

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication :
MA 57936 A1

(51) Cl. internationale :
B03D 1/014; B03D 1/02

(43) Date de publication :
31.05.2024

(21) N° Dépôt :
57936

(22) Date de Dépôt :
23.09.2022

(71) Demandeur(s) :
OCP SA, Hay Erraha Rue Alabtal N°2-4 CASABLANCA (MA)

(72) Inventeur(s) :
Bouhfid Rachid ; HAKIM MEHDI ; AMALIK JAMAL ; Quaiss Abou El Kacem ; ETAHIRI Abderrahman

(74) Mandataire :
SABA & CO.,TMP

(54) Titre : **FORMULATION D'ADDITIFS DE FLOTTATION A BASE D'ESTERS PHOSPHORIQUES**

(57) Abrégé : L'invention concerne une formulation d'additifs de flottation à base d'ester phosphorique pour la flottation des carbonates des minerais phosphatés, lors d'un processus de flottation inverse.

ABREGE DESCRIPTIF

5

L'invention concerne une formulation d'additifs de flottation à base d'ester phosphorique pour la flottation des carbonates des minerais phosphatés, lors d'un processus de flottation inverse.

10

FORMULATION D'ADDITIFS DE FLOTTATION A BASE D'ESTERS PHOSPHORIQUES

5 **DOMAINE DE L'INVENTION**

L'invention concerne une formulation d'additifs de flottation à base d'esters phosphoriques pour la récupération des carbonates à partir des minerais phosphatés, lors du procédé de la flottation inverse.

10

ART ANTERIEUR

La production mondiale des minerais phosphatés est assurée à plus de 80% par les gisements sédimentaires, dont les plus importants se trouvent au Maroc. La composition des minerais phosphatés dépend du type de gisement (sédimentaire, igné ou autres) tandis que la composition minéralogique de sa gangue se diffère d'un bassin à l'autre. Les minerais phosphatés d'origine sédimentaire sont généralement des apatites carbonatées appelées « Francolite » tandis que les minerais phosphatés d'origine ignée sont généralement des fluoro-apatites.

20

Les minerais phosphatés extraits à partir des gisements subissent une série d'opérations de traitement et d'enrichissement pour obtenir un produit concentré en phosphate (traduit par un taux élevé en pentoxyde de phosphore P_2O_5 et un faible taux en autres oxydes tels que SiO_2 , MgO , CO_2 et CaO) afin d'améliorer la qualité du minerai et l'adapter aux applications industrielles.

25

La flottation est l'une des opérations les plus importantes dans ce processus d'enrichissement de ce minerai, car elle consiste à le séparer sélectivement à partir des minerais de sa gangue. Les conditions de séparation par flottation ainsi que les réactifs à utiliser dépendent du type de minerai phosphaté à concentrer et de la composition de sa gangue.

30

La flottation est une méthode de séparation des solides entre eux en suspension dont le mélange est appelé pulpe. À l'inverse de la décantation, la flottation naturelle s'applique à des produits dont la masse volumique est inférieure à celle du liquide qui les renferme

en se basant juste sur la différence de vitesse de flottation naturelle des produits à séparer. Tandis que la flottation dite assistée, des moyens extérieurs comme l'air, ou l'air plus réactifs sont ajoutés pour améliorer la séparation des particules naturellement flottables, néanmoins, dans ce cas la vitesse de séparation reste insuffisante. La flottation la plus utilisée industriellement est dite provoquée, elle est valable aussi pour les produits qui ont une masse volumique supérieure à celle du liquide, dont elle est artificiellement réduite pour provoquer sa flottation. Ce type de flottation est principalement utilisé dans l'industrie d'extraction et de valorisation des minerais.

La clé fondamentale de la flottation provoquée est la maîtrise des propriétés superficielles des composés à séparer, notamment l'hydrophobicité. La création d'une différence d'hydrophobicité entre les composés solides est à l'origine du phénomène de séparation par flottation.

