

## (12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 59956 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/234; B01D 61/02**

(43) Date de publication :  
**29.03.2024**

---

(21) N° Dépôt :  
**59956**

(22) Date de Dépôt :  
**14.06.2021**

(30) Données de Priorité :  
**16.06.2020 EP 20180333**

(86) Données relatives à la demande internationale selon le PCT:  
**PCT/EP2021/065923 14.06.2021**

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

(72) Inventeur(s) :  
**SONVEAUX, Marc ; HUEBER, Damien**

(74) Mandataire :  
**ATLAS INTELLECTUAL PROPERTY**

(86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation :21730967.3

---

(54) Titre : **PROCÉDÉ DE PURIFICATION D'UNE SOLUTION ACIDE CONTENANT DU PHOSPHATE ET COMPRENANT DES IMPURETÉS ET APPAREIL POUR L'APPLIQUER**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un processus et un appareil pour purifier une solution acide contenant du phosphate comprenant des impuretés par l'intermédiaire d'une station de nanofiltration comprenant un certain nombre d'unités de membrane de nanofiltration, comprenant chacun un côté rétentat et un côté perméat séparés par une membrane, le processus comprenant l'introduction de la solution acide contenant du phosphate à travers une ligne d'entrée vers une première unité membrane de n 2 : 1 unités de membrane disposées en série, un nth perméat s'écoulant hors de nth unité de membrane formant une solution de phosphate nanofiltrée. L'objet de la présente invention est la fourniture d'au moins une boucle de recirculation de perméat, la ramification du côté rétentat de la première unité de membrane et la fermeture de la boucle au niveau de la ligne d'entrée pour combiner au moins l'une de trois perméats avec la solution acide contenant du phosphate.

## Revendications

1. Procédé de purification d'une solution acide contenant du phosphate (P1) comprenant des impuretés, le procédé comprenant les étapes suivantes,

- alimentation de la solution acide contenant du phosphate (P1) par l'intermédiaire d'une conduite d'entrée (1e) vers une station de nanofiltration (2) pour obtenir une solution de phosphate nanofiltrée (P2), dans laquelle la solution acide contenant du phosphate (P1) a un pH de pas plus de 2, et dans laquelle la station de nanofiltration (2) comprend,

o n unités de membrane (M1 à Mn), avec  $n \geq 1$ , agencées en série, et  
 o une première unité de membrane de récupération (Mr1) et, facultativement une deuxième unité de membrane de récupération (Mr2) agencée en série avec la première unité de membrane de récupération (Mr1), et

- facultativement, une première unité de membrane de sortie (Me1),

chacune des unités de membrane de nanofiltration ci-dessus (M1 à Mn, Mr1, Mr2, Me1) comprenant un côté rétentat et un côté perméat séparés par une membrane,

- formation d'une solution de phosphate d'entrée (Pf) par combinaison de la solution acide contenant du phosphate (P1) avec un ou plusieurs autres flux,

• alimentation de la solution de phosphate d'entrée (Pf) vers une première unité de membrane (M1) pour séparer la solution de phosphate d'entrée (Pf) en deux flux :

o un premier perméat (Pp1) pauvre en impuretés, et

o un premier rétentat (Pr1) riche en impuretés,

• si  $n > 1$ , alimentation d'au moins une fraction du premier perméat (Pp1) vers la deuxième unité de membrane (M2), et ainsi de suite jusqu'à l'alimentation d'au moins une fraction du (n - 1)<sup>ième</sup> perméat vers la n<sup>ième</sup> unité de membrane (Mn),

• alimentation d'au moins une fraction du premier rétentat (Pr1) vers la première unité de membrane de récupération (Mr1) pour séparer le premier rétentat (Pr1) en deux flux :

o un premier perméat de récupération (Ppr1) pauvre en impuretés, et

o un premier rétentat de récupération (Prr1) riche en impuretés,

• alimentation d'au moins une fraction du premier perméat de récupération (Ppr1) vers l'un ou plusieurs parmi,

◦ la conduite d'entrée (1e) pour combinaison avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour contribuer à la formation de la solution de phosphate d'entrée (Pf), et/ou

◦ la première membrane de sortie (Me1) pour séparer le premier perméat de récupération (Ppr1) en deux flux :

▪ un premier perméat de sortie (Ppe1) pauvre en impuretés, et

▪ un premier rétentat de sortie (Pre1) riche en impuretés,

• facultativement alimentation d'au moins une fraction du premier rétentat de récupération (Prr1) vers la deuxième membrane de récupération (Mr2) pour séparer le premier rétentat de récupération (Prr1) en deux flux :

▪ un deuxième perméat de récupération (Ppr2) pauvre en impuretés, et

▪ un deuxième rétentat de récupération (Prr2) riche en impuretés

• envoi de la solution de phosphate nanofiltrée (P2) hors de la station de nanofiltration (2) depuis le côté perméat de la n<sup>ième</sup> unité de membrane (Mn),

