

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 52171 B1

(51) Cl. internationale :
**B01J 10/00; B01J 19/00;
B01J 19/24; C08G 79/04;
B01J 19/30; B01J 8/02;
C01B 25/24; B01J 19/26**

(43) Date de publication :
31.08.2022

(21) N° Dépôt :
52171

(22) Date de Dépôt :
27.03.2019

(30) Données de Priorité :
30.03.2018 BE 201805218

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:
PCT/EP2019/057702 27.03.2019

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

(72) Inventeur(s) :
HEPTIA, Bernard ; SZÖCS, Carl ; LERUTH, Denis ; GABRIEL, Damien

(74) Mandataire :
ATLAS INTELLECTUAL PROPERTY

(86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation: EP 19713794.6

(54) Titre : **PROCEDE DE PRODUCTION D'ACIDE POLYPHOSPHORIQUE ET DISPOSITIF POUR UN TEL PROCEDE**

(57) Abrégé : L'invention concerne un procédé et dispositif pour produire une solution d'acide polyphosphorique à partir d'une solution d'alimentation P0 par voie humide. Une solution d'acide phosphorique enrichie optionnellement mélangée à une solution d'alimentation directe, est pulvérisée dans une flamme d'une chambre de combustion pour former la solution d'acide polyphosphorique. Les gaz de combustion issus de la chambre de combustion sont contactés avec la solution d'alimentation dans un contacteur gaz-acide pour en augmenter la température et la concentration en P2O5 et ainsi former une solution d'acide phosphorique enrichi. Une partie de la solution d'acide phosphorique enrichi est conduite à un débit Qp dans la chambre de combustion pour être pulvérisée dans la flamme. Le reste de la solution d'acide phosphorique enrichi est conduite dans une boucle de recirculation pour être réintroduite dans le contacteur gaz-acide à un débit Q2. Le rapport, Qp / (Qp + Q2) est contrôlé à une valeur prédéfinie.

Revendications

1. Procédé de production d'acide polyphosphorique P3 comprenant les étapes suivantes :

- (a) introduire dans un contacteur gaz-acide (1), un flux d'alimentation F0 du contacteur d'une solution d'alimentation P0 d'acide phosphorique qui présente une concentration massique, x_{p0} , comprise entre 0 et 70% P_2O_5 ,
- (b) introduire dans le contacteur gaz-acide (1) un flux de recirculation F2 de solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2,
- (c) introduire dans le contacteur gaz-acide (1) des gaz de combustion G1 ;
- (d) contacter les flux d'alimentation F0 du contacteur et de recirculation F2 et les gaz de combustion G1 pour former, d'une part,
 - une solution d'acide phosphorique enrichi P1 comprenant une concentration massique, x_{p1} , qui est supérieure à x_{p0} ($x_{p1} > x_{p0}$) et, d'autre part,
 - des gaz de combustion contactés G3,
- (e) séparer les gaz de combustion contactés G3 de la solution d'acide phosphorique enrichi P1, puis
 - évacuer les gaz de combustion contactés G3 du contacteur gaz-acide (1), et
 - sortir la solution d'acide phosphorique enrichi P1 du contacteur gaz-acide (1),
- (f) former à partir de ladite solution d'acide phosphorique enrichi P1, d'une part,
 - un flux de recirculation F2 de solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2 pour l'introduire dans le contacteur gaz-acide (1) tel que défini à l'étape (b) et, d'autre part,
 - un flux de pulvérisation Fp de la solution d'acide phosphorique enrichi P1 pour l'introduire dans une chambre de combustion (2),
- (g) pulvériser à travers une flamme brûlant dans la partie supérieure de la chambre de combustion (2) un flux de mélange Fm d'une solution de mélange Pm d'acide phosphorique, ayant une concentration massique x_{pm} supérieure à celle du flux d'alimentation F0 du contacteur formé par, d'une part,
 - la solution d'acide phosphorique enrichi P1 et optionnellement, d'autre part,
 - un flux d'alimentation directe Fd d'une solution d'alimentation aqueuse directe Pd d'acide phosphorique à une concentration massique, x_d , d'au moins 20%, de préférence d'au moins 40%,

pour :

- évaporer de l'eau et ainsi concentrer la solution de mélange Pm,
- polymériser les molécules de la solution de mélange Pm d'acide phosphorique pour former une solution d'acide polyphosphorique P3 et
- former des gaz de combustion G1,
- (h) séparer la solution d'acide polyphosphorique P3 des gaz de combustion G1 et
 - récupérer la solution d'acide polyphosphorique P3, et
 - transférer les gaz de combustion G1 dans le contacteur gaz-acide (1) tel que défini à l'étape (c).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel

- la solution d'alimentation P0 du contacteur comprend une concentration x_{p0} de 0 à 70%, de préférence au moins 54%, encore de préférence au moins 58% ou même au moins 60% P_2O_5 . et dans lequel

- un débit Q_0 de la solution d'alimentation P_0 du contacteur dans le contacteur exprimé par unité de puissance nominale [MW^{-1}] de la chambre de combustion est de préférence compris entre 100 et 3000 kg / (h MW), de préférence entre 500 et 2500 kg / (h MW).