Le principe de flottation des minerais peut être décrit de la manière suivante : le minerai est tout d'abord broyé de façon optimale de manière à se libérer de sa gangue. Le produit dit "broyat" est ensuite mis en solution dans de l'eau pour former la pulpe. Cette pulpe (mélange solide-liquide) est conditionnée avec un réactif chimique sélectif dit « collecteur » qui a pour rôle d'augmenter l'affinité du minerai à flotter vis-à-vis de la phase gazeuse (généralement des bulles d'air) et de la diminuer vis-à-vis de la phase aqueuse par l'augmentation d'hydrophobicité de ce minerai. Il s'agit d'une molécule organique qui présente une hétéro-polarité, une tête plutôt hydrophile qui va se fixer sur le minerai à flotter, et une chaîne aliphatique plus ou moins longue, qui va contribuer aux propriétés hydrophobes de la surface du minerai.

La circulation d'un courant d'air à l'intérieur de la pulpe permet la flottation des minerais hydrophobiquement modifiés en se liant aux bulles d'air. Dans le cas où l'hydrophobicité des composés solides (minerai et autres produits) est restée similaire après l'utilisation du collecteur, d'autres additifs tels que l'activant, le déprimant, le moussant, etc., sont ajoutés afin d'induire une plus grande différence d'hydrophobicité.

Ces additifs permettront de modifier la réactivité de la surface des particules vis-à-vis du collecteur. Lorsque les collecteurs ne réagissent pas avec la surface des minéraux

cibles, la séparation est impossible. Un activant permet de modifier la nature chimique de la surface de ce minéral en favorisant l'adsorption du collecteur.

Contrairement à l'activant, le déprimant empêche le collecteur de réagir avec la surface d'une particule de gangue et de conserver ainsi son caractère hydrophile. Le moussant est un agent tensioactif qui intervient à l'interface liquide/gaz, il est peu soluble dans l'eau possédant une chaîne organique assez longue qui permet de diminuer la tension de surface de l'eau. L'addition du moussant favorise la production de bulles d'air fines de forme sphérique, favorise l'adsorption du collecteur sur les particules solides et forme une écume (mousse-particules) pseudo stable au-dessus de la cellule de flottation.

La flottation inverse des minerais de phosphate consiste à faire flotter les carbonates, les silicates et autres, et à faire déprimer les apatites. Pour ce, des collecteurs de flottation tels que les amines, les esters phosphoriques, etc., sont ajoutés pour faire flotter la gangue (carbonate, silicate, etc) et des déprimants des apatites.

Tableau 1. Collecteurs et déprimants pour la flottation inverse.[1]

Collecteurs	Déprimants
Acides gras	Sulfate d'aluminium et de sodium
Acides gras sulfonés	Tartrate potassium
Dodecyl phosphate de sodium	Acide fluosilicique
Ester phosphorique	Carbonate/bicarbonate de sodium
Phosphorique ester ethoxylé	Acide sulfurique
Amines	Acide phosphorique
Ethoxylate d'octylphenole	Triphosphate de sodium,
Acide aminopropionique	Acide diphosphonique,
	SCO (composé sulforganique)
	Hydrogenophosphate de potassium
	Amidon

L'acide phosphorique est l'agent déprimant le plus utilisé dans les procédés de concentration du minerai de phosphate à partir d'une gangue carbonatée par flottation inverse car il permet une bonne récupération en termes de qualité et de quantité. L'acide phosphorique est utilisé pour déprimer les minéraux phosphatés à un pH légèrement acide tout en flottant les carbonates. Les ions phosphatés sont spécifiquement adsorbés par des liaisons hydrogènes fortes sur la surface du phosphate en rendant la surface du minerai plus hydrophile et provoquant ainsi la dépression de phosphate. Généralement, l'acide oléique est utilisé pour faire flotter les carbonates (dolomite et calcite). [2]

10 L'acide diphosphonique a été aussi utilisé pour déprimer les minéraux phosphatés à titre d'exemple l'acide éthylidène hydroxy-diphosphorique tandis que les carbonates sont flottés en utilisant un collecteur d'acide gras à pH 6.0-6.5. Les résultats des tests de ce système, montrent que le rapport pondéral MgO / P₂O₅ était trop élevé. [2]

