



Le Ministre des Affaires Économiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;

Vu le procès-verbal dressé le 24 juin 19 81 à 15 h. 10
au Service de la Propriété Industrielle ;

ARRÊTE :

Article 1. — *Il est délivré* aux Sociétés Anonymes dites : POTASCO
 et HAINAUT-SAMBRE

resp. : 19 rue de la Providence, 6030 Marchienne-au-Pont
 et rue de l'Usine, 6090 Charleroi (Couillet),

repr. par les Bureaux Vander Haeghen à Bruxelles,

un brevet d'invention pour: Procédé et installation de fabrication de
 scories phosphatées

(Inv. : P. Poswick et R. Guinchon)

Article 2. — *Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.*

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 28 décembre 19 81.

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE:

Le Directeur

L. SALPETEUR

4386/26146 DB

DESCRIPTION

jointe à une demande de

BREVET BELGE

déposée par les sociétés dites:

Société Anonyme POTASCO
et
Société Anonyme HAINAUT-SAMBRE

ayant pour objet: Procédé et installation de fabrication de
scories phosphatées

Qualification proposée: BREVET D'INVENTION

Inventeurs: Pierre POSWICK
Roger GUINCHON

Procédé et installation de fabrication de
scories phosphatées

La présente invention est relative à un
procédé et à une installation de traitement à l'aide
5 d'acide phosphorique de produits pulvérulents contenant
des scories d'aciérie, de préférence pauvres en
phosphore.

La phosphatation de scories d'aciérie prove-
nant de l'affinage d'une fonte peu phosphoreuse permet
10 de valoriser ces scories, dont les utilisations sont
réduites et dont une grande partie est inutilisée
et est mise au terril.

On sait que l'addition d'acide phosphorique à
des scories d'aciérie finement divisées, en particulier
15 à des scories LD provenant de l'affinage de fonte peu
phosphoreuse, permet d'augmenter leur teneur en P_2O_5
soluble et en P_2O_5 total.

Lors de l'addition d'acide phosphorique à
des scories d'aciérie peu phosphoreuses ayant, par
20 exemple, la composition suivante :

CaO - environ 30 à 50% en poids, plus particulièrement
environ 40% en poids

SiO₂ - environ 10 à 20% en poids, plus particulièrement
environ 16 à 17% en poids

25 Fe₂O₃ - environ 15 à 25% en poids, plus particulièrement
environ 20% en poids

MgO - environ 1 à 10% en poids, plus particulièrement
environ 5% en poids

Al₂O₃ - moins d'environ 5% en poids

30 P₂O₅ - moins d'environ 8% en poids, plus particulièrement
moins d'environ 5% en poids,

il peut se former trois sels calciques, à savoir du
phosphate monocalcique de formule $Ca(H_2PO_4)_2$, du
phosphate bicalcique de formule $CaHPO_4$ et du phosphate
35 tricalcique de formule $Ca_3(PO_4)_2$.

Dans les milieux communément utilisés pour mesurer la solubilité des phosphates de calcium, à savoir l'eau, l'acide citrique en solution aqueuse à 2% et le citrate ammoniacal neutre, le phosphate monocalcique est le plus soluble, le phosphate bicalcique est insoluble et le phosphate tricalcique est très peu soluble.

Il est évident que, si l'on désire obtenir, au départ de scories d'aciérie, en particulier de scories pauvres en phosphore, des produits de haute qualité, en tant qu'engrais ou aliments pour le bétail, il y a intérêt à ce que ces scories soient traitées avec de l'acide phosphorique dans des conditions telles qu'elles contiennent le plus possible de P_2O_5 soluble sous forme de phosphate monocalcique et le moins possible de P_2O_5 insoluble ou très peu soluble sous forme de phosphates bicalcique et tricalcique.

