



SPF Economie, PME, Classes
Moyennes & Energie
Office de la Propriété intellectuelle

1024582 B1

Date de délivrance : 17/04/2018

BREVET D'INVENTION

Date de priorité : 28/06/2016

Classification internationale : C01B 25/22, C01B 25/32, C05B 7/00, C05B 11/12, A23L 33/16

Numéro de dépôt : BE2017/5458

Date de dépôt : 27/06/2017

Titulaire :

PRAYON TECHNOLOGIES
4480, ENGIS
Belgique

Inventeur :

THEYS Tibaut
5340 FAULX-LES-TOMBES
Belgique

HENRY Thomas
3870 HEERS
Belgique

PROCEDE DE PREPARATION DE MONOHYDROGENOPHOSPHATE DE CALCIUM

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium comprenant une attaque en milieu aqueux, durant une période de temps prédéterminée, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, une première séparation entre ladite phase aqueuse et ladite phase solide, durant une période de temps prédéterminée, une neutralisation de ladite phase aqueuse à un pH suffisant pour obtenir une précipitation dudit monohydrogénophosphate de calcium, une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium, caractérisé en ce que ladite période de temps prédéterminée de ladite étape a) de digestion est supérieure à celle de l'étape b) susdite.

BREVET D'INVENTION BELGE

SPF Economie, PME, Classes
Moyennes & Energie

Numéro de publication : 1024582
Numéro de dépôt : BE2017/5458

Office de la Propriété intellectuelle

Classification Internationale : C01B 25/22 C01B 25/32 C05B 7/00
C05B 11/12 A23L 33/16
Date de délivrance : 17/04/2018

Le Ministre de l'Economie,

Vu la Convention de Paris du 20 mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle ;

Vu la loi du 28 mars 1984 sur les brevets d'invention, l'article 22, pour les demandes de brevet introduites avant le 22 septembre 2014 ;

Vu le Titre Ier "Brevets d'invention" du Livre XI du Code de droit économique, l'article XI.24, pour les demandes de brevet introduites à partir du 22 septembre 2014 ;

Vu l'arrêté royal du 2 décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d'invention, l'article 28 ;

Vu la demande de brevet d'invention reçue par l'Office de la Propriété intellectuelle en date du 27/06/2017.

Considérant que pour les demandes de brevet tombant dans le champ d'application du Titre Ier, du Livre XI du Code de Droit économique (ci-après CDE), conformément à l'article XI. 19, §4, alinéa 2, du CDE, si la demande de brevet a fait l'objet d'un rapport de recherche mentionnant un défaut d'unité d'invention au sens du §1er de l'article XI.19 précité et dans le cas où le demandeur n'effectue ni une limitation de sa demande ni un dépôt d'une demande divisionnaire conformément aux résultats du rapport de recherche, le brevet délivré sera limité aux revendications pour lesquelles le rapport de recherche a été établi.

Arrête :

Article premier. - Il est délivré à

PRAYON TECHNOLOGIES, Rue Joseph Wauters 144, 4480 ENGIS Belgique;

représenté par

GEVERS PATENTS, Holidaystraat 5, 1831, DIEGEM;

un brevet d'invention belge d'une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles visées à l'article XI.48, §1 du Code de droit économique, pour : PROCEDE DE PREPARATION DE

MONOHYDROGENOPHOSPHATE DE CALCIUM.

INVENTEUR(S) :

THEYS Tibaut, Route de Jausse 25, 5340 , FAULX-LES-TOMBES;

HENRY Thomas, Nieuwe Steenweg 83/001, 3870, HEERS;

PRIORITE(S) :

28/06/2016 BE 2016/5482;

DIVISION :

divisé de la demande de base :

date de dépôt de la demande de base :

Article 2. – Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l'invention, sans garantie du mérite de l'invention ou de l'exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du (des) demandeur(s).

Bruxelles, le 17/04/2018,

Par délégation spéciale :

"PROCÉDE DE PREPARATION DE MONOHYDROGENOPHOSPHATE
DE CALCIUM"

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium ou de phosphate dicalcique

5 comprenant les étapes de :

- a) digestion en milieu aqueux, durant une première période de temps, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés,
- 10 b) une première séparation entre ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des impuretés, durant une deuxième période de temps,
- c) une neutralisation de ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution à un pH suffisant pour obtenir une
- 15 précipitation dans un milieu aqueux de phosphate de calcium insoluble en tant que monohydrogénophosphate de calcium susdit, et
- d) une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium.

20 L'attaque d'une source de phosphate, comme du minéral de phosphate, par un acide est connue depuis de nombreuses années, par exemple des brevets US 3304157 et GB 105 15 21.

Le document WO 2004002888 divulgue un procédé de fabrication de monohydrogénophosphate de calcium (DCP) et également

25 un procédé de production d'acide phosphorique à partir du DCP obtenu selon le procédé décrit dans ce document de brevet.

Ce document prévoit une attaque d'un minéral de phosphate dans une cuve de digestion par une solution d'acide chlorhydrique, présentant une concentration de l'ordre de 5 % en poids, pour former une

30 pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium

et des ions chlorure en solution et une phase solide contenant des impuretés.

Le passage de la pulpe susmentionnée dans un filtre-presse permet de séparer la phase aqueuse contenant du phosphate de calcium et des ions chlorure en solution de la phase solide contenant des impuretés.

Une neutralisation de la phase aqueuse séparée contenant du phosphate de calcium et des ions chlorure est réalisée au moyen d'une addition d'un composé calcique pour faire précipiter le DCP insoluble dans la phase aqueuse, suite à une montée de pH.

Une séparation additionnelle est réalisée pour récupérer un gâteau humide de DCP en fin de procédé.