La dépression des minéraux phosphatés en utilisant de l'acide sulfurique (H₂SO₄) dans une pulpe acide (pH=5.0-5.5) d'une gangue carbonatée a été également étudiée. La flottation des carbonates a lieu en utilisant de l'acide gras. Il est intéressant de noter qu'en raison de l'augmentation rapide du pH en présence de la calcite, le temps de conditionnement avec H₂SO₄ et le collecteur n'était que d'une (1) minute. Les résultats de cette étude ont montré que ce processus est relativement sélectif et une bonne concentration peut être produite.

Le sodium, potassium-tartrate (K-tartrate) est utilisé avec le sulfate d'aluminium pour abaisser l'apatite en présence de l'acide oléique avec de l'huile de pin pour flotter la gangue carbonatée dans une pulpe légèrement basique (pH 7.5-8.2). On a postulé que le conditionnement de la pulpe avec le mélange Al₂(SO₄)₃ plus K-tartrate (rapport 1:2) provoque la formation d'un film fortement électronégatif sur la surface du phosphate qui peut entraver l'adsorption du collecteur anionique et provoque ainsi la dépression de l'apatite. Les résultats montrent que l'utilisation de cette méthode, conduit à une teneur en MgO du concentré supérieur à l'acceptable. [12]

Les surfactants amphotériques sont aussi utilisés dans les séparations de minerais phosphatés à partir des gangues carbonatées. Prenant l'exemple de l'utilisation de dodécyl- N-carboxyéthyl- N-hydroxyethyl-imidazoline, les résultats de flottation démontrent que ce collecteur amphotérique a une meilleure sélectivité par rapport aux acides gras et que la sélectivité de ce collecteur amphotérique ne dépend pas de la température et des ions dissous pendant l'opération de la flottation. L'étude de l'effet du dosage du collecteur et du pH sur le rendement montrent qu'un dosage du collecteur de 400 g/t à pH 10 et à 30°C donne une différence de flottabilité de 87% entre la calcite et l'apatite, ce qui permet de flotter la matière carbonatée et de récupérer un bon concentré de minerai de phosphate.[3]

Dans une étude menée par Baudet et Save [4], les esters phosphoriques se sont avérés très efficaces dans la flottation des carbonates des particules de phosphate dans les sédiments à pH acide lorsque l'acide sulfurique ou l'acide fluorosilicique était utilisé comme déprimant du phosphate. Selon ces auteurs, lorsque la chaîne hydrocarbonée des esters phosphoriques éthoxylés est composée de 12 à 15 atomes de carbone, le pouvoir collecteur maximum est observé avec 9 à 10 unités d'oxyde d'éthylène.

Le brevet FR2529475 [5] décrit un traitement de flottation de minerais de phosphate à exo-gangue carbonatée ou silico-carbonatée, comprend les étapes suivantes :

-Une première étape au cours de laquelle le minerai à l'état de pulpe, concentré ou dilué est conditionné à pH alcalin pendant 15 secondes à 3 minutes, à l'aide d'un collecteur constitué par un carboxylate d'amine ou d'éther-amine et/ou par un ester phosphorique ou un mélange d'esters phosphoriques.

-Une deuxième étape au cours de laquelle on effectue la flottation des silicates et/ou carbonates, ce qui conduit à un plongeant de flottation contenant les particules de phosphate et des silicates une fois les carbonates flottés.

- Une troisième étape au cours de laquelle on réalise la séparation du phosphate présent dans le plongeant.

Le brevet Américain [6] décrit un procédé de traitement par flottation inverse de minéraux phosphatés contenant des carbonates ou des silico-carbonates en tant qu'impuretés. Le procédé décrit dans le brevet ci-dessus mentionne des esters phosphoriques de type alkylphosphate en C₈-C₂₀ comme collecteurs appropriés.

