau de départ ne seront pas retirés de l'engrais qui en résulte ; d'autre part, le procédé est très énergivore, car l'air contenu dans le four rotatif,  
15 mais pas utilisé dans le procédé, doit être chauffé afin de maintenir la température de réaction désirée.

Il est l'objet de la présente invention de fournir une séparation fiable des métaux lourds à partir de matières phosphoriques d'une manière efficace en terme  
20 d'énergie qui est également plus facile à utiliser et à un coût de moindre intensité que les procédés de l'art antérieur.

Ce problème est résolu par la présente invention dans un procédé selon la revendication 1, comprenant les étapes suivantes :

25

- (i) chauffer le matériau de départ à une température de 600 à 1,200°C, de préférence de 700 à 1,100°C, dans un premier réacteur et retirer le gaz de combustion ;
- (ii) utiliser le gaz de combustion de l'étape (i) pour préchauffer une  
30 source alcaline ; et

(iii) transférer la matière de départ chauffée de l'étape (i) et la source alcaline préchauffée de l'étape (ii) dans un second réacteur, ajouter une source de carbone élémentaire, chauffer à une température comprise entre 700 à 1100°C et retirer du gaz de traitement et un flux de produit.

Le procédé selon l'invention utilise une source alcaline pour convertir le phosphore contenu dans la matière de départ en composés phosphatés solubles. De préférence, la source alcaline est choisie dans le groupe constitué par les carbonates de sodium, les hydroxydes de sodium, les carbonates de potassium et les hydroxydes de potassium. Le plus préféré es que la source alcaline soit  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (carbonate de sodium). De préférence, la source alcaline est ajoutée en une quantité de 2 à 80% en poids, de préférence de 10 à 50% en poids, du matériau de départ.

Selon l'invention, le carbone élémentaire est utilisé pour réduire les composants de métaux lourds de la matière de départ pour l'élimination ultérieure. De préférence, la source de carbone élémentaire est choisie dans le groupe constitué par les lignites pulvérisées, les boues d'épuration sèches ou de la biomasse sèche. Le plus préférée est que la source de carbone élémentaire soit de la boues d'épuration pré-déshydratée. De préférence, la source de carbone élémentaire est ajoutée en une quantité de 1 à 40% en poids, de préférence de 3 à 15% en poids, du matériau de départ.

Afin d'atteindre les températures à l'intérieur du premier réacteur de l'étape (i), il est préférable qu'un mélange d'air et de carburant soit fourni audit premier réacteur. En général, tout combustible capable de produire les températures requises à l'intérieur du premier réacteur peut être utilisé. Les combustibles préférés selon l'invention sont le gaz naturel, les boues d'épuration et la bio-

masse contenant du phosphore tels que le fumier de ferme ou les sous-produits animaux.

5 Il est préférable que la matière de départ soit pré-chauffée à une température de 300 à 800°C, de préférence de 400 à 600°C, et de manière davantage préférée de 520 à 580°C, avant le chauffage dans le premier réacteur de l'étape (i). Ledit préchauffage est effectué de préférence en plusieurs étapes, afin de refroidir le gaz de combustion à une température appropriée pour le préchauffage de la source alcaline. Si le carbonate de sodium est utilisé comme source alcaline,  
10 son point de fusion est de 851°C, de sorte qu'il ne devrait pas être directement en contact avec le gaz de combustion chaud sortant du premier réacteur.

Selon l'invention, la source alcaline est préchauffée dans une seconde étape de préchauffage à une température de 200 à 500°C, de préférence 300 à 400°C,  
15 avant l'introduction dans le second réacteur.

Le procédé selon l'invention est avantageux par rapport à l'état de la technique à plusieurs égards.

20 Etant donné que la plus grande quantité de gaz de combustion est produite dans le premier réacteur de l'étape (i), les dimensions du deuxième réacteur dans l'étape (iii) peuvent être considérablement réduites. En outre, il n'y a pas besoin de chauffer les composés gazeux dans le second réacteur dans l'étape (iii) qui ne sont pas utilisés dans la réaction, ce qui réduit considérablement les  
25 besoins en énergie par rapport aux procédés de l'état de la technique.

Le préchauffage de la source alcaline de l'étape (ii) du procédé selon l'invention permet de réduire l'énergie nécessaire pour chauffer le deuxième réacteur dans l'étape (iii).