Concernant la production d'un acide phosphorique à l'aide du DCP ainsi obtenu, celle-ci est réalisée par une extraction liquide-liquide et nécessite plusieurs étapes de mise en œuvre.

Il est, en effet, nécessaire de réaliser une étape de solubilisation du gâteau humide de DCP, obtenu selon le procédé décrit précédemment, par une nouvelle attaque à l'acide chlorhydrique plus concentré pouvant aller jusqu'à 20 % en poids. Cette solubilisation permet la formation d'une solution aqueuse contenant des ions phosphate, des ions calcium et des ions chlorure, à extraire par un agent d'extraction organique.

Plus précisément, cette étape d'extraction est menée dans une colonne d'extraction au moyen d'un solvant organique et permet de produire une phase aqueuse d'extraction contenant des ions chlorure et des ions calcium et une phase organique d'extraction contenant de l'acide phosphorique.

La phase organique d'extraction contenant l'acide phosphorique est ré-extraite à l'aide d'un agent de réextraction aqueux de façon à isoler une phase aqueuse de réextraction contenant des ions phosphate.

Enfin, une concentration de la phase aqueuse de réextraction permet la formation d'une solution aqueuse d'acide phosphorique.

Ce procédé de production d'acide phosphorique est complexe et nécessite plusieurs étapes onéreuses pour fournir un acide phosphorique de qualité suffisante en vue des applications prévues.

5 Par ailleurs, l'utilisation de solvants d'extraction organique rend un tel procédé peu attractif en terme d'impact écologique.

Le document WO 2005 066 070 se rapporte à un procédé d'attaque de minéral de phosphate par une solution aqueuse d'acide chlorhydrique présentant une concentration en HCl inférieure à 10 % en
10 poids, avec formation d'une pulpe constituée d'une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et des ions chlorure et d'une phase solide insoluble contenant des impuretés.

Une neutralisation de la phase aqueuse précitée est réalisée à un premier pH auquel une part significative de phosphate de calcium est
15 maintenue en phase aqueuse afin de faire précipiter des impuretés.

Ensuite, la phase solide insoluble précitée est séparée de la phase aqueuse tandis que les impuretés précipitées sont isolées.

Une neutralisation additionnelle de la phase aqueuse est effectuée à un second pH supérieur au premier pH susdit pour précipiter du
20 DCP qui est ensuite séparé du milieu aqueux.

Ce procédé est limité par le fait qu'il faille utiliser une solution aqueuse d'acide chlorhydrique présentant une concentration inférieure à 10 % en poids.

Plus récemment, un procédé d'attaque d'une source de
25 phosphate par une solution aqueuse d'acide chlorhydrique a fait l'objet de la demande de brevet WO 2015 082 468.

Selon cette divulgation, la digestion de la roche en présence de la solution aqueuse d'acide chlorhydrique permet de former une pulpe constituée d'une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium et des
30 ions chlorure en solution, et d'une phase solide insoluble contenant des impuretés.

La phase aqueuse est ensuite séparée de la phase solide par filtration pour que la phase aqueuse puisse être neutralisée à un pH suffisant afin de former un milieu aqueux comprenant des ions chlorure et afin de précipiter le phosphate de calcium sous forme dudit sel de phosphate. Une séparation ultérieure permet d'isoler le sel de phosphate.

Selon ce procédé, les étapes d'attaque et de filtration sont réalisées à une température comprise entre 50°C et 70°C et la première solution aqueuse d'acide chlorhydrique présente une concentration en HCl inférieure ou égale à 15% en poids.

Malheureusement, les procédés connus sont peu pratiques pour les industriels étant donné qu'ils ne présentent pas un rendement d'extraction en P_2O_5 qui soit suffisant par rapport à la quantité de P_2O_5 présente dans la source de phosphate de départ et que le sel de phosphate obtenu n'est pas suffisamment pur, ce qui détermine pourtant son potentiel d'utilisation dans plusieurs domaines d'application, comme l'agriculture ou l'alimentaire et les applications techniques à haute valeur ajoutée.

Il existe donc un réel besoin de fournir un procédé pour fabriquer du monohydrogénophosphate de calcium qui résolve en finalité cette problématique liée à la pureté du monohydrogénophosphate de calcium, tout en limitant les pertes en P_2O_5 dans les déchets générés par le procédé dans le but d'améliorer les performances générales du procédé.

L'invention a pour but de procurer un procédé de fabrication du monohydrogénophosphate de calcium qui puisse être simple à mettre en œuvre, fiable et rapide. La digestion et la filtration doivent permettre un rendement d'extraction élevé en P_2O_5 , tout en tenant dûment compte du compromis entre le degré de pureté souhaité du monohydrogénophosphate de calcium obtenu en fin de procédé et la limitation des pertes de P_2O_5 .

Pour résoudre ce problème, il est prévu suivant l'invention un procédé tel qu'indiqué au début, caractérisé en ce que ladite première

période de temps de ladite étape a) de digestion est supérieure à ladite deuxième période de temps de l'étape b) de première séparation susdite.

De manière surprenante, il a été constaté que lorsque l'étape a) de digestion présente une période de temps supérieure à la période de temps liée à l'étape b) de première séparation susvisée, le procédé présente un rendement en P_2O_5 intéressant, tout en garantissant au DCP un degré de pureté optimal en vue des applications visées dans le domaine de l'agriculture et de l'alimentaire.

Plus précisément, il est apparu que ladite période de temps de ladite étape a) de digestion qui est supérieure à celle de l'étape b) de première séparation permet de réduire considérablement la période de temps liée à la première séparation. Cela est particulièrement avantageux en ce que l'étape de première séparation n'est plus contraignante pour l'utilisateur étant donné qu'elle n'implique plus qu'un nettoyage réduit du moyen de séparation, tel un filtre, pouvant être utilisé pour réaliser une filtration, correspondant à ladite première séparation. De cette façon, l'étape de première séparation est rapide et efficace. Cela a pour conséquence que le procédé suivant la présente invention est suffisamment rentable étant donné qu'il ne nécessite pas de lavage répété et conséquent du moyen de séparation.