On connaît un procédé de phosphatation de scories d'aciérie, dans lequel on soumet les scories pendant ou après leur broyage en fines particules à l'action d'une solution diluée, par exemple à 20%, d'acide phosphorique dans un mélangeur. Ce procédé connu exige une opération de séchage des scories traitées, ce qui entraîne évidemment une dépense d'énergie appréciable et grève de prix de revient des produits obtenus.

On a songé, dès lors, à phosphater des scories d'aciérie, en particulier des scories peu phosphoreuses, à l'aide d'une solution concentrée d'acide phosphorique, par exemple une solution à 70% d'acide phosphorique, en mélangeant intimement, par des moyens mécaniques, les scories finement divisées et l'acide phosphorique concentré, en vue de réduire le séchage du produit obtenu. Appliqué à l'échelle industrielle, ce procédé connu impliquant l'utilisation d'acide phosphorique concentré s'est avéré pratiquement inutilisable. A moins que l'acide phosphorique concentré soit ajouté très lentement,



c'est-à-dire à un très faible débit, à une masse de scories finement divisées soumise à un malaxage intensif, ce qui rend le procédé économiquement non rentable, on a constaté que le mélange d'acide phosphorique et de scories prend rapidement en masse sous forme d'un bloc dur, sous l'effet d'une sorte de prise hydraulique, ce produit présentant, par ailleurs, une teneur en P_2O_5 soluble (phosphate monocalcique) bien trop faible, au dépens d'une forte teneur en P_2O_5 insoluble (phosphate bicalcique) inutilisable sur le plan agricole. Dans ce procédé connu, une proportion importante des scories reste, en outre, inattaquée par l'acide phosphorique. Ainsi, même si l'on soumet le produit pris en masse à un concassage ou à un broyage, qui sont évidemment des opérations coûteuses, on n'obtient pas un produit présentant une teneur adéquate en P_2O_5 soluble. Enfin, du fait de la prise en masse du mélange d'acide phosphorique concentré et de scories, le mélangeur ou réacteur risque d'être endommagé.

L'emploi d'acide phosphorique concentré pour phosphater des scories d'aciérie à faible teneur en phosphore de manière connue n'est donc pas approprié sur le plan industriel.

Des essais effectués par les demanderesses ont révélé que, lors de l'addition d'acide phosphorique en solution aqueuse concentrée (70% de H_3PO_4) à des scories d'aciérie pauvres en phosphore, notamment des scories LD, les quantités de P_2O_5 total et de P_2O_5 soluble ne sont pas proportionnelles l'une à l'autre.

La figure 1 des dessins ci-annexés montre les variations des teneurs en P_2O_5 total (courbe M) et en P_2O_5 soluble (courbe N) obtenues par l'addition de quantités progressives de solution aqueuse à 70% d'acide phosphorique. Sur le graphique de cette figure 1, les quantités de H_3PO_4 à 70% ajoutées à 15 kilogrammes de scories LD finement divisées sont indiquées en abscisse, tandis que les

teneurs en P_2O_5 sont indiquées en ordonnée.

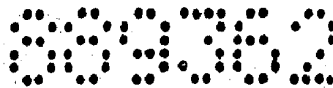
Les scories LD utilisées lors de ces essais avaient un pH d'environ 12,5, une teneur en P_2O_5 total d'environ 4%, une teneur en P_2O_5 soluble d'environ 3% et la granulométrie indiquée dans le tableau suivant :

TABLEAU I

10	Granulo- métrie(mm)	3-5	2-3	1-2	0,5-1	0,25-5	0,15-0,25	0-0,15
	Pourcentage	0,53	1,22	8,35	16,1	17,4	13,0	43,0
	Total	99,6	99,07	97,85	89,5	73,4	56,0	43,0