30

Le mélange de la source alcaline et la source de carbone élémentaire dans le deuxième réacteur dans l'étape (iii) améliore la décomposition de la source alcaline et donc la formation de composés phosphatés solubles.

- 5 Il est préféré que le gaz de traitement dans l'étape (iii) soit refroidi au-dessous de la température de condensation des composés de métaux lourds pour permettre leur précipitation et enlèvement.

10 Les autres solides riche en phosphore quittent le réacteur et sont transportés vers une section de finition pour fabriquer le phosphore pur ou des engrais complexes.

15 Les solides riches en phosphore retirés du deuxième réacteur dans l'étape (iii) peuvent être mélangés avec un support droit de grade élevé de phosphore et/ou un support de la nutrition pour obtenir de très précieux engrais phosphatés. Les solides peuvent être homogénéisés et granulés pour faciliter la manipulation supplémentaire.

20 Selon la présente invention, les gaz de combustion provenant de l'étape (i) sont introduits dans un séparateur à cyclone et ensuite dans une section venturi de la première étape de préchauffage.

25 Par la suite, les gaz de combustion sont retirés du séparateur à cyclone, entrent dans une section Venturi d'une deuxième section de préchauffage et sont mélangés avec une source alcaline selon l'étape (ii).

30 La présente invention a également pour objet une installation pour la séparation de métaux lourds à partir de matières de départ phosphoriques selon la revendication 14, qui est capable d'effectuer le procédé tel que décrit ci-dessus. L'installation comprend un premier réacteur pour chauffer le matériau ayant au

moins une conduite pour soutirer du gaz de combustion, un premier étage de préchauffage pour le préchauffage de la matière première, une deuxième étape de préchauffage pour chauffer une source alcaline, et un second réacteur pour chauffer le matériau de départ chauffé et la source alcaline préchauffée, ainsi qu'une source de carbone élémentaire ayant au moins une conduite pour soutirer du gaz de traitement et au moins une conduite pour soutirer un flux de produit.

De préférence, le premier réacteur de l'étape (i) est un réacteur à lit fluidisé, fonctionnant avec une surface en matière solide expansé qui assure un transfert thermique idéal. Le deuxième réacteur dans l'étape (iii) est de préférence un four rotatif.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le premier et/ou le deuxième étage de préchauffage comprennent chacun une section Venturi et un séparateur à cyclone. La section Venturi aide à mélanger la matière ajoutée avec le gaz chaud, tandis que dans le séparateur à cyclone, les solides sont séparés du gaz, puis transférés aux premier et deuxième réacteurs, respectivement.

L'invention sera maintenant décrite en plus de détails sur la base des modes de réalisation préférés et des dessins.

Dans les dessins :

La figure 1 est un diagramme de flux simplifié d'une installation mettant en œuvre le procédé de la présente invention.

Dans l'installation représentée sur la figure 1, une matière première ou de départ contenant du phosphore tels que les cendres des boues d'épuration ou la

biomasse ou le phosphate de roche est pneumatiquement transportée à partir des silos de stockage non représenté à un premier étage de préchauffage 2, comprenant une section Venturi 2a et 2b du séparateur à cyclone. Ainsi, le matériau de départ est mélangée intensivement avec un gaz de combustion  
5 chaud prélevé sur un premier réacteur 1 et chauffé à une température de 400 à 600°C, de préférence d'environ 575°C. Dans le séparateur à cyclone 2b, la matière solide est séparée du gaz et transférée par la ligne 3 dans le premier réacteur 1, qui est de préférence un réacteur à lit fluidisé. Dans le premier réac-  
10 teur 1, le produit de départ préchauffé est chauffé par la combustion d'un combustible, tel que du gaz naturel, de la biomasse ou des boues d'épuration arrivant par la ligne 4 de combustible avec de l'air fourni par le conduit d'air 5. L'air peut être introduit sous une pression élevée via le compresseur 6. Dans le premier réacteur 1, le matériau de départ est chauffé à une température de 700 à 1.100°C, de préférence de 900 à 1.000°C et en particulier d'environ 950°C.