En pratique, que ce soit selon un processus en continu ou discontinu, ces avantages fournis par le procédé diminuent nettement la surface de filtration nécessaire. Ainsi, l'étape de première séparation est plus simple et plus efficace ce qui permet en finalité de fournir un procédé plus rentable que les procédés connus de l'état de la technique.

On remarque d'ailleurs que plus l'étape de digestion est effectuée pendant une période de temps longue, plus l'étape de première séparation peut avoir lieu pendant une période de temps courte.

Comme expliqué, le monohydrogénophosphate de calcium obtenu selon le procédé de la présente invention peut être utilisé dans le domaine de l'agriculture, de l'alimentaire ou encore dans une composition

destinée à l'agriculture ou à l'alimentaire. Le domaine de l'agriculture inclut notamment les fertilisants, comme les engrais. Il peut également être destiné à la production d'acide phosphorique.

Ainsi, il a été constaté que le procédé selon l'invention permet
 5 d'obtenir un rendement d'extraction en P_2O_5 pour les étapes a) et b) susvisées qui peut aller jusqu'à 95 % et permet de fournir un produit final qui présente un degré de pureté tel qu'il convient à une utilisation de qualité dans le domaine de l'alimentaire ou de l'agriculture, comme les fertilisants.

Avantageusement, les étapes a) et b) susdites sont réalisées
 10 en une durée inférieure à 2 heures, de préférence une durée comprise entre 30 et 100 minutes, de préférence entre 30 et 70 minutes, plus préférentiellement entre 40 et 65 minutes.

Le fait que le procédé selon l'invention comprenne une combinaison de paramètres suivant laquelle les étapes a) et b) sont
 15 réalisées en une durée inférieure à 2 heures et la période de temps liée à l'étape a) susdite de digestion est supérieure à la période de temps liée à l'étape b) de première séparation susvisée permet de fournir un procédé encore plus rentable et plus efficace en terme de rendement d'extraction en P_2O_5 par rapport à l'état de la technique.

20 Plus avantageusement encore, ladite période de temps prédéterminée de ladite étape a) est comprise entre 75 et 100 minutes, de préférence entre 80 et 95 minutes, ou entre 20 et 45 minutes, en particulier entre 24 et 40 minutes, préférentiellement entre 30 et 35 minutes.

Selon un exemple de réalisation avantageux, ladite première
 25 séparation de ladite étape b) est réalisée à une vitesse de filtration d'au moins 0,1 tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, de préférence comprise entre 0,1 et 5 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement comprise entre 0,15 et 3 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement encore comprise entre 0,3 et 0,9, en particulier entre 0,4 et 0,7, tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$,
 30 ladite vitesse de filtration étant calculée suivant l'équation suivante :

$$\text{Vitesse de filtration} = \frac{Q_{P_2O_5}}{\sqrt{\Delta P} \Omega T_f}$$

où,

$Q_{P_2O_5}$ correspond la quantité de P_2O_5 recueillie dans le filtrat et est exprimée en tonne,

Ω est la surface du filtre exprimée en m^2 ,

5 ΔP est la différence entre la pression de sortie du filtrat et la pression appliquée à la pulpe au moment de ladite première séparation et est exprimée en bar, et

T_f est la période de temps de ladite première séparation et est exprimée en jour.

10 La vitesse de filtration indiquée ci-dessus est calculée, d'une manière connue de l'homme de métier, comme décrit notamment dans Albert Rushton, Anthony S. Ward et Richard G. Holdich, Solid-Liquid Filtration and Separation Technology, p. 35-93, ed. John Wiley & Sons, 2008.

15 Il a été constaté que le procédé suivant l'invention permet également de réaliser ladite étape b) de première séparation à une vitesse de filtration qui est particulièrement avantageuse en ce qu'elle permet, à la fois, de réduire les durées de filtration, tout en n'augmentant pas la taille du filtre, ce qui est requis pour une application industrielle.

20 De plus, d'une manière surprenante, il est apparu qu'il était possible d'obtenir d'une manière simple un rendement d'extraction en P_2O_5 pour les étapes a et b supérieur à 90 % en poids, de préférence supérieur à 93 % en poids, avantageusement supérieur à 95 %, en appliquant des vitesses de filtration rapides et économiques à l'échelle industrielle.

25 Selon un mode préféré, ladite source de phosphate et ledit acide sont introduits dans un premier réacteur comprenant ledit milieu aqueux simultanément ou successivement, afin de réaliser ladite étape a) de digestion, et ladite pulpe comprenant ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des

impuretés est transférée du premier réacteur à un moyen de séparation pour mettre en œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) de première séparation susdite.

5 Plus préférentiellement, ledit moyen de séparation est situé entre ledit premier réacteur et un deuxième réacteur.

Encore plus préférentiellement, ledit moyen de séparation est présent dans un deuxième réacteur dans lequel est introduite ladite pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, pour mettre en
10 œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) susdite.

De plus, ledit moyen de séparation peut préférentiellement être un filtre choisi dans le groupe constitué d'un filtre rotatif, de préférence à cellules basculantes, filtre-presse, filtre à bande et filtre tambour.

Selon un mode préféré, ledit acide est choisi dans le groupe
15 constitué de l'acide chlorhydrique (HCl), de l'acide nitrique, de l'acide sulfurique, de l'acide phosphorique et de leurs mélanges.

De manière avantageuse, ledit acide est une solution aqueuse d'acide, notamment d'acide chlorhydrique, présentant une concentration en acide inférieure ou égale à 15% en poids.