15 La figure 1 révèle que la teneur en P_2O_5 total (courbe M) augmente beaucoup plus fortement que celle en P_2O_5 soluble (courbe N) lors de l'addition d'acide phosphorique concentré à 70%. La figure 2 des dessins ci-annexés, dans laquelle les quantités de H_3PO_4 à 70% ajoutées en litres à 20 15 kilogrammes des scories LD définies plus haut sont indiquées en abscisse, tandis que la variation du rapport de P_2O_5 soluble au P_2O_5 total ajouté est indiquée en ordonnée, révèle qu'au début de l'addition d'acide phosphorique concentré, pratiquement tout l'acide réagit pour former du phosphate monocalcique, tandis 25 que la formation de phosphate bicalcique augmente peu à peu, comme le révèle la diminution du rapport P_2O_5 soluble/ P_2O_5 total ajouté. Après l'addition de 4 litres d'acide phosphorique concentré (70%), il y a pratiquement 30 équilibre entre les quantités de phosphates monocalcique et bicalcique formées.

La figure 2 révèle donc qu'il y a intérêt à ce que l'on opère dans des conditions telles que le rapport P_2O_5 soluble/ P_2O_5 total ajouté soit le plus élevé possible, c'est-à-dire à gauche du point d' 35 inflexion X de la courbe de la figure 2.



On a découvert à présent qu'il est possible, en utilisant de l'acide phosphorique concentré, en l'occurrence de l'acide phosphorique technique à environ 70% de H_3PO_4 , d'obtenir des scories phosphatées contenant 16 à 18% de P_2O_5 soluble (phosphate monocalcique) dans une solution aqueuse à 2% d'acide citrique, sous forme d'un produit pulvérulent pouvant être aisément granulé et ne nécessitant pas de séchage, ni de broyage, en raison du fait qu'il ne se produit aucune prise en masse du mélange réactionnel.

La présente invention a pour objet un procédé et une installation de fabrication de scories d'aciérie phosphatées impliquant le traitement de scories d'aciérie finement divisées, de préférence pauvres en phosphore, par de l'acide phosphorique concentré ne nécessitant ni séchage, ni broyage des scories phosphatées, permettant l'obtention d'un produit de qualité supérieure à celle des produits obtenus par les procédés connus, grâce à la présence prépondérante de phosphate monocalcique plutôt que de phosphates bicalcique et tricalcique très peu solubles, sinon insolubles dans l'eau, le produit obtenu par le procédé et dans l'installation suivant la présente invention se prêtant mieux que les scories phosphatées obtenues par les procédés connus à une granulation.

On a découvert en effet, de manière surprenante, que les inconvénients des procédés connus de phosphatation de scories d'aciérie peuvent être évités et que les avantages énumérés ci-dessus peuvent être obtenus, à condition de traiter des scories d'aciérie finement divisées, de préférence pauvres en phosphore, à l'aide d'une suspension d'acide phosphorique concentré dans un gaz, de préférence de l'air dans une enceinte, dans laquelle une masse de scories finement divisées est soumise à un malaxage tel que sensiblement chaque particule de scorie soit soumise à l'action de la suspension d'acide phosphorique concentré

dans un gaz tel que de l'air sous pression pulvérisée sur les fines particules de scorie.

La présente invention concerne, dès lors, un procédé de fabrication de scories d'aciérie phosphatées, dans lequel on soumet des scories, de préférence pauvres en phosphore, finement divisées à l'action d'acide phosphorique, ce procédé étant essentiellement caractérisé en ce qu'on soumet une masse contenant de telles scories à l'action d'une suspension d'acide phosphorique concentré dans un gaz, de préférence de l'air.

Suivant une particularité de l'invention, on utilise une suspension d'acide phosphorique concentré, en particulier une solution aqueuse à 70% d'acide phosphorique, sous forme de gouttelettes dispersées, dans de l'air que l'on pulvérise sur une masse contenant des scories finement divisées soumise à un malaxage.

Suivant une autre particularité de l'invention, on récupère la chaleur provenant de la réaction exothermique entre l'acide phosphorique concentré et les scories finement divisées.