15 La matière de départ ainsi chauffée est retirée du premier réacteur 1 par la conduite 7 et est introduite dans un second réacteur 20, de préférence un réacteur à four rotatif. Le niveau du stock dans le premier réacteur 1 peut être contrôlé par un pot d'étanchéité 8 tel que décrit dans le document WO 2008/104250  
20 A, un joint de pied plongeant ou similaire. Les gaz de combustion sont retirés du premier réacteur 1 par le conduit 9 dans un séparateur 10 à cyclone pour séparer le gaz du matériau solide. Le matériau solide est retiré au fond du séparateur à cyclone 10 et transféré dans le deuxième réacteur 20 par le conduit 7. Les gaz de combustion chauds entrent dans la section Venturi 2a du premier étage de  
25 préchauffage pour le préchauffage 2 de la matière de départ.

Du séparateur à cyclone 2b de la première étape de préchauffage 2, le gaz est soutiré en tête et pénètre dans une section Venturi 11a d'un deuxième étage de préchauffage 11 où le carbonate de sodium est ajouté comme source alcaline  
30 préférée et mélangé avec le gaz de chauffage. Le mélange est ensuite transféré

dans un séparateur à cyclone 11b permettant de séparer les solides à partir du gaz. Dans la seconde étape de préchauffage 11, la source alcaline est préchauffée de 300 à 400°C, de préférence à environ 360°C, puis transférée dans le deuxième réacteur 20 par le conduit 16. Le gaz est soutiré en tête du séparateur à cyclone 11b et transféré dans le séparateur 13 par la conduite 12, où les matières solides sont séparées du gaz après l'ajout d'un sorbant approprié à base de calcium ou de sodium tel que l'hydrate de calcium, le carbonate de calcium ou le carbonate acide. Enfin, après avoir passé à travers un filtre 14, de préférence un filtre électrostatique et un autre dispositif de nettoyage approprié, pour la récupération des solides supplémentaires qui peuvent être introduits dans le deuxième réacteur 20 à travers le conduit 15, le gaz épuré est retiré de l'installation.

Le matériau de départ fourni à partir du premier réacteur 1 à travers le conduit 7 et la source alcaline fournie par l'intermédiaire des conduits 15, 16 sont introduits dans le deuxième réacteur 20 et y est chauffés à une température de 700 à 1.100°C, de préférence de 900 à 1.000°C et en particulier à environ 950°C. En plus de la matière de départ et la source alcaline d'une source de carbone élémentaire, en particulier la boue d'épuration pré-séchée, la biomasse, le charbon ou lignite pulvérisés et/ou du coke, est introduit dans le second réacteur 20 à travers le conduit 17. L'air peut être introduit à travers le conduit 5. Les composés peuvent être mélangés avant d'entrer dans le deuxième réacteur 20 ou alimentés séparément et mélangés à l'intérieur du réacteur 20, de préférence par rotation. Ainsi la source alcaline se décompose en X + Y (où X est l'ion alcalin et Y représente un carbonate ou un anion d'hydrogène) et la source de carbone élémentaire réduit les métaux lourds dans leur forme élémentaire. Pour le carbonate de soude, la réaction est comme suit :



Les métaux lourds s'évaporent et quittent le deuxième réacteur 20 avec le gaz du procédé à travers le conduit 21. Les solides riches en phosphore restent quittent le deuxième réacteur 20 par une sortie étanche aux gaz et le conduit du produit I22 et sont refroidis.

5

Le semi-produit retiré à travers le conduit du produit 22 est exempt de métaux lourds toxiques et transporté vers une section de finition (non représentée) où il est fabriqué en phosphore droit ou en engrais complexes.

10

Le gaz de traitement provenant du second réacteur 20 contient les métaux lourds élémentaires. Ledit gaz de traitement est transmis à travers le conduit 21 dans le séparateur 23 où il est trempé d'environ 200 à 400°C avec de l'air frais ou de l'eau pour condenser les composés de métaux lourds en des particules solides. Ces particules sont capturées dans un filtre à manche (non représenté) sous forme de poussière de filtre. En variante, les solides peuvent être séparées du gaz par précipitation électrostatique. Jusqu'à ce que le recyclage des métaux lourds sera commercialement viable, la poussière du filtre sera déposée sous forme de déchets secondaires. Enfin, le gaz de traitement purifié est réinjectée dans le premier réacteur 1 à travers le conduit 24.

20

Au point de quitter le processus thermochimique, le semi-produit est déjà conforme aux exigences de la loi sur les engrais. La concentration de substances toxiques et en particulier du cadmium et de l'uranium est de un à deux ordres de grandeur inférieure aux concentrations respectives dans les engrais à base de phosphate de roche.

