

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 46385 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/22**

(43) Date de publication :
29.07.2021

(21) N° Dépôt :
46385

(22) Date de Dépôt :
27.06.2017

(30) Données de Priorité :
28.06.2016 BE 20160005482

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/EP2017/065886 27.06.2017

(71) Demandeur(s) :
Prayon S.A., Rue Joseph Wauters 144 4480 Engis (BE)

(72) Inventeur(s) :
HENRY, Thomas ; THEYS, Tibaut

(74) Mandataire :
SABA & CO.,TMP

(86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation: EP17732465.4

(54) Titre : **PROCEDE DE PREPARATION DE MONOHYDROGENOPHOSPHATE DE CALCIUM**

(57) Abrégé : La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium comprenant une attaque en milieu aqueux, durant une période de temps prédéterminée, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, une première séparation entre ladite phase aqueuse et ladite phase solide, durant une période de temps prédéterminée, une neutralisation de ladite phase aqueuse à un pH suffisant pour obtenir une précipitation dudit monohydrogénophosphate de calcium, une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium, caractérisé en ce que ladite période de temps prédéterminée de ladite étape a) de digestion est supérieure à celle de l'étape b) susdite.

Revendications

1. Procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium comprenant les étapes de: a) digestion en milieu aqueux, durant une première période de temps, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, b) une première séparation entre ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des impuretés, durant une deuxième période de temps, c) une neutralisation de ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution à un pH suffisant pour obtenir une précipitation dans un milieu aqueux de phosphate de calcium insoluble en tant que monohydrogénophosphate de calcium susdit, et d) une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium, caractérisé en ce que ladite première période de temps de ladite étape a) de digestion est supérieure à ladite deuxième période de temps de l'étape b) susdite.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les étapes a) et b) susdites sont réalisées en une durée inférieure à 2 heures, de préférence une durée comprise entre 30 et 100 minutes, de préférence entre 30 et 70 minutes, plus préférentiellement entre 40 et 65 minutes.

3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite première période de temps de ladite étape a) est comprise entre 75 et 100 minutes, de préférence entre 80 et 95 minutes, ou entre 20 et 45 minutes, en particulier 24 et 40 minutes, préférentiellement entre 30 et 35 minutes.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite première séparation de ladite étape b) est réalisée à une vitesse de filtration d'au moins 0,1 tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, de préférence comprise entre 0,1 et 5 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement comprise entre 0,15 et 3 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement encore comprise entre 0,3 et 0,9, en particulier entre 0,4 et 0,7 tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, ladite vitesse de filtration étant calculée suivant l'équation suivante :

$$\text{Vitesse de filtration} = \frac{Q_{P_2O_5}}{\sqrt{\Delta P} \Omega T_f}$$

où,

$Q_{P_2O_5}$ correspond la quantité de P_2O_5 recueillie dans le filtrat et est exprimée en tonne, Ω est la surface du filtre exprimée en m^2 , ΔP est la différence entre la pression de sortie du filtrat et la pression appliquée à la pulpe au moment de ladite première séparation et est exprimée en bar, et T_f est la première période de temps de ladite première séparation et est exprimée en jour.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite source de phosphate et ledit acide sont introduits dans un premier réacteur comprenant ledit milieu aqueux simultanément ou successivement, afin de réaliser ladite étape a) de digestion et dans lequel ladite pulpe comprenant ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des impuretés est transférée du premier réacteur à un moyen de séparation pour mettre en œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) susdite.
6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel ledit moyen de séparation est situé entre ledit premier réacteur et un deuxième réacteur.
7. Procédé selon la revendication 5, dans lequel ledit moyen de séparation est présent dans un deuxième réacteur dans lequel est introduite ladite pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, pour mettre en œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) susdite.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel ledit moyen de séparation est un filtre choisi dans le groupe constitué d'un filtre rotatif, de préférence à cellules basculantes, filtre presse, filtre à bande et filtre tambour.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit acide est choisi dans le groupe constitué de l'acide chlorhydrique, de l'acide nitrique, de l'acide sulfurique, de l'acide phosphorique et de leurs mélanges.
10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel ledit acide est une solution aqueuse d'acide présentant une concentration en acide inférieure ou égale à 15% en poids, de préférence dans ledit premier réacteur.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les étapes a) et b) sont effectuées à une température comprise entre 50°C et 70°C, de préférence égale à 60°C.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite source de phosphate est choisie dans le groupe constitué d'une roche de phosphate, d'un minerai de phosphate, de sources de phosphate secondaires telles que des cendres, en particulier issues de boues de station d'épuration ou d'os ou de lisiers de porcs, ou de leurs mélanges.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de neutralisation est réalisée au moyen d'un agent de neutralisation choisi dans le groupe constitué des composés à base de calcium tels que de l'oxyde, de l'hydroxyde et du carbonate de calcium et des sels de calcium hydrosolubles, et leurs mélanges.