20 Plus préférentiellement encore, les étapes a) et b) sont effectuées à une température comprise entre 50°C et 70°C, de préférence égale à 60°C.

De préférence, ladite source de phosphate est choisie dans le groupe constitué d'une roche de phosphate, d'un minerai de phosphate, de
25 sources de phosphate secondaires, telles que des cendres (par exemple issues de boues de station d'épuration ou d'os ou de lisiers de porcs) ou de leurs mélanges.

Avantageusement, l'étape de neutralisation est réalisée au moyen d'un agent de neutralisation choisi dans le groupe constitué des
30 composés à base de calcium, tels que de l'oxyde, de l'hydroxyde et du carbonate de calcium et les sels de calcium hydrosolubles et l'hydroxyde.

D'autres formes de réalisation du procédé suivant l'invention sont indiquées dans les revendications annexées.

La présente invention se rapporte aussi à une utilisation du monohydrogénophosphate de calcium obtenu selon la présente invention
5 pour produire de l'acide phosphorique.

Une telle production d'acide phosphorique peut impliquer une attaque du monohydrogénophosphate de calcium obtenu avec de l'acide sulfurique.

De préférence, le monohydrogénophosphate de calcium
10 obtenu selon le procédé suivant la présente invention est utilisé dans l'industrie alimentaire ou dans le domaine agricole ou horticole.

D'autres formes de réalisation de l'utilisation suivant l'invention sont indiquées dans les revendications annexées.

D'autres caractéristiques, détails et avantages du procédé
15 et de l'utilisation ressortiront de la description donnée ci-après, à titre non limitatif.

Dans le cadre de la présente invention, l'expression « une digestion est réalisée durant une première période de temps » doit être comprise comme signifiant que la digestion se termine au moment où
20 l'étape de première séparation est initiée, ce qui correspond au moment où la pulpe est introduite dans un moyen de séparation, tel un filtre.

Dans le cadre de la présente invention, l'expression « première séparation réalisée durant une deuxième période de temps » doit être comprise comme signifiant que la durée liée à cette première
25 séparation est déterminée à partir du moment où la pulpe à filtrer est introduite dans un moyen de séparation, tel un filtre.

Selon un exemple pratique, un minéral de phosphate et une solution aqueuse d'acide chlorhydrique sont introduits simultanément ou successivement dans un milieu aqueux contenu dans un premier
30 réacteur.

Après digestion durant une première période de temps, une pulpe est obtenue dans le premier réacteur et est introduite dans un moyen de séparation en vue de réaliser l'étape b) de première séparation durant une deuxième période de temps qui est inférieure à celle
5 correspondant à l'étape a) de digestion.

Ce moyen de séparation peut être présent dans le premier réacteur ou dans un second réacteur.

Lorsque le moyen de séparation est présent dans le premier réacteur, celui-ci peut être en communication fluidique avec ce réacteur.

10 Ainsi, la durée prédéterminée de digestion se termine à partir du moment où la pulpe est introduite dans le moyen de séparation.

Le moyen de séparation peut aussi être présent dans un deuxième réacteur éventuellement en communication fluidique avec le premier réacteur.

15 Il est également possible de faire appel à un premier réacteur, à un deuxième réacteur et à un moyen de séparation qui peut être disposé entre lesdits premier et deuxième réacteurs de sorte à être en communication fluidique avec ces derniers.

20 Dans tous les cas de figure précités, ladite source de phosphate présente un temps de séjour, dans ledit premier réacteur, supérieur au temps de séjour de ladite pulpe dans ledit moyen de séparation, pulpe constituée d'une phase aqueuse comprenant du phosphate de calcium et d'une phase solide insoluble contenant des impuretés.

25 Dans le cadre de la présente invention, le procédé peut être réalisé de manière continue ou discontinue.

L'étape de neutralisation de ladite phase aqueuse comprenant du phosphate de calcium et des ions chlorure en solution, lorsque l'attaque est effectuée à l'acide chlorhydrique, est réalisée à un pH
30 suffisant pour précipiter le phosphate de calcium sous forme dudit monohydrogénophosphate de calcium.

Une deuxième séparation est prévue entre ledit milieu aqueux comprenant les ions chlorures et le monohydrogénophosphate de calcium de façon à fournir le monohydrogénophosphate de calcium obtenu par le procédé suivant la présente invention.

- 5 Les étapes de neutralisation et de deuxième séparation sont connues de l'homme de l'art, notamment du document WO 2015 082 468, qui est incorporé par référence dans la présente demande de brevet.

Exemple 1

- 10 On part d'un minéral de phosphate présentant les caractéristiques du tableau 1 suivant :

Quantité de phosphate		1000,0 g
Humidité	1,93 %	19,3 g
CaO	48,90 %	489,0 g
P ₂ O ₅	31,00 %	310,0 g

- 15 Une quantité de 120,8 g d'eau déminéralisée est introduite dans un berlin et ensuite une quantité de 75 g de phosphate du tableau 1 est ajoutée à l'eau déminéralisée, sous agitation, pour former un mélange. Le berlin est ensuite couvert d'un verre de montre et le mélange est amené à une température de 60°C.

- 20 A une solution aqueuse d'acide chlorhydrique, qui présente une concentration en HCl de 37 %, on mélange 120,8 g d'eau déminéralisée, de manière à obtenir 357,7 g d'une solution aqueuse d'HCl à 12 %. Cette dernière est ensuite ajoutée au mélange chaud de phosphate et d'eau déminéralisée.

- 25 La durée de digestion est mesurée à compter du moment où la solution aqueuse d'acide dilué est ajoutée au mélange chaud contenant le phosphate et l'eau déminéralisée.

Après un temps de digestion de 30 minutes, la solution ainsi obtenue est filtrée, à une température de filtration de 60°C, au moyen d'un

filtre en fibre de polyester ayant un diamètre de 90 mm et une épaisseur de 0,17 mm disposé sur un équipement de type Buchner préalablement mis sous vide.