25

Pour se conformer aux tolérances de concentration de phosphate requis par la plupart des lois sur les engrais de l'ordre de +/- 0,8 points de pourcentage de P<sup>2</sup>O<sub>5</sub> total, une quantité mesurée d'une haute teneur en porteur de phosphore droit (P) peut être ajoutée au semi-produit. A cet effet, le semi-produit est analy-

30

sé en ligne pour déterminer sa concentration en  $P_2O_5$  et un ou plusieurs métaux lourds indicateurs. En fonction de la concentration désirée en phosphate dans le produit final, une quantité mesurée de superphosphate triple (TSP) ou de l'acide phosphorique est mélangée et homogénéisée. Alternativement et pour la production d'un engrais de phosphate pour l'agriculture biologique, la roche phosphatée est utilisée au lieu du TSP pour régler la concentration en P.

En tant que première option, le produit est homogénéisé et granulé dans un mélangeur-granulateur, et - en fonction du but final - fini sous forme de poudre sans poussière ou sous forme de granulés finaux. A partir de ce stade, le produit est devenu le produit final de l'installation qui soit sera vendu aux distributeurs de produits agricoles ou aux fabricants d'engrais.

En tant que deuxième option, l'installation peut être étendue à la fabrication des engrais complexes par mélange de porteurs de nutriments supplémentaires. Cette étape nécessite des silos/installations de stockage supplémentaires et la conception correspondante de la section de finition de l'installation pour traiter les quantités de nutriments et les engrais supplémentaires. Dans ce cas, le produit et les supports d'éléments nutritifs supplémentaires sont transportés et introduits dans le mélangeur-granulateur en des rapports déterminés en fonction du type d'engrais cible. En ajoutant de petites quantités d'eau et - selon les besoins - des liants et des agents d'enrobage, les granulés d'engrais complexes de composition homogène et une distribution de taille de maïs déterminée sont produits qui sont conformes à toutes les exigences en termes de valeurs seuils, de tolérances et de solubilité des nutriments.

La matière première, les cendres, ne contient pas de substances organiques combustibles et halogénées. Elle est principalement constituée de composés de phosphate, de calcium, de silicium, de fer et d'aluminium.

30

La capacité de traitement de la matière de départ par l'installation peut être par exemple de 4 à 10 tonnes par heure. Les matières premières sont chauffées par des brûleurs à gaz naturel ou par la combustion des boues d'épuration ou de la biomasse, et l'énergie est recyclée dans l'installation avec efficacité. Les émissions du procédé sont effectivement contrôlées par une séquence de réacteurs d'adsorption et des filtres à manches. Les métaux lourds sont capturés comme de la poussière de filtre sèche et éliminés en toute sécurité dans une décharge.

L'application du produit sous forme d'un engrais phosphaté est plus respectueux de l'environnement que l'utilisation soit d'engrais minéraux classiques ou des engrais organiques recyclés. En comparaison avec les engrais minéraux classiques, les concentrations de cadmium et d'uranium sont de 1 à 2 ordres de grandeur inférieures. En comparaison avec les engrais organiques, il n'existe aucun risque de transfert des polluants organiques à la chaîne alimentaire humaine et animale.

Les supports de nutriments supplémentaires sont exclusivement des engrais autorisés comme le sulfate d'ammonium, le chlorure de potassium (MOP), le sulfate de potassium (SOP) et les scories de convertisseur. Le triple-superphosphate et les produits finis seront stockés dans des silos ou comme matériau en vrac dans des entrepôts couverts. Les liants et les agents d'enrobage et - sur demande - le phosphore et l'acide sulfurique sont stockés dans le respect des exigences légales.

**Liste des références numériques :**

	1	premier réacteur
	2	première phase de préchauffage
5	2a	section Venturi
	2b	séparateur à cyclone
	3	conduit
	4	conduit à combustible
	5	conduit à air
10	6	compresseur
	7	conduit
	8	joint à pied plongeant
	9	conduit
	10	séparateur à cyclone
15	11	première phase de préchauffage
	11a	section Venturi
	11b	séparateur à cyclone
	12	conduit
	13	séparateur
20	14	filtre
	15	conduit
	16	conduit
	17	conduit
	20	deuxième réacteur
25	21	conduit
	22	conduit à produit
	23	séparateur
	24	conduit