Les calories provenant de la réaction exothermique entre l'acide phosphorique concentré et les fines particules de scorie peuvent être récupérées pour le séchage de ces scories. Cependant, dans le cadre de la présente invention, on préfère récupérer ces calories pour préchauffer l'acide phosphorique concentré avant ou pendant sa mise en suspension dans de l'air. A 20°C, l'acide phosphorique contenant 70% de H_3PO_4 a une viscosité supérieure à 10 centistokes, tandis qu'à 80°C, cette viscosité n'est plus que de 2,8 centistokes environ. Etant donné que la réaction entre l'acide phosphorique concentré et la chaux vive est

exothermique (température de 70 à 90°C), il est possible de réduire, par récupération de cette chaleur exothermique, la viscosité de l'acide phosphorique concentré de départ dans une mesure
5 telle que cet acide acquiert une fluidité telle que l'énergie nécessaire pour l'amener dans le réacteur est diminuée, tandis que sa faculté de dispersion, sous forme de fines gouttelettes, dans de l'air est étonnamment améliorée.

10 Suivant encore une autre particularité de l'invention, on utilise une suspension d'acide phosphorique dans de l'air contenant environ 1 litre d'acide phosphorique concentré pour 100 à 400 litres d'air, de préférence 1 litre d'acide
15 phosphorique concentré à 70% de H_3PO_4 pour 200 litres d'air.

La suspension d'acide phosphorique concentré dans de l'air est avantageusement pulvérisée sur les scories finement divisées sous une pression
20 comprise entre environ 2 et 15 kg/m², de préférence à une pression de 5 à 10 kg/cm².

Grâce à ces particularités du procédé suivant l'invention, l'acide phosphorique concentré utilisé réagit avec la masse de scories pour
25 former, de manière prédominante, du phosphate monocalcique, plutôt que du phosphate bicalcique ou tricalcique.

Les scories soumises à l'action d'une suspension ou d'un brouillard d'air et d'acide
30 phosphorique concentré ont avantageusement une granulométrie moyenne de moins de 2 mm environ.

Le procédé suivant l'invention peut être mis en oeuvre de manière discontinue ou continue.

Ainsi, lorsque le procédé est effectué en discontinu, sur une masse de scories finement divisée introduite dans une enceinte et soumise dans celle-ci à un malaxage intensif, on pulvérise la suspension sous pression d'acide phosphorique concentré dans de l'air pendant une courte durée sur ladite masse, après quoi la masse de scories phosphatées est déchargée de l'enceinte et éventuellement granulées.

Lorsque le procédé suivant l'invention est mis en oeuvre de manière continue, des fractions successives de scories finement divisées sont amenées dans une zone où elles sont soumises à l'action de la suspension d'acide phosphorique dans de l'air.

A la masse de scories finement divisée, peuvent être ajoutés avant, pendant ou après leur phosphatation, au moins un composé potassique tel que du chlorure de potassium et/ou au moins un composé azoté, tel que du nitrate de calcium, pour former un engrais du type PK (phosphaté et potassique), NP (phosphaté et azoté) ou NPK (azoté, phosphaté et potassique).

L'invention est également relative à une installation pour la fabrication de scories d'aciérie phosphatées, cette installation étant essentiellement caractérisée en ce qu'elle comporte un réacteur pourvu de moyens pour malaxer une masse contenant des scories d'aciérie finement divisées, de préférence pauvres en phosphore, et des moyens pour pulvériser, sous pression, une suspension d'acide phosphorique en solution aqueuse concentrée dans un gaz tel que de l'air sur ladite masse, ainsi qu'une source d'acide phosphorique

en solution aqueuse concentrée reliée par une conduite audit réacteur et des moyens montés en amont du réacteur sur ladite conduite pour mettre l'acide phosphorique en suspension dans le gaz.