**caractérisé en ce que,**

• une ou plusieurs boucles de recirculation de perméat sont disposées de façon à mettre en communication fluïdique les côtés perméat d'une ou plusieurs des première ou deuxième unités de membrane de récupération (Mr1, Mr2) ou de la première unité de membrane de sortie (Me1) avec la conduite d'entrée (1e) et, **en ce que**

• au moins une fraction d'un ou plusieurs des premier ou deuxième perméats de récupération (Ppr1, Ppr2) ou du premier perméat de sortie (Ppe1) est alimentée dans la conduite d'entrée (1e) et combinée avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour former la solution de phosphate d'entrée (Pf).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel  $n > 1$ , et chacune des n unités de membrane (M1 à Mn) est agencée en série pour séparer chacun des premier au (n - 1)<sup>ième</sup> perméats successifs (Pp1 à Pp(n - 1)) en deux flux :

- deuxième au n<sup>ième</sup> perméats (Pp2 à Ppn) pauvres en impuretés, et

- deuxième au  $n^{\text{ième}}$  rétentats (Pr2 à Prn) riches en impuretés, respectivement, dans lequel
- au moins une fraction de chacun des premier au  $(n - 1)^{\text{ième}}$  perméats successifs (Pp1 à Pp(n - 1)) est alimentée vers le côté rétentat du suivant des deuxième à  $n^{\text{ième}}$  unités de membrane (M2 à Mn) positionnées en aval dans une série des  $n$  unités de membrane (M1 à Mn),
- au moins une fraction de chacun des deuxième au  $n^{\text{ième}}$  rétentats (Pr2 à Prn) est alimentée vers le côté rétentat de la première unité de membrane de récupération (Mr1) et/ou vers le côté rétentat du précédent des première à  $(n - 1)^{\text{ième}}$  unité de membrane (M1 à M(n-1)) positionnées en amont dans la série des  $n$  unités de membrane (M1 à Mn) .

**3.** Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel au moins une fraction du premier rétentat de récupération (Prr1) délivré hors de la première unité de membrane de récupération (Mr1) est alimentée vers le côté rétentat de la deuxième unité de membrane de récupération (Mr2), dans lequel au moins une fraction du deuxième perméat de récupération (Ppr2) est,

- alimentée vers la conduite d'entrée (1e), de façon à former une des une ou plusieurs boucles de recirculation de perméat, et combinée avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour contribuer à la formation de la solution de phosphate d'entrée (Pf), et/ou
- envoyée hors de la station de nanofiltration (2) et récupérée sous la forme d'une solution de récupération de phosphate nanofiltrée (P2r).

**4.** Procédé selon la revendication 3, dans lequel

- aucune boucle de recirculation de perméat n'est disposée de façon à mettre en communication fluide le côté perméat de la première unité de membrane de récupération (Mr1) avec la conduite d'entrée (1e), et
- au moins une fraction du deuxième perméat de récupération (Ppr2) est alimentée vers la conduite d'entrée (1e) en tant que composant de la solution de phosphate d'entrée (Pf), de façon à former l'une des une ou plusieurs boucles de recirculation de perméat.

**5.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel au moins une fraction, de préférence 10 à 100 % en poids, du premier perméat de récupération (Ppr1) est alimentée vers l'unité de membrane de sortie (Me1), et dans lequel au moins une fraction, de préférence 10 à 100 % en poids, du premier perméat de sortie (Ppe1) est alimentée vers un côté rétentat d'une deuxième unité de nanofiltration de sortie de membrane (Me2) pour séparer le premier perméat de sortie (Ppe1) en deux flux :

- un deuxième perméat de sortie (Ppe2) pauvre en impuretés, et
- un deuxième rétentat de sortie (Pre2) riche en impuretés,

dans lequel au moins une fraction du deuxième perméat de sortie (Ppe2) est envoyée hors de la station de nanofiltration (2) et forme une solution de sortie de phosphate nanofiltrée (P2e), et dans lequel au moins une fraction du deuxième rétentat de sortie (Pre2) est alimentée vers la conduite d'entrée (1e) de façon à former une boucle de recirculation de rétentat, et combinée avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour contribuer à la formation de la solution de phosphate d'entrée (Pf).

**6.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel 100 % en poids de l'un ou plusieurs parmi,

- le premier perméat de récupération (Ppr1),
- le deuxième perméat de récupération (Ppr2), ou
- le premier perméat de sortie (Ppe1),

est alimenté vers la conduite d'entrée (1e), de façon à former les une ou plusieurs boucles de recirculation de perméat, et est combiné avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour contribuer à la formation de la solution de phosphate d'entrée (Pf).

**7.** Procédé selon la revendication précédente, comprenant une boucle de recirculation de perméat unique formée entre le premier perméat de récupération (Ppr1) et la conduite d'entrée (1e).