- 5 D'autres références bibliographiques pertinentes [7–11] illustrant la flottation des minerais de phosphates par des collecteurs à base d'esters phosphoriques. Ces travaux ont permis de faire flotter le mélange carbonate/apatite à un stade préliminaire à pH légèrement basique, puis, par conditionnement acide afin de déprimer les éléments phosphatés et faire flotter les carbonates présents, avec ou sans addition
10 supplémentaire de collecteur.

BREVE DESCRIPTION DE L'INVENTION

L'invention a pour objet la préparation d'une formulation d'un additif de flottation, qui sera utilisé dans le processus de l'enrichissement du minerai de phosphate par le procédé de la flottation inverse. La formulation est à base du monoester phosphorique,
15 préparé par phosphorylation d'un alcool avec l'acide polyphosphorique en présence du pentoxyde de phosphore.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION

Les esters phosphoriques sont des tensioactifs produits par voies chimiques. Ils
20 résultent de la réaction de phosphorylation d'un composé organo-hydroxylé. Le mécanisme de synthèse des esters phosphoriques est une réaction d'estérification, au cours de laquelle un réactif contenant des groupes hydroxyles et un agent de phosphorylation sont utilisés. Actuellement, les principaux agents de phosphorylation sont : le pentoxyde de phosphore, l'oxychlorure de phosphore, l'acide phosphorique et
25 l'acide polyphosphorique. Le type des produits de phosphorylation ainsi que le rendement de réaction, dépendent de l'agent de phosphorylation utilisé et de la stœchiométrie de réaction. Les produits de phosphorylation sont généralement sous forme de mélange de monoester phosphorique et de diester phosphorique.

En termes de propriétés de flottation, il existe une grande différence entre les
30 monoesters phosphoriques et les diesters phosphoriques. A titre d'exemple, les

monoesters phosphoriques à longue chaîne alkyle sont solubles dans l'eau et possèdent plus de pouvoir moussant, tandis que les diesters phosphoriques à longue chaîne alkyle sont moins solubles dans l'eau et possèdent un faible pouvoir moussant par rapport aux monoesters.

5

L'objectif principal de cette invention est la préparation des esters phosphoriques par phosphorylation des composés organo-hydroxylés, divers travaux scientifiques ont été effectuées pour étudier les conditions de phosphorylation afin d'atteindre le rendement le plus adéquat à l'application visée.

10

Cependant le choix du procédé et les réactifs nécessaires à l'élaboration des esters phosphoriques pour la flottation est une étape importante.

15

Le procédé de phosphorylation utilisé vise l'obtention du monoester phosphorique et utilise comme matières premières l'acide polyphosphorique et le pentoxyde de phosphore comme agents de phosphorylation en présence d'alcools aliphatiques et/ou éthoxylés. Le mélange est réalisé en milieu inerte (azote, argon, etc.), avec une agitation mécanique à une température de 80°C. Le temps de réaction est optimisé pour une durée de 5 heures afin d'éviter la formation de produits secondaires.

20

Les alcools utilisés pour la préparation des esters phosphoriques sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

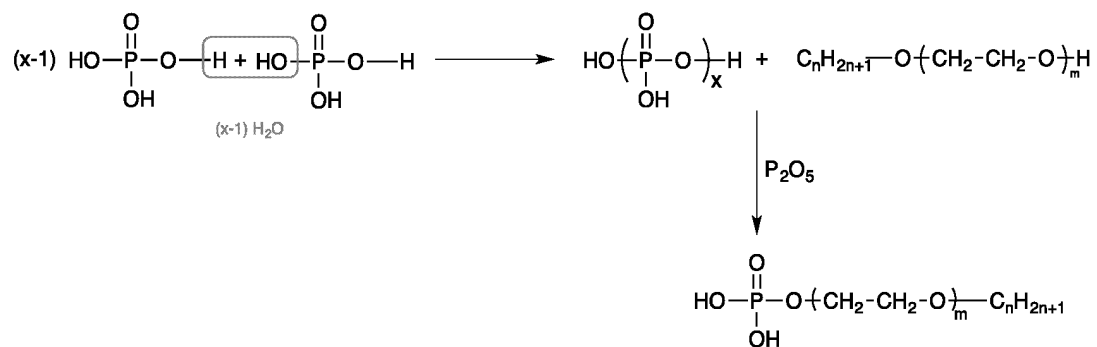
Référence	Source	Nature d'alcool
A5	Alcools extraits à partir des grainons de l'huile d'olive	Alcools aromatiques
A4	Alcool extrait à partir des huiles de vidange des voitures légères	Alcools aromatiques
A3	Commerciale (Brij C2 MBAL)	Alcool éthoxylé
A2	Commerciale (Brij L4)	Alcool éthoxylé
A1	Commerciale (Brij 93)	Alcool éthoxylé

