

(12) BREVET D'INVENTION

(11) N° de publication : **MA 64613 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 32/05**

(43) Date de publication :
29.03.2024

(21) N° Dépôt :
64613

(22) Date de Dépôt :
08.07.2020

(30) Données de Priorité :
10.07.2019 DE 201910210217

(71) Demandeur(s) :
Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V., Hansastr. 27c 80686 München (DE)

(72) Inventeur(s) :
KAISER, Christian ; THOME, Volker ; SEIFERT, Severin ; DITTRICH, Sebastian

(74) Mandataire :
SABA & CO.,TMP

(86) N° de dépôt auprès de l'organisme de validation :20739344.8

(54) Titre : **TRAITEMENT ET PURIFICATION DE MATÉRIAUX CARBONÉS**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un procédé de traitement et/ou de purification de noir de carbone comprenant les étapes consistant à : a) fournir du noir de carbone contenant des impuretés, b) fournir un fluide aqueux comprenant un hydrure d'azote, c) fournir un hydroxyde de métal alcalin et/ou un métal alcalin, d) mettre en contact le mélange de l'étape a), le fluide de l'étape b) et l'hydroxyde de métal alcalin et/ou le métal alcalin de l'étape c), e) soumettre la composition obtenue à l'étape d) à une température élevée dans la plage de 80 à 240°C et une pression élevée dans la plage de 5 à 50 bars, f) séparer un solide carboné de la composition obtenue à l'étape e). La présente invention concerne en outre l'utilisation d'un hydrure d'azote en tant qu'agent de dispersion pour produire et/ou stabiliser une suspension aqueuse.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement et/ou de purification de solides carbonés comprenant les étapes consistant à :

a) fournir un mélange comprenant un solide carboné et des composés inorganiques, dans lequel le solide carboné comprend du noir de carbone ;

b) fournir un fluide aqueux comprenant un hydrure d'azote,

c) fournir un hydroxyde alcalin et/ou un métal alcalin

d) mettre en contact le mélange de l'étape a), le fluide de l'étape b) et l'hydroxyde de métal alcalin et/ou le métal alcalin de l'étape c)

e) soumettre la composition obtenue à l'étape d) à une température accrue et à une pression accrue, par comparaison à une température de 20 °C et une pression de 1,013 bar comme points de référence,

f) séparer un solide carboné depuis la composition obtenue à l'étape e).

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel le mélange de l'étape a) comprend le solide carboné à plus de 50 % en poids, de préférence à plus de 70 % en poids, et plus préférentiellement à plus de 80 % en poids, sur la base du poids total du mélange, et/ou

dans lequel le mélange de l'étape a) comprend les composés inorganiques selon une quantité de 1 à 30 % en poids, de préférence de 5 à 20 % en poids, sur la base du poids total du mélange.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, où le mélange de l'étape a) est un mélange solide, et/ou

dans lequel le mélange de l'étape a) est obtenu par pyrolyse d'un matériau carboné, de préférence des pneus usés ou de la biomasse.

4. Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 précédentes, où le solide carboné est constitué d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 %, plus préférablement d'au moins 95 % de carbone, et de préférence de noir de carbone, et/ou

dans lequel les composés inorganiques sont un mélange de minéraux et/ou de sels, de préférence sélectionnés parmi le groupe constitué d'un ou plusieurs sulfures métalliques, d'un ou plusieurs oxydes métalliques, d'un ou plusieurs silicates et de mélanges de ceux-ci.

5. Procédé selon l'une des revendications 1 à 4 précédentes, dans lequel le fluide de l'étape b) comprend un hydrure d'azote sélectionné parmi le groupe constitué d'ammoniac, sels d'ammonium inorganiques, amines organiques primaires ou secondaires et sels d'ammonium de celles-ci, et de mélanges de ceux-ci, de préférence parmi le groupe constitué d'ammoniac, hydroxyde d'ammonium, halogénures d'ammonium, guanidine, dérivés de guanidine et sels d'ammonium de ceux-ci, et de mélanges de ceux-ci, plus préférablement, l'hydrure d'azote est de l'ammoniac et/ou hydroxyde d'ammonium, et de manière la plus préférée de l'hydroxyde d'ammonium ; et/ou

dans lequel le fluide de l'étape b) comprend en outre une ou plusieurs substances sélectionnées parmi le groupe constitué d'alcools, agents oxydants, acides, nitrates et carbonates.

6. Procédé selon l'une des revendications 1 à 5 précédentes, dans lequel l'hydroxyde alcalin et/ou le métal alcalin de l'étape c) sont fournis selon un rapport molaire par rapport aux composés inorganiques du mélange de l'étape a) dans la plage de 0,25:1 à 2:1, de préférence de 0,5:1 à 1,5:1, plus préférablement de 0,75:1 à 1,25:1, et de manière la plus préférée de 0,95:1 à 1,05:1, et/ou

10 dans lequel le fluide de l'étape b) est fourni selon une quantité dans la plage de 2 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)) à 200 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)), de préférence 5 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)) à 150 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)), et plus préférablement de 10 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)) à 100 L (fluide)/1 kg (mélange de l'étape a)).

