

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 40762 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/12**

(43) Date de publication :
30.04.2020

(21) N° Dépôt :
40762

(22) Date de Dépôt :
25.09.2015

(30) Données de Priorité :
26.09.2014 US 201462056254 P

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/US2015/052402 25.09.2015

(86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation:EP15784986.0

(71) Demandeur(s) :
Novaphos Inc., 3200 County Road 630 W Fort Meade, FL 33841 (US)

(72) Inventeur(s) :
BLAKE, David B. ; PACHPOR, Sourabh A. ; HANDMAN, Lawrence M. ; FOWLER, Theodore P. ; TRAINHAM, James A. ; VIGNOVIC, Mark

(74) Mandataire :
SABA & CO, TMP

(54) Titre : **PROCÉDÉS ET SYSTÈMES DE FABRICATION DU PENTOXYDE DE PHOSPHORE AVEC UNE MEILLEURE RÉSISTANCE À LA COMPRESSION D'AGGLOMÉRAT**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé de fabrication du pentoxyde de phosphore consistant à former des agglomérats de pré-charge contenant des particules de minerai de phosphate, des particules de matière carbonée et des particules de silice et à chauffer les agglomérats de pré-charge dans une atmosphère réductrice ou inerte à une température d'induration allant de plus de 900 °C à moins de 1 180 °C et à maintenir la température d'induration pendant au moins 15 minutes. Le procédé consiste à former des agglomérats de charge et à augmenter leur résistance à la compression à plus de 25 livres-force au moyen du chauffage, les agglomérats de charge présentant un rapport molaire calcium sur silice inférieur à 1 et un rapport molaire silice sur (calcium + magnésium) supérieur à 2. Les agglomérats de charge forment le lit du four de réduction, un gaz se dégage du four et le pentoxyde de phosphore est recueilli à partir du gaz dégagé du four.

RevendicationsPROCÉDÉS ET SYSTÈMES DE FABRICATION DU PENTOXYDE DE PHOSPHORE AVEC UNE MEILLEURE RÉSISTANCE À LA COMPRESSION D'AGGLOMÉRAT.

5

1. Procédé de production de pentoxyde de phosphore comprenant :

la formation d'agglomérats constituant une charge préalable qui contiennent
10 des particules de minerai de phosphate, des particules de matériau carboné, et des
particules de silice;

le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable dans une
atmosphère de réduction ou dans une atmosphère inerte jusqu'à une température
d'induration qui va de plus de 900 °C à moins de 1180 °C et le maintien de la
15 température d'induration pendant 15 minutes ou plus ;

dans lequel le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable et
le maintien de la température d'induration forment des agglomérats constituant une
charge d'alimentation qui présentent une résistance à l'écrasement supérieure à 25
lbf (111 N), les agglomérats constituant une charge d'alimentation présentant un
20 rapport molaire calcium sur silice inférieur à 1 et un rapport molaire silice sur (calcium
+ magnésium) supérieur à 2

la formation d'un lit de four de réduction dans un four de réduction en utilisant
les agglomérats constituant une charge d'alimentation ; et

la génération d'effluents gazeux de four et la collecte du pentoxyde de
25 phosphore à partir des effluents gazeux de four.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel :

la formation des agglomérats constituant une charge préalable comprend :

la formation d'agglomérats crus qui contiennent des particules de minerai de phosphate, des particules de matériau carboné, des particules de silice et un polymère ; et

le séchage des agglomérats crus à une température de séchage qui va de 40 °C à 300 °C de manière à former les agglomérats constituant une charge préalable, les agglomérats constituant une charge préalable présentant une résistance à l'écrasement supérieure à 25 lbf (111 N);

dans lequel le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable et le maintien de la température d'induration assurent une augmentation de la résistance à l'écrasement des agglomérats constituant une charge d'alimentation jusqu'à plus de 50 lbf (222 N).