Le choix des alcools A4 et A5 a été basé sur l'utilisation des rejets industriels ou agricoles très abondants et à moindre coût et susceptibles de former des esters phosphoriques lors des réactions de phosphorylation.

- Le choix de A1, A2 et A3 a été basé sur une balance hydrophile/hydrophobe (HLB : hydrophilic-Lipophilic balance) des esters phosphoriques pour permettre d'une part une dissolution facile dans l'eau à une température ambiante et d'autre part, avoir un pouvoir moussant permettant d'assurer la flottation.

Exemple d'application

- 10 L'acide polyphosphorique (PPA), pentoxyde de phosphore (P_2O_5) et les alcools ou les alcools éthoxylés ont été fournis par Sigma-Aldrich et ont été utilisés tels quels. Les monoesters phosphoriques ont été obtenus par réaction du PPA, P_2O_5 et les alcools correspondants selon la réaction suivante :



- 15 D'une façon générale, dans un ballon tricol de 250 mL, 6,8 (g) de PPA sont ajoutés et portés à 80°C sous agitation mécanique et sous une atmosphère inerte (N_2 , Ar, etc.), puis 24 g d'alcools gras sont ajoutés, le mélange est maintenu sous les mêmes conditions pendant une heure. Par la suite, 3,4 g de P_2O_5 sont ajoutés en petite quantité, l'ensemble est maintenu sous agitation pendant 4 heures, puis 2g de H_2O sont
- 20 ensuite additionnés pour obtenir d'une façon majoritaire le monoester phosphorique.

Formulation des esters phosphoriques

Plusieurs formulations d'esters phosphoriques ont été testées :

Référence de formulation	Alcool utilisé	Composition	Remarques
F1	A1	100%EP1	Problème de solubilité à TA
F2	A2	100%EP2	Problème de solubilité à TA
F3	A3	100%EP3	Problème de solubilité à TA
F4	A4	100%EP4	Problème de solubilité à TA
F5	A5	100%EP5	Problème de solubilité à TA
F11	A1	95% EP1 + 5% alcool gras	-
F21	A2	95% EP2% + 5% alcool gras	-
F31	A3	95% EP3 + 5% alcool gras	-
F41	A4	98%EP4 + 2% d'ACP	Insoluble
F51	A5	98%EP5 + 2% d'ACP	Insoluble
F211	A2	92% EP2% + 5% alcool gras + 3% ACP	-

5

Tests de flottation

Les formulations ainsi, obtenues ont fait l'objet de tests de flottation dans différentes conditions (types d'additifs et dosages Cf. tableau 2) afin d'évaluer leurs performances en termes de collection par flottation.

10

Tableau 2. Résultats de tests de flottation

N°	Dosage (en g/t) et spécification	Rp %	AF				NF				F			
			BPL%	MgO %	SiO ₂ %	CO ₂ %	BPL%	MgO %	SiO ₂ %	CO ₂ %	BPL%	MgO %	SiO ₂ %	CO ₂ %
0	Acide phosp=500 g/t Ref=400 g/t Amine =200 g/t	72%	61.4	0.98	3.05	8.6	72.8	0.30	2.02	5.6	29.6	3.75	7.21	27.8
1	Acide phosp=500 g/t F211 =250 g/t Amine =200 g/t	91%					68.73	0.43	2.06	6.5	10.04	3.78	10.58	23.8
2	Acide phosp=500 g/t F211 =300 g/t Amine =200 g/t	88%					69.42	0.41	1.52	6.8	12.24	3.46	10.18	24.1
3	Acide phosp=500 g/t F211 =350 g/t Amine =200 g/t	84%					72.00	0.36	1.77	5.6	18.80	2.87	8.93	25.1
4	Acide phosp=500 g/t F211 =400 g/t Amine =200 g/t	80%					72.33	0.32	1.42	5.5	25.04	2.46	8.75	24.8