7. Procédé selon l'une des revendications 1 à 6 précédentes, dans lequel la composition de l'étape e) est soumise à une température de 25 °C à 300 °C, et plus préférablement de 80 °C à 240 °C, et/ou

20 dans lequel la composition de l'étape e) est soumise à une pression de 1 à 100 bars, et plus préférablement de 5 à 50 bars, et/ou

25 dans lequel le pH de la composition à l'étape e) est ajusté à une valeur de 0 à 14, de préférence de 7 à 14, et plus préférablement de 9 à 13.

8. Procédé selon l'une des revendications 1 à 7 précédentes, dans lequel l'étape e) est réalisée par paliers dans au moins deux conditions différentes de température, pression et/ou pH, de préférence dans au

30

moins deux conditions différentes de température et de pression.

9. Procédé selon l'une des revendications 1 à 8 précédentes, dans lequel le solide carboné de l'étape f) est constitué d'au moins 80 %, de préférence d'au moins 90 %, plus préférentiellement d'au moins 95 % de carbone, et de préférence de noir de carbone, et/ou

10 dans lequel le solide carboné séparé de l'étape f) est présent ensemble avec des composés inorganiques selon une quantité inférieure à 5,0 % en poids, de préférence inférieure à 2,0 % en poids, et plus préférentiellement inférieure à 1,0 % en poids, sur la base du poids total du solide carboné séparé et des composés inorganiques.

15 10. Procédé selon l'une des revendications 1 à 9 précédentes, comprenant une étape g) de traitement et/ou de malaxage d'une phase aqueuse obtenue à l'étape f), comprenant les étapes suivantes consistant à :

20 g1) séparer l'hydrure d'azote selon l'étape b) et/ou des produits de réaction de celui-ci, et/ou

g2) séparer un ou plusieurs composés inorganiques selon l'étape a) et/ou des produits de réaction de ceux-ci, et/ou

g3) récupérer l'eau de procédé.

25 11. Procédé selon l'une des revendications 1 à 10 précédentes, dans lequel les composés inorganiques de l'étape a) comprennent deux composés inorganiques ou plus qui sont au moins faiblement solubles dans l'eau, de préférence très faiblement solubles dans l'eau et, de 30 la plus préférée, insolubles dans l'eau.

12. Procédé selon l'une des revendications 1 à 11 précédentes, dans lequel le fluide aqueux de l'étape b) présente une concentration en hydrure d'azote dans la plage de 0,001 et 16,5 mol/L, de préférence de 0,05 à 5 mol/L, et plus préférablement de 0,09 à 0,9 mol/L.

13. Procédé selon la revendication 10, dans lequel l'étape g1) comprend la séparation d'un ou plusieurs sels d'ammonium, et

dans lequel l'étape g2) comprend la séparation d'un ou plusieurs silicates de sodium depuis la composition obtenue à l'étape g1), et

dans lequel l'étape g3) comprend la récupération de l'eau de procédé à partir de la composition obtenue à l'étape g2).

14. Procédé selon l'une des revendications 1 à 13 précédentes,

dans lequel le solide carboné de l'étape a) est constitué de 90 à 99,8 %, de préférence de 95 à 99,8 % de carbone, de préférence de noir de carbone,

dans lequel les composés inorganiques de l'étape a) comprennent deux composés inorganiques ou plus sélectionnés parmi le groupe constitué d'un ou plusieurs sulfures métalliques, d'un ou plusieurs oxydes métalliques, d'un ou plusieurs silicates et de mélanges de ceux-ci,

dans lequel le fluide aqueux de l'étape b) comprend un hydrure d'azote sélectionné parmi le groupe constitué d'ammoniac, hydroxyde d'ammonium, halogénures d'ammonium, guanidine, dérivés de guanidine et sels d'ammonium de ceux-ci, et de mélanges de ceux-ci, constitué de

préférence d'ammoniac, hydroxyde d'ammonium et de mélanges de ceux-ci,

dans lequel à l'étape c), un hydroxyde alcalin, de préférence NaOH et/ou KOH, est fourni,

5 dans lequel à l'étape d), le mélange de l'étape a), le fluide de l'étape b) et l'hydroxyde alcalin de l'étape c) sont mélangés,

dans lequel à l'étape e), la composition obtenue à l'étape d) est soumise à une température élevée et à une
10 pression élevée, de préférence à une température dans la plage de 80 °C à 240 °C et une pression dans la plage de 2 à 100 bars, et

dans lequel à l'étape f), un solide carboné est séparé qui est constitué de 90 à 99,8 %, de préférence
15 de 95 à 99,8 % de carbone, de préférence de noir de carbone.

15. Procédé selon la revendication 1, dans lequel la composition à l'étape e) est soumise à une température de 50 °C à 400 °C et une pression de 2 à 200 bars.