La pression de filtration utilisée est 0,4 bar, ce qui représente une différence de pression motrice de 0,6 bar par rapport à la pression atmosphérique de 1 bar.

La durée de filtration correspond au temps nécessaire pour obtenir un gâteau humide à partir de la pulpe formée lors des étapes précédentes. Après la filtration, le gâteau est soumis à une étape de séchage au cours de laquelle l'air ambiant est aspiré au travers du gâteau, l'étape de séchage durant 5 minutes. Selon ce premier exemple de réalisation, la durée de filtration est de 5 minutes.

Le poids du gâteau humide obtenu est ensuite mesuré ainsi que le poids du filtrat. Les filtrats et le gâteau sont ensuite soumis à l'analyse.

Le gâteau humide est ensuite séché à une température de 60°C et son poids, après séchage, est également mesuré.

Tableau 2

Exemple 1	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	30 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	5 minutes
Vitesse de filtration	1,3 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/\text{jour}$

Le rendement en P_2O_5 dans le produit final obtenu après les étapes a et b en fin de de procédé est égal à 94,03 %. Le rendement est calculé sur base

13

de la quantité de P_2O_5 présente dans le minéral de phosphate. Il représente le pourcentage de P_2O_5 dans le filtrat après l'étape de première séparation b par rapport à cette quantité.

5

Exemple 2

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 45 minutes et la durée de filtration est de 5,5 minutes, comme illustré au tableau 3 ci-dessous.

10

Table 3

Exemple 2	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	45 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	5,5 minutes
Vitesse de filtration	1,1 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/jour$

Le rendement en P_2O_5 après les étapes a et b du procédé est de 93,02 %.

15

Exemple 3

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 60 minutes et que la durée de filtration est de 4,75 minutes, comme illustré au tableau 4 ci-dessous.

20

Tableau 4

Exemple 3	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	60 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	4,75 minutes
Vitesse de filtration	1,3 tonnes de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/\text{jour}$

Le rendement en P_2O_5 dans le produit après les étapes a et b du procédé est de 93,16 %.

5

Exemple 4

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 90 minutes et la durée de filtration est de 2,33 minutes, comme illustré au tableau 5 ci-dessous.

10

Tableau 5

Exemple 4	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	90 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	2,33 minutes
Vitesse de filtration	2,7 tonnes de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/\text{jour}$

15

Le rendement en P_2O_5 dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé est de 91,96 %.

Exemple 5

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 10,5 minutes et la durée de filtration est de 25 minutes, comme illustré au tableau 6 ci-dessous.

Tableau 6

Exemple 5	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	10,5 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	25 minutes
Vitesse de filtration	0,3 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/jour$

10

Le rendement en P_2O_5 dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé est de 96,33 %.

Exemple 6

15

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 15 minutes et la durée de filtration est de 13 minutes comme illustré au tableau 7.

Tableau 7

Exemple 6	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	15 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	13 minutes
Vitesse de filtration	0,5 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/\text{jour}$

Le rendement en P_2O_5 dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé est de 96,19 %.

5

Exemple 7

Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 21,5 minutes et la durée de filtration est de 9 minutes, comme illustré au tableau 8 ci-dessous.

10

Tableau 8

Exemple 7	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	21,5 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	9 minutes
Vitesse de filtration	0,7 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/\text{jour}$

Le rendement en P_2O_5 dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé est de 96,09 %.

Exemple 8

- 5 Cet exemple est réalisé dans les mêmes conditions opératoires que celles décrites à l'exemple 1, à l'exception du fait que le temps de digestion est de 26,33 minutes et la durée de filtration est de 7,33 minutes, comme illustré au tableau 9 ci-dessous.

Tableau 9

Exemple 8	
Quantité de phosphate de départ	75 grammes
Quantité de la solution aqueuse d'HCl 12%	357,7 grammes
Température de digestion du minéral	60°C
Temps de digestion	26,33 minutes
Température de filtration	60°C
Temps de filtration	7,33 minutes
Vitesse de filtration	71,8 tonne de $P_2O_5/m^2/\sqrt{\Delta P}/jour$

10

Le rendement en P_2O_5 dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé est de 95,85 %.

- 15 Il est bien entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux formes de réalisations décrites ci-dessus et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre des revendications annexées.

REVENDEICATIONS

1. Procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium comprenant les étapes de:
 - a) digestion en milieu aqueux, durant une première période de temps, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés,
 - b) une première séparation entre ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des impuretés, durant une deuxième période de temps,
 - c) une neutralisation de ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution à un pH suffisant pour obtenir une précipitation dans un milieu aqueux de phosphate de calcium insoluble en tant que monohydrogénophosphate de calcium susdit, et
 - d) une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium,caractérisé en ce que ladite première période de temps de ladite étape a) de digestion est supérieure à ladite deuxième période de temps de l'étape b) susdite.
2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel les étapes a) et b) susdites sont réalisées en une durée inférieure à 2 heures, de préférence une durée comprise entre 30 et 100 minutes, de préférence entre 30 et 70 minutes, plus préférentiellement entre 40 et 65 minutes.
3. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite première période de temps de ladite étape a) est comprise entre 75 et 100 minutes, de préférence entre 80 et 95 minutes, ou entre 20 et 45 minutes, en particulier 24 et 40 minutes, préférentiellement entre 30 et 35 minutes.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite première séparation de ladite étape b) est réalisée à une vitesse de filtration d'au moins 0,1 tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, de préférence comprise entre 0,1 et 5 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement comprise entre 0,15 et 3 tonnes de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, plus préférentiellement encore comprise entre 0,3 et 0,9, en particulier entre 0,4 et 0,7 tonne de $P_2O_5/\sqrt{\Delta P}/m^2/jour$, ladite vitesse de filtration étant calculée suivant l'équation suivante :

$$Vitesse\ de\ filtration = \frac{Q_{P2O5}}{\sqrt{\Delta P} \Omega T_f}$$

où,

- 10 Q_{P2O5} correspond la quantité de P_2O_5 recueillie dans le filtrat et est exprimée en tonne,