- 5 L'utilisation de la formule F211 conduit aux mêmes performances que celles du produit de référence (Flotinator V2711, Clariant). Dans les mêmes conditions opératoires (400g d'ester par tonne de phosphate) les teneurs BPL obtenues après flottation sont de 72,8 et 72,3% respectivement pour l'utilisation du collecteur de référence et du collecteur
- 10 baissent d'environ 70%, ces teneurs passent de 1% à 0,3%. En même temps, les teneurs CO₂ passent de 8,6% à 5% soit environ 40% de réduction.

A noter que le rendement poids dans le cas de la formule F211 est plus favorable d'environ 8% par rapport à la référence

APPLICATION INDUSTRIELLE

- 15 La formulation de l'additif selon l'invention est particulièrement destinée à la flottation des carbonates lors du procédé de flottation inverse pour l'enrichissement des minerais de phosphate.

REFERENCES

- 5 [1] H. Sis, S. Chander, Reagents used in the flotation of phosphate ores: A critical review, *Miner. Eng.* 16 (2003) 577–585. doi:10.1016/S0892-6875(03)00131-6.
- [2] J.R. Lehr, S. Hsieh, *BENEFICIATION OF HIGH CARBONATE PHOSPHATE ORES*, 1981.
- [3] M.A.A. Khalek, Separation of dolomite from phosphate minerals by flotation with a new amphoteric surfactant as collector, (2001) 89–93.
- 10 [4] M. Baudet, G. Save, Phosphoric esters as carbonate collectors in the flotation of sedimentary phosphate ores, in: R. In: Zhang, P., El-Shall, H., Wiegel (Ed.), *Benef. Phosphates Adv. Res. Pract.*, 1999: pp. 163–185.
- [5] ENNAFFATI HEDI; HENCHIRI AMMAR; YAKDHANE LAZHAR, Improvements to the processes for enriching, by flotation, phosphate ores containing siliceous and/or carbonate gangue., FR2529475 (A1), 1983.
- 15 [6] P.-L. BARON, MICHEL, ; BAUDET, GERARD, ; HENCHIRI, AMAR, ; HERGIBO, Process for the treatment of phosphate ores with carbonate or silico-carbonate gangue, US4425229 (A), 1981.
- [7] Neffati, H. and Yakdhane, L., Nouveau procédé de valorisation par flottation de minerais de phosphate à exogangue siliceuse et/ou carbonatée, *Ind. Miner., Les Tech. Les Tech.* 84 (1984) 9–13.
- 20 [8] Henchiri, A., Baudet, G. and Hergibo, P.C., No Title, French Patent 80.19366., 1980.
- [9] Henchiri, A., Barbery, G., Baudet, G., Bloise, R. and Cécile, J.L., No Title, French Patent 79.30868 (12/7/1979), 1979.
- 25 [10] M. Baudet, G., Cécile, J.L., Henchiri, A. and Save, Enrichissement des minerais sédimentaires à gangue carbonatée par flottation inverse et double flottation, utilisant un ester phosphorique comme collecteur, *Ind. Miner., Les Tech.* 84 (1984) 123–149.
- 30 [11] A. Henchiri, A contribution to carbonates–phosphate separation by flotation technique, in: R. In: El-Shall, H., Moudgil, B.M., Wiegel (Ed.), *Benef. Phosphate Theory Pract.*, 1993: pp. 225–243.