**8.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la solution de phosphate nanofiltrée (P2) délivrée hors de la station de nanofiltration (2) est alimentée vers une station d'échange d'ions (3) comprenant une résine d'échange d'ions (3x) configurée pour éliminer les cations

résiduels, de préférence les cations mono- et divalents, restant dans la solution de phosphate nanofiltrée (P2), et pour former une solution d'acide phosphorique purifiée (P3) pauvre en impuretés.

**9.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel la solution acide contenant du phosphate (P1) comprend,

- entre 2 et 25 % de  $P_2O_5$ , de préférence entre 15 et 21 % de  $P_2O_5$ , et
- moins de 100 ppm de particules de plus de 1  $\mu m$ , de préférence moins de 50 ppm, plus préférablement moins de 10 ppm, et de manière préférée entre toutes moins de 1 ppm de particules de plus de 1  $\mu m$ ,
- moins de 3 % en poids de carbone organique total (COT), de préférence pas plus de 1 % en poids de COT,
- de préférence pas plus de 4 % en poids de  $SO_4$ , de préférence pas plus de 1000 ppm de  $SO_4$ .

**10.** Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les impuretés comprennent Al, Ca, Cr, Fe, Mg et dans lequel P2 présente un taux d'élimination par rapport à P1 de ces impuretés d'au moins 90 % en poids, de préférence au moins 95 % en poids, plus préférablement au moins 98 % en poids, ou encore plus préférablement au moins 99 % en poids.

**11.** Appareil de purification d'une solution acide contenant du phosphate (P1) comprenant des impuretés dans un procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, l'appareil comprenant une station de nanofiltration (2) en communication fluidique avec une conduite d'entrée (1e) pour alimenter la solution acide contenant du phosphate (P1) vers la station de nanofiltration (2) et une conduite de sortie (2e) pour envoyer une solution de phosphate nanofiltrée (P2) hors de la station de nanofiltration, la station de nanofiltration (2) comprenant,

- une source de la solution acide contenant du phosphate (P1) ayant un pH de pas plus de 2, en communication fluidique avec la conduite d'entrée (1e),
- n unités de membrane (M1 à Mn), avec  $n \geq 1$ , agencées en série, et
- une première unité de membrane de récupération (Mr1) et, facultativement une deuxième unité de membrane de récupération (Mr2) agencée en série avec la première membrane de récupération, et
- facultativement, une première unité de membrane de sortie (Me1), chacune des unités de membrane de nanofiltration ci-dessus (M1 à Mn, Mr1, Mr2, Me1) comprenant un côté rétentat et un côté perméat séparés par une membrane, dans lequel
- le côté rétentat d'une première unité de membrane (M1) est en communication fluidique avec, o une conduite d'entrée pour alimenter une solution de phosphate d'entrée (Pf) vers la première unité de membrane, la conduite d'entrée étant en communication fluidique avec la conduite d'entrée (1e), et o une conduite de sortie en communication fluidique avec, et pour alimenter un premier rétentat (Pr1) vers, le côté rétentat de la première unité de membrane de récupération (Mr1),
- le côté perméat de la première unité de membrane de récupération (Mr1) est en communication fluidique avec,
  - la conduite d'entrée (1e) ou la chambre (2c) pour combiner au moins une fraction, de préférence 10 à 100 % en poids d'un premier perméat de récupération (Ppr1) avec la solution acide contenant du phosphate (P1) pour contribuer à la formation de la solution de phosphate d'entrée (Pf), et/ou avec
  - le côté rétentat de la première unité de membrane de sortie (Me1), pour alimenter au moins une fraction du premier perméat de récupération (Ppr1) vers la première unité de membrane de sortie (Me1),
  - le côté rétentat de la première unité de membrane de récupération (Mr1) est facultativement en communication fluidique avec le côté rétentat de la deuxième unité de membrane de récupération (Mr2),

**caractérisé en ce que**, au moins une boucle de recirculation de perméat est formée comprenant une communication fluidique entre la conduite d'entrée (1e) ou la chambre (2c) et le côté perméat de l'une ou plusieurs de la première unité de membrane de récupération (Mr1), ou la deuxième unité de membrane de récupération (Mr2), ou la première unité de membrane de sortie (Me1).

**12.** Appareil selon la revendication précédente, dans laquelle

- le côté perméat de la première unité de membrane (M1) est en communication fluidique avec un côté rétentat d'une deuxième unité de membrane (M2), ledit côté perméat étant en

communication fluide avec une troisième unité de membrane (M3) et ainsi de suite jusqu'à une n<sup>ième</sup> unité de membrane (Mn), ledit côté perméat étant raccordé à la conduite de sortie (2e) et dans lequel

- les côtés rétentat des deuxième à n<sup>ième</sup> unités de membrane (M2 à Mn) sont en communication fluide avec le côté rétentat de,
  - les première à (n - 1)<sup>ième</sup> unités de membrane précédant une unité de membrane donnée, et/ou de
  - la première unité de membrane de récupération (Mr1).