Ω est la surface du filtre exprimée en m^2 ,

ΔP est la différence entre la pression de sortie du filtrat et la pression appliquée à la pulpe au moment de ladite première séparation et est exprimée en bar, et

15 T_f est la première période de temps de ladite première séparation et est exprimée en jour.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite source de phosphate et ledit acide sont introduits dans un premier réacteur comprenant ledit milieux aqueux simultanément ou successivement, afin de réaliser ladite étape a) de digestion et dans lequel ladite pulpe comprenant ladite phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et ladite phase solide contenant des impuretés est transférée du premier réacteur à un moyen de séparation pour mettre en œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) susdite.
- 20
- 25
6. Procédé selon la revendication 5, dans lequel ledit moyen de séparation est situé entre ledit premier réacteur et un deuxième réacteur.

7. Procédé selon la revendication 5, dans lequel ledit moyen de séparation est présent dans un deuxième réacteur dans lequel est introduite ladite pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, pour mettre en œuvre ladite première séparation reprise à l'étape b) susdite.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, dans lequel ledit moyen de séparation est un filtre choisi dans le groupe constitué d'un filtre rotatif, de préférence à cellules basculantes, filtre presse, filtre à bande et filtre tambour.
9. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ledit acide est choisi dans le groupe constitué de l'acide chlorhydrique, de l'acide nitrique, de l'acide sulfurique, de l'acide phosphorique et de leurs mélanges.
10. Procédé selon la revendication 9, dans lequel ledit acide est une solution aqueuse d'acide présentant une concentration en acide inférieure ou égale à 15% en poids, de préférence dans ledit premier réacteur.
11. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel les étapes a) et b) sont effectuées à une température comprise entre 50°C et 70°C, de préférence égale à 60°C.
12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel ladite source de phosphate est choisie dans le groupe constitué d'une roche de phosphate, d'un minéral de phosphate, de sources de phosphate secondaires telles que des cendres, en particulier issues de boues de station d'épuration ou d'os ou de lisiers de porcs, ou de leurs mélanges.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans lequel l'étape de neutralisation est réalisée au moyen d'un agent de neutralisation choisi dans le groupe constitué des composés à base de calcium tels que de l'oxyde, de l'hydroxyde et

du carbonate de calcium et des sels de calcium hydrosolubles, et leurs mélanges.

14. Utilisation du monohydrogénophosphate de calcium obtenu selon l'une quelconques des revendications précédentes pour produire de l'acide phosphorique.
15. Utilisation du monohydrogénophosphate de calcium obtenu selon l'une quelconques des revendications 1 à 13 dans l'industrie alimentaire ou dans le domaine agricole ou horticole.

ABREGEPROCEDE DE PREPARATION DE MONOHYDROGENOPHOSPHATE
DE CALCIUM

La présente invention se rapporte à un procédé de préparation de
5 monohydrogénophosphate de calcium comprenant une attaque en milieu
aqueux, durant une période de temps prédéterminée, d'une source de
phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase
aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase
solide contenant des impuretés, une première séparation entre ladite phase
10 aqueuse et ladite phase solide, durant une période de temps
prédéterminée, une neutralisation de ladite phase aqueuse à un pH
suffisant pour obtenir une précipitation dudit monohydrogénophosphate de
calcium, une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit
monohydrogénophosphate de calcium, caractérisé en ce que ladite période
15 de temps prédéterminée de ladite étape a) de digestion est supérieure à
celle de l'étape b) susdite.

TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL ETABLI EN VERTU DE L'ARTICLE 21 § 9 DE LA LOI BELGE SUR LES BREVETS D'INVENTION DU 28 MARS 1984

IDENTIFICATION DE LA DEMANDE INTERNATIONALE	REFERENCE DU DEPOSANT OU DU MANDATAIRE PAT2519886BE01
Demande nationale belge n° 201705458	Date du dépôt 27-06-2017
	Date de priorité revendiquée 28-06-2017
Déposant (Nom) PRAYON TECHNOLOGIES	
Date de la requête d'une recherche de type international 08-07-2017	Numéro attribué par l'administration chargée de la recherche internationale à la requête d'une recherche de type international SN69299
I. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE (en cas de plusieurs symboles de la classification, les indiquer tous) Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB C01B25/22;C01B25/32;C05B7/00;C05B11/12;A23L33/16	
II. DOMAINES RECHERCHES	
Documentation minimale consultée	
Système de classification	Symboles de la classification
IPC	C01B;C05B;A23L
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents font partie des domaines consultés 	
III. ☐ IL A ETE ESTIME QUE CERTAINES REVENDICATIONS NE POUVAIENT FAIRE L'OBJET D'UNE RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	
IV. ☐ ABSENCE D'UNITE DE L'INVENTION ET/OU CONSTATATION RELATIVE A L'ETENDUE DE LA RECHERCHE (Observations sur la feuille supplémentaire)	

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Demande de recherche No.

BE 201705458

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE
INV. C01B25/22 C01B25/32 C05B7/00 C05B11/12 A23L33/16
ADD.