5 Le réacteur utilisé dans l'installation suivant l'invention est avantageusement constitué d'une cuve tronconique ou cylindrique, dont l'axe longitudinal est sensiblement horizontal ou
10 incliné par rapport à l'horizontale et qui est muni de moyens de malaxage, ainsi que d'au moins une rampe de pulvérisation de la suspension d'acide phosphorique dans de l'air. Les moyens de malaxage peuvent être constitués de pales portées inté-
rieurement sur la paroi latérale de la cuve,
15 celle-ci étant équipée de moyens permettant de la faire tourner autour de son axe.

D'autres particularités et détails du procédé et de l'installation suivant l'invention ressortiront de la description détaillée suivante,
20 dans laquelle il est fait référence aux dessins schématiques ci-annexés, dans lesquels :

- la figure 3 est une vue schématique d'une première forme de réalisation d'une installation suivant l'invention ;

25 - la figure 4 est, à plus grande échelle, une coupe suivant la ligne IV-IV de la figure 3 ;

- la figure 5 est une vue schématique d'une variante d'une installation suivant l'invention,
et

30 - la figure 6 est une coupe verticale du réacteur suivant l'invention comportant plus d'une rampe de pulvérisation.

Dans ces différentes figures, les mêmes notations de référence désignent des éléments identiques ou similaires.

5 Comme on le voit aux figures 3 et 4, l'installation suivant l'invention comprend un réservoir 1 de stockage d'acide phosphorique concentré relié par une conduite 2 à une pompe 3 destinée à amener de l'acide phosphorique concentré par une conduite 4 dans une cuve tampon 5. Une conduite 6 munie d'un débit-mètre 7 relie
10 la cuve-tampon 5 à un réacteur désigné dans son ensemble par la notation de référence 8.

Sur la conduite 4 d'alimentation du réacteur 8 en acide phosphorique concentré est branchée, en amont
15 dudit réacteur 8, une conduite 9 d'alimentation en air reliée à un compresseur d'air 10. Dans les conduites 2, 6 et 9 sont prévus des robinets ou vannes non représentés.

Le réacteur 8 schématisé à la figure 1 a la forme d'un tronc de cône à axe sensiblement horizontal.
20 La paroi latérale 11 de ce réacteur 8 est équipée de pales 12, par exemple hélicoïdales, destinées à assurer un malaxage intensif d'une masse contenant des scories d'aciérie finement divisées introduite dans le réacteur qui est, par ailleurs, équipé de moyens (non représentés)
25 permettant de le faire tourner autour de son axe longitudinal. Ces moyens sont agencés pour permettre la rotation du réacteur dans le sens de la flèche A (figure 4) pendant la réaction de l'acide phosphorique avec les scories finement divisées ou dans le sens de
30 la flèche B (figure 4) lors de l'évacuation des scories phosphatées. Une paroi d'extrémité 17 du réacteur 8 est munie d'une porte ou d'un trou 13 pour le chargement et le déchargement du réacteur.

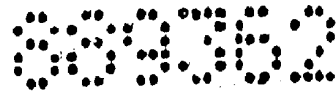
Dans la forme de réalisation du réacteur 8
35 illustrée aux figures 3 et 4, celui-ci est pourvu d'une seule rampe de pulvérisation 14 reliée à la conduite 4,

en aval de l'endroit où la conduite d'alimentation en air comprimé 9 est branchée sur cette conduite 4. La rampe de pulvérisation 14 présente sur toute sa longueur des trous de pulvérisation munis d'éjecteurs 5 15. Les axes des éjecteurs de pulvérisation 15 sont avantageusement inclinés alternativement vers la droite et vers la gauche par rapport à un plan vertical contenant l'axe longitudinal de la rampe de pulvérisation 14, lorsqu'on 10 regarde dans le sens de la flèche Y.

La rampe de pulvérisation 14 est avantageusement protégée par une tôle 18 à deux pans, empêchant les fines scories et autres matières contenues dans le réacteur 8 soumises à un malaxage intensif par les 15 pales 12 de venir obstruer les trous de pulvérisation 15.