**Revendications :**

1. Un procédé pour séparer des métaux lourds d'un matériau de départ phosphorique, comprenant les étapes suivantes :
  - 5 (i) chauffer le matériau de départ à une température de 600 à 1,200°C, dans un premier réacteur (1) et retirer le gaz de combustion ;
  - (ii) utiliser le gaz de combustion de l'étape (i) pour préchauffer une source alcaline ; et
  - 10 (iii) transférer la matière de départ chauffée de l'étape (i) et la source alcaline chauffée de l'étape (ii) dans un second réacteur, ajouter une source de carbone élémentaire, chauffer à une température de 700 à 1,100°C et retirer du gaz de traitement et un flux de produit.
- 15 2. Le procédé selon la revendication 1, **caractérisé en ce que** la matière première est préchauffée lors d'au moins une première étape de préchauffage (2) à une température de 300 à 800°C préalablement à l'étape (i).
- 20 3. Le procédé selon la revendication 1 ou 2, **caractérisé en ce que** la matière première est préchauffée à travers plusieurs étapes préalables à l'étape (i).
- 25 4. Le procédé selon l'une quelconques des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la source alcaline est préchauffée dans une deuxième étape de préchauffage (11) à une température de 200 à 500°C préalablement à son introduction dans le deuxième réacteur (20).

5. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la source alcaline est choisie parmi le groupe consistant en les carbonates de sodium, les hydroxydes de sodium, les carbonates de potassium et les hydroxydes de potassium ou toute combinaison de ceux-ci
- 5
6. Le procédé selon la revendication 5, **caractérisé en ce que** ladite source alcaline est du carbonate de sodium.
7. Le procédé selon l'une quelconque des revendications susmentionnées, **caractérisé en ce qu'**une telle source alcaline est ajoutée à une quantité de 2 à 80% en poids et de préférence à une quantité de 10 à 50% en poids de la matière première.
- 10
8. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** la source de carbone élémentaire est choisie dans un groupe consistant en la lignite pulvérisée, les boues d'épuration séchées, la biomasse sèche, la lignite pulvérisée, le charbon et/ou du coke ou une combinaison de ceux-ci.
- 15
9. Le procédé selon l'une quelconque des revendications susmentionnées, **caractérisé en ce que** la source du carbone élémentaire est ajoutée à une quantité de 1 à 40% en poids et de préférence à une quantité de 3 à 15% en poids de la matière première.
- 20
10. Le procédé selon la revendication 2, **caractérisé en ce que** les gaz de combustion provenant de l'étape (i) sont introduits dans un séparateur à cyclone (2b) et ensuite dans une section Venturi (2a) de la première étape de préchauffage (2).
- 25

11. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** de tels gaz de l'étape (i) sont retirés depuis un séparateur à cyclone (2b), sont introduits dans une section Venturi (11a) puis sont mélangés avec une source alcaline selon l'étape (ii).
- 5
12. Le procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, **caractérisé en ce que** le gaz de traitement dans l'étape (iii) est refroidi au-dessous de la température de condensation des composés de métaux lourds pour permettre leur précipitation et élimination.
- 10
13. Le procédé selon la revendication (12), **caractérisé en ce que** le gaz de traitement sans métaux lourds est recycler dans un premier réacteur (1).
14. Une installation pour la séparation des métaux lourds de la matière première phosphorique dans une premier réacteur (1) pour le chauffage de la matière première, une première étape de préchauffage (2) pour la préchauffage de la matière première, un deuxième réacteur (20) pour le chauffage de la matière première préchauffée et de la source alcaline préchauffée ainsi que de la source de carbone ayant au moins un conduit (21) pour le retrait du gaz de traitement et au moins un conduit de produit (22) pour le retrait du flux de produit.
- 15
- 20
15. L'installation selon la revendication 14, **caractérisée en ce que** la première étape de préchauffage (2) pour le préchauffage de la matière première alimentant le premier réacteur (1) comprend plusieurs étapes.
- 25
16. L'installation selon la revendication 14 ou 15, **caractérisée en ce que** la première et/ou la deuxième étape de préchauffage (2 ; 11) chacune comprend une section Venturi (2a ; 11a) et un séparateur à cyclone (2a ; 11b).
- 30

17. L'installation selon l'une quelconque des revendications 14 à 16, **caractérisée en ce que** le premier réacteur (1) est un réacteur à lit fluidisé et/ou un deuxième réacteur (20) est un four rotatif.