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

C01B C05B A23L

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

EPO-Internal, WPI Data, INSPEC, COMPENDEX, CHEM ABS Data

C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie *	Documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X,D	WO 2015/082468 A1 (ECOPHOS S A [BE]) 11 juin 2015 (2015-06-11) cité dans la demande * revendications 1, 12 * * exemple 1 * * page 9, ligne 14 - ligne 16 *	1-15
A	WO 2010/043262 A1 (ECOPHOS SA [BE]; TAKHIM MOHAMED [BE]) 22 avril 2010 (2010-04-22) * alinéa [0010] - alinéa [0012] * * alinéa [0032] - alinéa [0033] * * alinéa [0048] - alinéa [0049] *	1-15
A	FR 2 273 760 A1 (ISRAEL CHEMICALS LTD [IL]) 2 janvier 1976 (1976-01-02) * revendications 1-8 * * exemples 1-4 *	1-15

☐ Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

☒ Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

* Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "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
- "Z" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche de type international a été effectivement achevée

11 octobre 2017

Date d'expédition du rapport de recherche de type international

Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale

Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040
Fax: (+31-70) 340-3016

Fonctionnaire autorisé

Rigondaud, Bernard

RAPPORT DE RECHERCHE DE TYPE INTERNATIONAL

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande de recherche n°

BE 201705458

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
WO 2015082468	A1	11-06-2015	
		AU 2014359338 A1	07-07-2016
		CA 2932421 A1	11-06-2015
		CN 105939962 A	14-09-2016
		EA 201691099 A1	31-10-2016
		JP 2017505280 A	16-02-2017
		PE 11962016 A1	09-11-2016
		SG 11201604469W A	28-07-2016
		US 2016297719 A1	13-10-2016
		WO 2015082468 A1	11-06-2015
WO 2010043262	A1	22-04-2010	
		AU 2008362951 A1	22-04-2010
		BR PI0823162 A2	23-06-2015
		CA 2739515 A1	22-04-2010
		JP 5442740 B2	12-03-2014
		JP 2012505814 A	08-03-2012
		KR 20110084884 A	26-07-2011
		MA 32783 B1	01-11-2011
		US 2011200509 A1	18-08-2011
		WO 2010043262 A1	22-04-2010
FR 2273760	A1	02-01-1976	
		BE 829881 A1	05-12-1975
		CA 1043075 A	28-11-1978
		ES 438274 A1	16-01-1977
		FR 2273760 A1	02-01-1976
		GB 1485342 A	08-09-1977
		IL 44977 A	30-09-1976
		IN 140357 B	23-10-1976
		IT 1035932 B	20-10-1979
		US 3988420 A	26-10-1976



OPINION ÉCRITE

Dossier N° SN69299	Date du dépôt (jour/mois/année) 27.06.2017	Date de priorité (jour/mois/année) 28.06.2016	Demande n° BE201705458
Classification internationale des brevets (CIB) INV. C01B25/22 C01B25/32 C05B7/00 C05B11/12 A23L33/16			
Déposant PRAYON TECHNOLOGIES			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- ☒ Cadre n° I Base de l'opinion
- ☐ Cadre n° II Priorité
- ☐ Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- ☐ Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- ☒ Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- ☐ Cadre n° VI Certains documents cités
- ☐ Cadre n° VII Irrégularités dans la demande
- ☒ Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

Formulaire BE237A (feuille de couverture) (Janvier 2007)	Examineur Rigondaud, Bernard
--	---------------------------------

OPINION ÉCRITE

Demande n°
BE201705458

Cadre n° I Base de l'opinion

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
 - a. Nature de l'élément:
 - ☐ un listage de la ou des séquences
 - ☐ un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
 - b. Type de support:
 - ☐ sur papier
 - ☐ sous forme électronique
 - c. Moment du dépôt ou de la remise:
 - ☐ contenu(s) dans la demande telle que déposée
 - ☐ déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
 - ☐ remis ultérieurement
3. ☐ De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande internationale telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

OPINION ÉCRITE

Demande n°
BE201705458

Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration

1. Déclaration

Nouveauté	Oui :	Revendications	1-13
	Non :	Revendications	14, 15
Activité inventive	Oui :	Revendications	
	Non :	Revendications	1-15
Possibilité d'application industrielle	Oui :	Revendications	1-15
	Non :	Revendications	

2. Citations et explications

voir feuille séparée

Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

voir feuille séparée

Ad point V

Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle ; citations et explications à l'appui de cette déclaration

Il est fait référence aux documents suivants :

- D1 WO 2015/082468 A1 (ECOPHOS S A [BE]) 11 juin 2015
(2015-06-11) cité dans la demande
- D2 WO 2010/043262 A1 (ECOPHOS SA [BE]; TAKHIM MOHAMED [BE]) 22
avril 2010 (2010-04-22)
- D3 FR 2 273 760 A1 (ISRAEL CHEMICALS LTD [IL]) 2 janvier 1976
(1976-01-02)

1. Nouveauté et activité inventive:

1.1. Revendications 14 et 15:

La présente demande ne remplit pas les conditions de brevetabilité, l'objet des revendications 14 et 15 n'étant pas nouveau.

D'une part, le monohydrogénophosphate de calcium produit selon l'invention est indifférenciable du même composé fabriqué par n'importe quel procédé de l'art antérieur.

D'autre part, son utilisation dans la production de l'acide phosphorique et dans l'industrie alimentaire dans le domaine agricole ou horticole est connue en soi.

Le document **D1** (WO 2015082468, cité dans la demande) décrit un procédé de production d'un sel de phosphate, en particulier de formule $\text{Ca}(\text{HPO}_4) \cdot z\text{H}_2\text{O}$, dans laquelle z est 0, 1 ou 2. Ce sel peut être utilisé comme ingrédient dans une composition destinée à l'agriculture, dans une composition alimentaire, ou comme produit de départ pour la préparation d'acide phosphorique (revendications 1 et 12; description, page 9, ligne 14-16 et exemple 1).

En conséquence, l'objet des revendications 14 et 15 n'est pas nouveau.