A la figure 5 est représentée une variante d'une installation suivant l'invention comportant une cuve 1 à acide phosphorique concentré (solution aqueuse 20 à 70% de H_3PO_4) reliée par une conduite 2 à une pompe 3 elle-même reliée par une conduite 6 à la rampe de pulvérisation 14 d'un réacteur 8 du même type que celui montré à la figure 1. Sur la conduite 6 est branchée, en amont du réacteur 8, une conduite 9 reliée 25 à un compresseur d'air 10.

L'installation montrée à la figure 5 fonctionne comme celle des figures 1 et 2, si ce n'est que le réacteur 8 et la cuve 1 sont entourés d'un serpentín 16. Les deux serpentins sont reliés en 30 circuit fermé et contiennent un fluide caloporteur. Grâce à ce circuit à serpentins 16, les calories provenant de la réaction exothermique de phosphatation des scories finement divisées dans le réacteur 1 sont utilisées pour préchauffer l'acide phosphorique contenu 35 dans la cuve 1, ce qui a pour effet de diminuer sensiblement la viscosité de l'acide phosphorique et ainsi de



favoriser sa mise en suspension, sous forme de fines gouttelettes, dans l'air sous pression amené par la conduite 9 dans la conduite 6 d'alimentation de la rampe de pulvérisation 14. La diminution de la viscosité de l'acide phosphorique concentré grâce au système de récupération de chaleur favorise également la réaction de phosphatation, tout en diminuant l'énergie nécessaire pour amener cet acide de la cuve 1 à la rampe de pulvérisation 14.

Il est évident qu'au lieu d'un circuit à serpentins 16 dans lequel circule un fluide de récupération de chaleur, tel que de l'eau ou un autre liquide, on peut prévoir d'autres moyens de récupération de chaleur. Ainsi, la cuve 1 et le réacteur 8 peuvent être pourvus de chemises annulaires reliées entre elles par des conduites formant également un circuit de récupération de chaleur. Ce dernier est muni de vannes, d'appareils de mesure et de contrôle, etc., nécessaires pour assurer une circulation adéquate du fluide caloporteur.

A la figure 6, on a schématisé un réacteur 8 comportant trois rampes de pulvérisation 14 s'étendant parallèlement l'une à l'autre dans le réacteur. L'emploi de plusieurs rampes de pulvérisation 14 augmente la vitesse de phosphatation des scories, tout en diminuant le risque de formation de phosphate bicalcique insoluble, étant donné qu'une plus grande surface de grains fins de scorie reçoit au total la même quantité d'acide phosphorique, ces grains étant d'autant moins saturés d'acide phosphorique.

Comme montré à la figure 6, les surfaces A, B et C couvertes par les jets d'acide phosphorique en suspension dans de l'air sont différentes. Ainsi, afin d'éviter que les grains de scorie soumis à l'action des jets d'acide phosphorique reçoivent des quantités différentes de celui-ci dans les zones A, B et C,



on peut régler la pression de la suspension d'acide phosphorique débitée par chacune des rampes, régler le nombre de trous ou d'éjecteurs des rampes ou encore régler l'orientation de ces trous ou injecteurs le long des rampes, de façon que les masses de grains de scorie malaxées sous les rampes de pulvérisation reçoivent la même quantité d'acide phosphorique concentré en suspension dans de l'air comprimé.

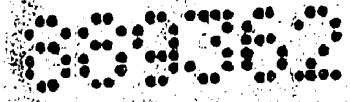
Au lieu de présenter une forme tronconique, le réacteur 8 peut présenter une autre forme, par exemple cylindrique.

Le procédé suivant l'invention peut être mis en oeuvre de façon continue, par exemple en utilisant un réacteur 8 en forme de four-tunnel cylindrique muni intérieurement d'une vis transporteuse et malaxeuse sans fin faisant progresser un contenu des fractions successives de grains contenant des scories à phosphater d'une extrémité d'alimentation du réacteur à une extrémité de décharge de celui-ci.