35

40

REVENDEICATIONS

- 5 1- Formulation d'additifs de flottation à base d'esters phosphoriques caractérisée en ce qu'elle comprend un monoester phosphorique, des alcools et des acides.
- 10 2- La formulation d'additifs de flottation à base d'esters phosphoriques selon la revendication 1 caractérisée en ce que ledit monoester phosphorique est obtenu par une réaction de phosphorylation d'alcool par l'acide polyphosphorique en présence de pentoxyde de phosphore.
- 15 3- La formulation d'additifs de flottation à base d'esters phosphoriques selon les revendications 1 et 2 caractérisée en ce que le monoester phosphorique est obtenu majoritairement à une température comprise entre 20 et 120°C et pendant une durée comprise entre 1 et 10 heures.
- 20 4- La formulation d'additifs de flottation selon les revendications 1 et 2 caractérisée en ce que l'alcool utilisé possède une partie hydrophile et une partie hydrophobe.
- 5- La formulation d'additifs de flottation selon la revendication 1 caractérisée en ce que l'alcool est ajouté à une concentration comprise entre 1 et 20% dans la formulation.
- 25 6- La formulation d'additifs de flottation selon les revendications 1 et 5 caractérisée en ce que l'alcool est de type alcool gras.
- 7- La formulation d'additifs de flottation selon la revendication 1 caractérisée en ce que l'acide est ajouté à une concentration comprise entre 1 et 20% dans la formulation.
- 30 8- La formulation d'additifs de flottation selon les revendications 1 et 7 caractérisée en ce que l'acide utilisé est de type acide phosphorique, sulfurique ou chlorhydrique.

**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 telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 57936	Date de dépôt : 23/09/2022
Déposant : OCP SA	
Intitulé de l'invention : FORMULATION D'ADDITIFS DE FLOTTATION A BASE D'ESTERS PHOSPHORIQUES	
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 brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu.	
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 checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté	
<input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention	
<input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle	
Examineur : Meslohi Hicham	Date d'établissement du rapport : 03/03/2023
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
11 Pages
- Revendications
8

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : B03D101/02, B03D1/014, B03D1/02

CPC : B03D101/02, B03D1/014, B03D1/02

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	EP2091655, KAO CORP SA et al, 26/08/2009	1-8
X	WO9609305, KAO CORP, 28/03/1996	1-8
A	US4790931, HENKEL [DE], 13/12/1988	1-8

***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 4 : Remarques de forme et de clarté**

L'objet de la revendication 2-8 ne satisfait pas aux exigences de clarté conformément à l'article 35 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13 :

Les revendications 2-8 sont formulées comme des revendications de type « Produit » dans lesquelles le produit est défini par son procédé de fabrication. Cette formulation est admissible si le produit revendiqué ne peut pas être défini autrement que par son procédé d'obtention, ce qui n'est pas le cas ici. De ce fait, le déposant est invité à reformuler lesdites revendications (Ex : *Procédé de préparation d'additifs ... caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes : ...*).

Le déposant est invité à reformuler **les revendications de manière correcte de façon à y introduire toutes les caractéristiques techniques de l'invention** à savoir la formule du monoester phosphorique (revendication 1) et **les étapes exactes du procédé de préparation des additifs (revendications 2-8)** afin de remédier à ce problème de clarté.

Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté	Revendications Aucune	Oui
	Revendications 1-8	Non
Activité inventive	Revendications Aucune	Oui
	Revendications 1-8	Non
Application Industrielle	Revendications 1-8	Oui
	Revendications Aucune	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 : EP2091655
D2 : WO9609305

1. Nouveauté et Activité inventive

Le document D1 décrit l'utilisation d'une formulation pour la séparation par flottation des carbonates contenus dans la roche phosphorique, dans laquelle le collecteur comprend un ester phosphorique.

Le document D2 décrit un procédé de préparation d'un monoester phosphorique par réaction d'un composé hydroxylé organique avec du pentoxyde de phosphore et de l'acide phosphorique comme agents phosphorylants. Le procédé permet d'obtenir un mélange d'esters phosphoriques ayant une grande pureté de monoester phosphorique.

A la lumière de ces divulgations, l'objet des revendications 1-8 n'est pas nouveau au sens de l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Etant donné que les revendications 1-8 ne sont pas nouvelles elles n'impliquent pas une activité inventive au sens de l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Application industrielle

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.