3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel :

la formation des agglomérats constituant une charge préalable comprend :

l'extrusion d'un matériau de manière à former des agglomérats crus qui contiennent des particules de minerai de phosphore, des particules de matériau carboné, des particules de silice et de 2 % à 5 % en poids (sur une base à sec) de particules d'argile ; et

le séchage des agglomérats crus extrudés à une température de séchage qui va de 40 °C à 150 °C de manière à former les agglomérats constituant une charge préalable, les agglomérats constituant une charge préalable présentant une résistance à l'écrasement supérieure à 50 lbf (222 N) ; dans lequel :

le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable et le maintien de la température d'induration assurent une augmentation de la résistance à

l'écrasement des agglomérats constituant une charge d'alimentation jusqu'à plus de 200 lbf (890 N).

4. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel une résistance à l'écrasement des agglomérats constituant une charge d'alimentation se situe à au-delà de 50 lbf (222 N), en option dans lequel la résistance à l'écrasement se situe à au-delà de 100 lbf (445 N).

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent, dans lequel le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable et le maintien de la température d'induration sont réalisés dans un four d'induration qui est sélectionné parmi un four à tunnel, un four rotatif à co-courant et un four rotatif à contre-courant ; ou dans lequel le chauffage des agglomérats constituant une charge préalable et le maintien de la température d'induration sont réalisés dans un moyen de chauffage à grille.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent, dans lequel la température d'induration va de 930 °C à 1125 °C, en option dans lequel la température d'induration va de 950 °C à 1100 °C et est maintenue pendant 30 minutes ou plus, en option dans lequel la température d'induration va de 1000 °C à 1100 °C et est maintenue pendant 30 à 90 minutes.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent, dans lequel la température d'induration est maintenue pendant 30 à 90 minutes.

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent, comprenant en outre le préchauffage des agglomérats constituant une charge préalable dans un moyen de chauffage à grille jusqu'à une température de préchauffage qui va de 950 °C à moins de 1180 °C avant le chauffage à la
5 température d'induration, lequel chauffage est réalisé dans un four d'induration.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent, comprenant en outre la préparation des particules de minerai de phosphate, des particules de matériau carboné et des particules de silice de telle sorte que 80 % ou
10 plus d'entre elles présentent une dimension inférieure à 200 mesh (74 µm), en option dans lequel les agglomérats constituant une charge préalable contiennent en outre des particules d'argile, et comprenant en outre la préparation des particules de minerai de phosphate, des particules de matériau carboné, des particules d'argile et des particules de silice de telle sorte que 80 % ou plus d'entre elles présentent une
15 dimension inférieure à 200 mesh (74 µm), en option dans lequel 80 % ou plus d'entre elles présentent une dimension inférieure à 325 mesh (44 µm).

10. Procédé selon la revendication 8, comprenant en outre :

la purification des effluents gazeux de four dans un épurateur acide de produit
20 et la génération d'un effluent gazeux d'épurateur qui est réducteur ; et

le préchauffage dans le moyen de chauffage à grille en utilisant l'effluent gazeux d'épurateur réducteur.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications qui précèdent,
25 comprenant en outre l'ajout, au-dessus du lit, d'air par l'intermédiaire et au travers

d'une pluralité d'orifices sur le four de réduction le long d'une longueur du lit, dans lequel une pluralité de tubages verticaux sont ajoutés sur les orifices et sont d'une hauteur suffisante de manière à ce qu'ils s'étendent au-dessus du lit d'agglomérats.

5 12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, dans lequel les agglomérats constituant une charge préalable comprennent un ou plusieurs contaminant(s) qui est/sont sélectionné(s) parmi le groupe qui est constitué par l'Al, l'As, le Cd, le Cl, le Pb et le Hg, et dans lequel le procédé comprend en outre la diminution d'une concentration des contaminants dans les agglomérats constituant
10 une charge d'alimentation en utilisant le chauffage par comparaison avec les agglomérats constituant une charge préalable, en option dans lequel la température d'induration est maintenue pendant 60 minutes ou plus.

 13. Procédé selon la revendication 2, dans lequel la température de
15 séchage va de 40 °C à 150 °C et les agglomérats crus contiennent en outre des particules d'argile.

 14. Procédé selon la revendication 2, dans lequel le polymère comprend un composé qui est sélectionné parmi les acryliques, les silicones, les polyimides
20 réticulables, les époxyes, les silicates de sodium, de potassium ou de lithium, et une combinaison de polymères organiques et inorganiques ; ou dans lequel le polymère comprend du $\text{Na}_2(\text{SiO}_2)_n\text{O}$.