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel,

- la solution d'acide phosphorique enrichi P_1 est identique à la solution d'acide phosphorique recirculé P_2 et comprend une concentration x_{p1} de 5 à 80%, de préférence au moins 60%, encore de préférence au moins 62% ou même au moins 65% P_2O_5 et dans lequel
- un débit total, $Q_1 = (Q_p + Q_2)$, de la solution P_1 hors du contacteur exprimé par unité de puissance nominale [MW^{-1}] de la chambre de combustion est de préférence compris entre 600 et 123000 kg / (h MW), de préférence entre 1000 et 50000 kg / (h MW) et
- un rapport, $Q_p / (Q_p + Q_2)$, entre le débit massique Q_p du flux de pulvérisation F_p et le débit massique total ($Q_p + Q_2$) est de préférence inférieur à 50%, de préférence inférieur à 10%, de préférence inférieur à 5%, encore de préférence inférieur à 2.5% et dans lequel le rapport $Q_p / (Q_p + Q_2)$ est supérieur à 0.1%, de préférence supérieur à 0.5%.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel,

- la solution d'alimentation directe d'acide phosphorique P_d comprend une concentration x_{pd} de 20 à 80%, de préférence au moins 60%, encore de préférence au moins 62% ou même au moins 65% P_2O_5 . et dans lequel
- un débit Q_d de la solution d'alimentation directe P_d dans la chambre de combustion exprimé par unité de puissance nominale [MW^{-1}] de la chambre de combustion est de préférence compris entre 0 et 1500 kg / (h MW), de préférence entre 400 et 1000 kg / (h MW).

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel,

- la solution d'alimentation P_0 comprend au moins 40% P_2O_5 , de préférence au moins 50% ou au moins 54%, encore de préférence au moins 58% ou même au moins 60% P_2O_5 .

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, dans lequel

- la solution d'alimentation P_0 comprend moins de 40% P_2O_5 , de préférence moins de 30% ou moins de 20%, encore de préférence moins de 5% ou même 0% P_2O_5 et dans lequel un débit Q_d de la solution d'alimentation directe P_d est non-nul.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel,

- la solution de mélange Pm comprend une concentration xpm de 15 à 80%, de préférence au moins 40%, de préférence au moins 65%, encore de préférence au moins 70% ou même au moins 75% de P_2O_5 et dans lequel, un débit Qd de la solution d'alimentation directe Pd est de préférence non-nul.
- un débit Qm de la solution de mélange Pm dans la chambre de combustion exprimé par unité de puissance nominale $[MW^{-1}]$ de la chambre de combustion est de préférence compris entre 600 et 3000 kg / (h MW), de préférence entre 900 et 2000 kg / (h MW).

8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel,

- la solution d'acide polyphosphorique P3 comprend une concentration xp3 d'au moins 76% équivalent en unités de P_2O_5 de préférence supérieure à 80%, particulièrement de préférence supérieur à 88%, ou est de préférence comprise entre 76 et 90%, encore de préférence entre 86 et 88% et dans lequel,
- le débit Q3 de la solution P3 d'acide polyphosphorique dans la chambre de combustion exprimé par unité de puissance nominale $[MW^{-1}]$ de la chambre de combustion est de préférence compris entre 240 et 1500 kg / (h MW), de préférence entre 600 et 3000 kg / (h MW).

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les flux d'alimentation F0 et de recirculation F2 sont soit,

- mélangés avant leur introduction dans le contacteur gaz-acide pour former un flux d'un mélange de la solution d'alimentation P0 du contacteur et de la solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2, soit
- contactés après avoir été introduits séparément dans le contacteur gaz-acide pour former un flux d'un mélange de la solution d'alimentation P0 du contacteur et de la solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les flux d'alimentation direct Fd et de solution de pulvérisation Fp sont soit,

- mélangés pour former le flux de mélange Fm avant d'être pulvérisés dans la flamme dans la chambre de combustion, soit
- pulvérisés séparément dans la chambre de combustion pour former le flux de mélange Fm dans la flamme ou juste avant d'atteindre la flamme.

11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel le contact entre les flux d'alimentation F0 du contacteur et de recirculation F2 et les gaz de combustion G1 à l'étape (d) s'effectue à co-courant ou à contre-courant, de préférence à co-courant en s'écoulant depuis une partie supérieure vers une partie inférieure du contacteur gaz-acide et dans lequel au cours de l'étape (d) de contact, un rapport $(Qg1 / (Q0 + Q2))$ entre un débit massique Qg1 du gaz de combustion G1 introduit dans le contacteur gaz-acide (1) et un débit massique total $(Q0 + Q2)$ des flux d'alimentation de contact F0 et de recirculation F2 introduits dans le contacteur

gaz-acide (1), est compris entre 0.1 et 50%, de préférence entre 0.5 et 10%, encore de préférence entre 1 et 7%.