Le procédé suivant l'invention est illustré par l'exemple suivant.

Exemple 1

On a utilisé une installation du type schématisé à la figure 3, comportant un réservoir de stockage 1 d'une capacité de 12 m^3 , une cuve-tampon d'une capacité de 1 m^3 et un réacteur 8 d'une capacité d'environ 2 m^3 . Le réacteur tronconique 8 avait une longueur de 1,60 mètre, une grande base d'un diamètre de 2 mètres et une petite base d'un diamètre de 1,40 mètres. Ce réacteur 8 était équipé d'une rampe de pulvérisation 14 en acier inoxydable d'une longueur de 1,50 mètre et d'un diamètre de 2,54 cm percée de trous de 4 mm de diamètre distants de 10 cm sur le premier tiers de la rampe à partir de l'extrémité 12 de plus petit diamètre du réacteur, puis distants de 5 cm sur les deux autres tiers de la longueur de la rampe 14. Les éjecteurs 15 de la



rampe de pulvérisation 14 étaient alternativement dirigés vers la droite et vers la gauche en faisant un angle d'environ 45° avec le plan vertical contenant l'axe longitudinal de la rampe.

5 Dans le réacteur, on a chargé les matières suivantes :

scories LD	1550 kg
matière potassique à 20% en poids de K	115 kg
matière potassique à 60% en poids de K	335 kg
	<hr/>
	2000 kg

10 Ces matières avaient une granulométrie moyenne de moins de 2 mm.

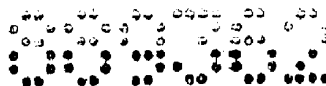
15 Les scories LD contenaient environ 45% de CaO, 12% de SiO₂, 20% de Fe₂O₃, 5% de MgO, 3,1% de P₂O₅, 2% de Al₂O₃ et pour le reste des oligo-éléments (notamment du MnO).

20 Ces scories avaient un pH d'environ 12,5. Les matières potassiques étaient des minéraux naturels contenant du potassium sous forme de chlorure de potassium.

Le réacteur a été mis en rotation à une vitesse de 40 tours par minute.

25 A un débit d'environ 26,5 litres par minute, on a envoyé de l'acide phosphorique technique à 70%, d'une densité de 1,53 et contenant 52,9% en poids de P₂O₅ dans la rampe de pulvérisation, en y mélangeant de l'air sous une pression de 2 kilogrammes, de façon à obtenir à la sortie des éjecteurs 15 de la rampe de pulvérisation 14 une suspension d'air contenant environ 1 partie en volume de gouttelettes d'acide phosphorique pour 30 200 parties en volume d'air, sous une pression d'environ 5 kg/cm².

35 Après 10 minutes, on a arrêté l'injection de suspension d'acide phosphorique, la quantité consommée de cet acide étant d'environ 266 litres, et on a continué



à faire tourner le réacteur 8 pendant 5 minutes, afin d'homogénéiser le mélange de scories phosphatées et de matières potassiques.

5 On a ainsi obtenu un engrais PK contenant 13,1% de P_2O_5 soluble dans l'acide citrique à 2% (phosphate monocalcique) et 15,8% de P_2O_5 total ainsi que 11% de KCl.

La teneur en eau de l'engrais obtenu était inférieure à 5%, en sorte qu'aucun séchage de cet engrais n'était plus nécessaire. Le pH des scories phosphatées
10 était de 5 à 6.

L'engrais ne contenait pratiquement plus de chaux libre (CaO).

A l'engrais PK ainsi obtenu, on a ajouté la quantité nécessaire d'un nitrate, tel que du sulfate
15 d'ammoniaque ou du nitrate de calcium, pour obtenir un engrais NPK.

Un essai comparatif effectué en utilisant de l'acide phosphorique concentré avec le même débit, mais sans addition d'air comprimé, n'a permis d'obtenir
20 une phosphatation convenable qu'après deux heures, l'engrais obtenu contenant une proportion notablement moindre de P_2O_5 soluble (environ 10%).