5

10

15

20

25

30



ROYAUME DU MAROC  
\*\*\*\*\*  
OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIÉTÉ  
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)

<b>Renseignements relatifs à la demande</b>	
N° de la demande : 38622	Date de dépôt : 03/05/2013
Déposant : OUTOTEC (FINLAND) OY	Date d'entrée en phase nationale : 25/11/2015
Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ ET INSTALLATION DE SÉPARATION DE MÉTAUX LOURDS À PARTIR D'UNE MATIÈRE PREMIÈRE PHOSPHORIQUE	
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'examinateur 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 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	
Examinateur: BRINI Abdelaziz	Date d'établissement du rapport : 24/05/2016
Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00	



**Partie 1 : Considérations générales**

*Cadre 1 : base du présent rapport*

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description  
1-12 Pages
- Revendications  
17
- Planches de dessin  
1 Page

**Partie 2 : Rapport de recherche**

**Classement de l'objet de la demande :**

CIB : C02F101/20, C02F11/00, C02F11/06, C02F11/10, C02F9/00, F23G5/02

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
A	ADAM C. et al "Thermochemical treatment of sewage sludge ashes for phosphorus recovery" WASTE MANAGEMENT, 1 March 2009, pages 11 22-1 128, XP025769686.	1-17
A	EP0908673 (B1); 15-05-2002 ; ASEA BROWN BOVERI [CH]	1-17

**\*Catégories spéciales de documents cités :**

-« 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  
 -« 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  
 -« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent  
 -« 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  
 -« 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

### Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité

Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications 1-17 Revendications aucune	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-17 Revendications aucune	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-17 Revendications aucune	Oui 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: ADAM C. et al "Thermochemical treatment of sewage sludge ashes for phosphorus recovery" WASTE MANAGEMENT, 1 March 2009, pages 11 22-1 128, XP025769686.

#### 1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 1-17, d'où celles-ci sont nouvelles conformément à l'article 26 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

#### 2. Activité inventive (AI) :

Le document qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 divulgue un procédé pour l'élimination thermochimique des métaux lourds à partir des cendres de boues d'épuration contenant du phosphore qui doit être utilisé comme engrais. Après l'addition d'une source de chlore tel que  $MgCl_2$ , les boues d'épuration sont incinérés par un traitement hydro-thermique dans un four rotatif à  $1000^\circ C$ , ce qui provoque le transfert complet des chlorures de métaux lourds à partir des cendres vers la phase vapeur. Les chlorures de métaux lourds volatils sont séparés de la phase gazeuse et ainsi éliminés des cendres de boues d'épuration. Les cendres décontaminées présentent une biodisponibilité améliorée du phosphore.

L'objet de la revendication 1 diffère du document D1 en ce qu'une source de carbone élémentaire est ajoutée, au lieu d'une source de chlore et aussi une source alcaline est ajoutée. En outre, la source de carbone et la source alcaline sont ajoutées dans un deuxième réacteur après que le gaz de combustion soit retiré du premier réacteur.

Les effets techniques liés à ces caractéristiques distinctives sont:

- la réduction des métaux lourds à l'état élémentaire par réaction avec la source de carbone;
- la décomposition alcaline de phosphate dans le produit de départ en phosphate soluble;
- un volume minime du gaz éliminé qui est contaminé par des métaux lourds ; et
- la récupération de la chaleur à partir de l'étape de chauffage (i) dans le réacteur.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un procédé amélioré pour l'élimination de métaux lourds à partir de matières de départ phosphorique suite à l'ajout d'un réactif chimique alternatif donnant ainsi lieu à un engrais phosphaté plus utile.

La solution proposée ne semble pas être évidente, car aucun document de l'art antérieur n'incite l'homme du métier à utiliser les caractéristiques distinctives telles que décrites dans la revendication 1 pour résoudre le problème.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

La revendication indépendante 14 se rapporte à une installation pour la mise en œuvre du procédé tel que décrit dans la revendication 1 et concerne la séparation des métaux lourds de la matière première phosphorique.

Par suite, l'objet de la revendication 14 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-13 et 15-17 dépendent de la revendication 1 et 14 et satisfont en tant que telles aux exigences de l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 modifiée et complétée par la loi 23-13.

### **3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :**

L'objet 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.