12. Dispositif de production d'acide polyphosphorique P3 suivant un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, comprenant :

(A) une chambre de combustion (2) présentant :

- une entrée d'acide phosphorique enrichi (2pu) dans la chambre de combustion permettant l'introduction à un débit d'une solution d'acide phosphorique enrichi P1 sous forme pulvérisée dans une unité de combustion (2c),
- une entrée d'alimentation directe (2pdu) dans la chambre de combustion ou en amont de l'entrée d'acide phosphorique enrichi (2pu) permettant l'introduction d'une solution d'alimentation directe Pd ou d'un mélange de solutions d'alimentation directe Pd et d'acide phosphorique enrichi P1 sous forme pulvérisée dans une unité de combustion (2c),
- l'unité de combustion (2c) étant agencée dans la partie supérieure de la chambre de combustion, et étant capable de former une flamme ayant une température d'au moins 1500°C par combustion d'un combustible, ladite unité de combustion comprenant :

o un brûleur,

o des connexions fluidiques entre le brûleur et, d'une part, une source d'oxygène et, d'autre part, une source de combustible (10) permettant d'alimenter la flamme,

- une sortie d'acide polyphosphorique (2pd) de la chambre de combustion pour récupérer une phase liquide, et agencée en aval de l'unité de combustion qui est elle-même agencée en aval de l'entrée d'acide phosphorique enrichi (2pu),
- une sortie d'évacuation de gaz de combustion G1 issu de la flamme

(B) un contacteur gaz-acide (1) présentant

- une entrée d'alimentation de contact (1pu) reliée à une source d'une solution d'alimentation P0 du contacteur, permettant l'introduction à un débit d'alimentation de contact Q0 d'une solution d'alimentation P0 du contacteur,
- une entrée de gaz de combustion (1gu) permettant l'introduction dans le contacteur gaz-acide des gaz de combustion G1 à un débit Qg1,
- une entrée de recirculation (1pru) identique ou différente de l'entrée d'alimentation de contact (1 pu), permettant l'introduction d'une solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2 à un débit de recirculation Q2,
- les entrées d'alimentation de contact (1 pu) et/ou de recirculation (1pru) et l'entrée de gaz (1gu) étant agencées pour permettre, d'une part,

o un contact entre le flux d'alimentation de contact F0 et flux de recirculation F2 pour former un flux d'un mélange de la solution d'alimentation P0 du contacteur et de la solution d'acide phosphorique enrichi recirculé P2 et, d'autre part

o un contact du mélange ainsi formé avec les gaz de combustion G1,

- une ou plusieurs sorties d'acide phosphorique enrichi (1pd),

(C) une connexion fluide (6) de gaz de combustion reliant une extrémité (6u) couplée à la sortie d'évacuation des gaz de combustion de la chambre de combustion (2), à une extrémité (6d) couplée à l'entrée de gaz de combustion (1gu) dans le contacteur gaz-acide (1),

(D) une première connexion fluide de pulvérisation (3p) reliant une extrémité amont (3u) couplée

- à la sortie d'acide phosphorique enrichi (1pd) du contacteur gaz acide (1) ou
- à un point d'embranchement (5) avec une première connexion fluide (3) qui est couplée à la sortie d'acide phosphorique enrichi (1pd),

à une extrémité aval (3d) couplée à l'entrée d'acide phosphorique enrichi (2pu) dans la chambre de combustion (2)

Caractérisé en ce que le dispositif comprend en outre

(E) une connexion fluide de recirculation (3, 3r) reliant une extrémité amont couplée,

- à une sortie d'acide phosphorique enrichi recirculé (1pd) du contacteur gaz-acide (1) ou
- à un point d'embranchement (5) avec la première connexion fluide (3),

à une extrémité aval (3r) couplée,

- à l'entrée de recirculation (1pru) du contacteur gaz-acide (1) ou
- à une connexion d'alimentation de contact (3a) alimentant le contacteur gaz-acide en solution d'alimentation P0 du contacteur, et

(F) des moyens pour contrôler et maintenir un rapport, $Q_p / (Q_p + Q_2)$, entre un débit massique de pulvérisation Q_p s'écoulant dans la connexion fluide de pulvérisation (3p) et un débit massique total ($Q_p + Q_2$) défini comme la somme du débit massique de pulvérisation Q_p et d'un débit massique de recirculation Q_2 s'écoulant dans la connexion fluide de recirculation (3r) à une valeur inférieure à 50%, de préférence inférieure à 10%, de préférence inférieure à 5%, encore de préférence inférieure à 2.5% et dans lequel le rapport $Q_p / (Q_p + Q_2)$ a une valeur supérieure à 0.1%, de préférence supérieure à 0.5%.