

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 49829 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/01; C01B 25/22; C01B 25/32; C01B 25/226; C01B 25/225**
- (43) Date de publication : **31.12.2021**

-
- (21) N° Dépôt : **49829**
- (22) Date de Dépôt : **10.08.2018**
- (30) Données de Priorité : **11.08.2017 BE 201705554**
- (86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT: **PCT/EP2018/071818 10.08.2018**
- (71) Demandeur(s) : **Prayon S.A., Rue Joseph Wauters 144 4480 Engis (BE)**
- (72) Inventeur(s) : **WAVREILLE, Alexandre ; NINANE, Léon**
- (74) Mandataire : **SABA & CO.,TMP**
- (86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation: EP18750452.7**

-
- (54) Titre : **PROCEDE D'ATTAQUE ACIDE D'UNE SOURCE PHOSPHATEE**
- (57) Abrégé : Procédé d'attaque à l'acide sulfurique d'une source de phosphate comprenant du calcium ou pas calcium pendant une période de temps prédéterminée comprise entre 20 et 180 minutes dans des conditions selon lesquelles le ratio molaire sulfate provenant de l'acide sulfurique ainsi qu'éventuellement de la source de phosphate au calcium présent dans la source de phosphate est compris entre 0,6 et 0,8, et la teneur en P2O5 dans la cuve d'attaque est inférieure à 6%.

Revendications

1. Procédé d'attaque acide d'une source de phosphate comprenant du calcium pour la production d'un composé purifié à base de phosphate comprenant les étapes de a) une attaque acide à l'aide d'acide sulfurique de ladite source de phosphate, pendant une période de temps prédéterminée comprise entre 20 et 180 minutes avec formation d'une première suspension contenant une première matière solide et une première phase liquide dans laquelle la première matière solide est en suspension, ladite première matière solide comprenant au moins du sulfate de calcium et des impuretés, ladite première phase liquide comprenant de l'acide phosphorique et du phosphate monocalcique dissous, ladite attaque étant réalisée dans des conditions à l'entrée selon lesquelles le ratio molaire sulfate provenant de l'acide sulfurique ainsi qu'éventuellement de la source de phosphate au calcium est compris entre 0,6 et 0,8, et la teneur en P₂O₅ est inférieure à 6%,
b) une première filtration de ladite première bouille avec une séparation de ladite première matière solide de ladite première phase liquide,
c) une récupération à partir de ladite première phase liquide d'un composé purifié à base de phosphate.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite attaque acide a lieu dans 1, 2 ou plusieurs cuves d'attaque.
3. Procédé selon la revendication 1 ou la revendication 2, dans lequel la période de temps prédéterminée est inférieure à 120 minutes.
4. Procédé selon la revendication 2 ou la revendication 3, dans lequel la teneur en P₂O₅ dans la phase liquide dans la ou les cuves d'attaque est inférieure à 5%.
5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 4, dans lequel ladite attaque est réalisée à une température dans la ou les cuves d'attaque inférieure ou égale à 90°C.
6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 2 à 5, dans lequel l'acide sulfurique est un acide sulfurique dilué, en particulier avant ajout dans la ou les cuves d'attaque.
7. Procédé selon la revendication 6, dans lequel ledit acide sulfurique dilué présente une concentration en H₂SO₄ inférieure ou égale à 13% en poids.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit ratio molaire sulfate provenant de l'acide sulfurique ainsi qu'éventuellement de la source de phosphate au calcium présent dans la source de phosphate est compris entre 0,68 et 0,78.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant en outre, une addition d'une base à ladite première suspension, avant filtration.
10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, comprenant en outre, avant ladite étape de récupération à partir de ladite première phase liquide dudit composé purifié à base de phosphate, une addition d'une base à ladite première phase liquide après filtration avec formation d'une deuxième suspension comprenant une deuxième matière solide en suspension dans une deuxième phase liquide et une filtration de ladite deuxième suspension pour séparer ladite deuxième matière solide en suspension

de ladite deuxième phase liquide, ledit composé purifié à base de phosphate étant ainsi récupéré de ladite deuxième phase liquide, provenant de la première phase liquide appauvrie en ladite deuxième matière solide.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite première matière solide séparée de ladite première phase liquide est recyclée par introduction dans la première suspension.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite source de phosphate contenant du calcium est choisie dans le groupe constitué de roche de phosphate conventionnelle, roche de phosphate de faible teneur en P₂O₅, de cendres, de boues de stations d'épuration, des cendres d'os, de lisiers de porc, de lisiers de poulets, de cendres de boues de station d'épuration, de boues de stations d'épuration, et de toute matière première présentant une teneur en phosphate inférieure à 30% en poids de P₂O₅ par rapport au poids total de la matière première.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit composé purifié à base de phosphate est un phosphate monocalcique MCP, un phosphate bicalcique DCP, plus particulièrement un phosphate bicalcique DCP de grade alimentaire, un acide phosphorique, comme par exemple issu directement de ladite première phase liquide ou un acide phosphorique produit à partir dudit DCP.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 10 à 13, dans lequel ladite deuxième phase liquide est recyclée par introduction dans ladite ou lesdites cuves d'attaque.