1.2. Revendication 1:

Différence:

La revendication 1 se rapporte à un procédé connu de l'art antérieur dans la chronologie de ses étapes (voir par exemple **D1**), mais qui diffère de cet art antérieur par une durée de l'étape (a) de digestion supérieure à celle de l'étape (b) de filtration.

Aucun des documents cités ne mentionne explicitement que la durée de l'étape (a) de digestion est supérieure à celle de l'étape (b) de filtration.

L'objet de la revendication 1 diffère de l'art antérieur et est donc nouveau.

Effet technique et problème objectif résolu:

La demande présente le problème technique objectif à résoudre comme la fourniture d'un procédé de fabrication de DCP (voir page 4, lignes 10-26) qui propose de limiter les pertes en P_2O_5 dans les déchets tout en proposant un sel de phosphate de pureté adéquate.

Au vu des exemples de la demande, l'effet technique induit par la différence susmentionnée n'est pas clair.

En effet, la pureté du DCP obtenu n'y est pas caractérisé.

Au contraire, la pureté du DCP produit selon **D1** est déterminée et le rend adapté à un usage dans l'agriculture et l'alimentaire (**D1**: exemple 1; revendications 1 et 12).

D1 est silencieux quant au rendement en P_2O_5 .

Le problème est donc de déterminer si la différence relève d'une démarche inventive, alors qu'aucune comparaison n'est possible avec **D1**.

La partie caractérisante de la revendication 1 précise que la durée de l'étape (a) supérieure à celle de l'étape (b).

Cette condition ne limite pas les durées respectives des étapes et il est impossible de considérer que l'homme de l'art ne puisse, selon les circonstances et sans démarche inventive, mettre en oeuvre le procédé de **D1** dans les conditions de la revendication 1.

En conséquence, l'objet de la revendication 1 n'est pas inventive.

1.3. Revendications dépendantes 2-13:

Les revendications dépendantes 2-13 ne semblent pas contenir de caractéristiques supplémentaires qui satisfassent aux exigences d'activité inventive en étant combinées aux caractéristiques de l'une quelconque des revendications auxquelles lesdites revendications dépendantes sont liées.

Ces revendications concernent des modes de réalisation qui sont divulgués dans l'art antérieur **D1** ou qui constituent des variantes autour de modes connus de l'art antérieur que l'homme de l'art considérerait sans l'exercice d'une activité active:

- revendication 2: dans l'exemple 1 de **D1**, la durée d'attaque est de 15 minutes. Mais de façon plus générale, la durée est inférieure à deux heures (page 13, lignes 32-35). L'exemple est silencieux quant à la durée de filtration. Cependant, une durée de filtration inférieure à 2 heures semble être un paramètre que l'homme de l'art considérera sans l'exercice d'une activité inventive.
- revendication 3: il n'est pas clair comment les intervalles de temps revendiqués pourraient relever de l'exercice d'une activité inventive au vu des exemples 1-5 de la demande présente. En effet les durées respectives sont de 15, 30, 45, 60 et 90 minutes.
- revendication 4: elle ne peut être inventive au vu du problème de clarté (voir point VIII 3).
- revendication 5: **D1** divulgue une attaque dans un premier réacteur, le transfert de la pulpe vers un moyen de filtration puis l'acheminement vers un réacteur de neutralisation (page 29, lignes 7-16).
- revendication 6: **D1** divulgue une attaque dans un premier réacteur, le transfert de la pulpe vers un moyen de filtration puis l'acheminement vers un réacteur de neutralisation (page 16, lignes 6-25; figure 1; page 29, lignes 7-16).
- revendication 7: le problème résolu par la présence du moyen de séparation dans le deuxième séparateur n'est pas clair et cette solution est considéré comme une alternative évidente.

- revendication 8: le procédé de l'exemple 1 de **D1** met en oeuvre un filtre-presse pour la séparation de la pulpe (page 29, ligne 13).

- revendications 9-11: dans l'exemple 1 de **D1**, la solution aqueuse d'acide est une solution de HCl à 12 % en poids. La température d'attaque est de 60 °C. Cette température est maintenue pour la filtration (page 29, lignes 8-15).

- revendications 12-13: la source de phosphate est un minéral de phosphate (D1, page 29, ligne 7). L'étape de neutralisation est réalisée au moyen de carbonate de calcium (D1, page 29, lignes 16-19). D'autres sources possibles de phosphate et de composés pour la neutralisation sont respectivement divulguées page 11, lignes 17-25 et page 15, lignes 17-27.

Ad point VIII

Certaines observations relatives à la demande

1. La vitesse de filtration selon la demande est définie par une équation et une unité inhabituelles (unité: poids de P_2O_5 / $\sqrt{\Delta P}$ / Ω / T_f , dans laquelle $\sqrt{\Delta P}$ est la différence de pression entre entrée et sortie, Ω est la surface du filtre, et T_f est la durée de séparation). Il est impossible d'effectuer une comparaison significative du procédé présent avec l'état de la technique.

2. La formulation employée à la page 17 de la description est vague et imprécise. Elle semble indiquer que l'objet de la protection demandée est différent de celui qui a été défini dans les revendications. Il en résulte un manque de clarté lorsque celles-ci sont interprétées à la lumière de la description.

3. Dans l'exemple 5, le temps de digestion (étape a) est de 10, 5 minutes et la durée de filtration (étape b) est de 25 minutes (voir tableau 6 de l'exemple 5). Cet exemple ne constitue donc pas un exemple selon l'invention car il ne respecte pas les conditions de la revendication 1.

Il est cependant à noter que cet exemple montre un rendement en P_2O_5 de 96,33% dans le produit obtenu après les étapes a et b du procédé, c'est à dire au moins aussi élevé que le rendement atteint dans les conditions de l'invention en appliquant des vitesses rapides de filtration (voir page 7, lignes 20 à 24).