Au départ de l'engrais PK ou NPK obtenu par le procédé décrit sous forme de grains fins, on peut
25 obtenir des granulés par addition d'une petite quantité d'eau et éventuellement d'un liant, tel que du chlorure de calcium dans un malaxeur-granulateur classique à pales hélicoïdales éventuellement divisé en plusieurs parties, de manière à permettre la séparation entre les
30 diverses parties du granulateur des gros grains et des grains trop fins au moyen de cribles, de façon à obtenir un produit granulé présentant des dimensions sensiblement uniformes qui est avantageusement séché, par exemple dans un courant d'air tourbillonnaire
35 chaud. Les calories nécessaires au préchauffage de cet air peuvent évidemment être aussi récupérées,

par exemple pour le séchage des produits de départ :
scories, sels potassiques, produits azotés, acide
phosphorique, etc.

5 Dans le réacteur 8, on peut traiter uniquement
des scories finement divisées à faibles teneurs en P_2O_5
soluble et total, bien que l'emploi de scories à forte
teneur en P_2O_5 soluble ne soit pas exclu.

10 Dans le réacteur, ces scories peuvent éventuelle-
ment être mélangées à des sels neutres calciques et/ou
nitrés, encore que l'addition de ces sels puissent avoir
lieu après la phosphatation des scories par le procédé
suivant l'invention.

15 Il est évident que l'invention n'est pas
limitée aux détails décrits plus haut et que de nombreuses
modifications peuvent être apportées à ces détails sans
sortir du cadre de l'invention.

20 Ainsi, au lieu d'utiliser un réacteur 8 et
un granulateur séparés, on peut, sans sortir du cadre
de l'invention, prévoir une seule enceinte, dont une
partie est agencée pour servir de réacteur de phosphata-
tion de scories finement divisées et est donc munie
d'au moins une rampe de pulvérisation 14 et dont le restant
sert de granulateur.

25 De plus, au lieu d'air, on peut utiliser, dans
le cadre de l'invention, un autre gaz, tel que l'azote.

30

35

REVENDEICATIONS

1. Procédé d'obtention de scories d'aciérie phosphatées à forte teneur en P_2O_5 soluble, dans lequel on soumet des scories de préférence pauvres en phosphore, 5 finement divisées, à l'action d'acide phosphorique, caractérisé en ce qu'on traite une masse contenant de telles scories à l'action d'une suspension d'acide phosphorique concentré dans un gaz, de préférence de l'air.

2. Procédé suivant la revendication 1, 10 caractérisé en ce qu'on utilise une suspension d'acide phosphorique concentré, en particulier une solution aqueuse à 70% d'acide phosphorique, sous forme de gouttelettes dispersées dans de l'air que l'on pulvérise sur une masse contenant des scories finement divisées, 15 soumise à un malaxage.

3. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'on utilise une suspension d'acide phosphorique dans de l'air contenant environ 1 litre d'acide phosphorique concentré 20 pour 100 à 400 litres d'air, de préférence 1 litre d'acide phosphorique concentré à 70% de H_3PO_4 pour 200 litres d'air.

4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on 25 pulvérise sur les scories finement divisées une suspension de fines gouttelettes d'acide phosphorique concentré sous une pression comprise entre environ 2 et 15 kg/cm².

5. Procédé suivant la revendication 4, caractérisé en ce que la pression de la ~~suspension~~ de 30 l'acide phosphorique concentré dans de l'air est d'environ 5 à 10 kg/cm².

6. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on 35 récupère la chaleur provenant de la réaction exothermique entre l'acide phosphorique concentré et les scories finement divisées.

7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce qu'on récupère ladite chaleur pour préchauffer l'acide phosphorique concentré avant ou pendant sa mise en suspension dans de l'air.

5 8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on utilise des scories d'une granulométrie moyenne inférieure à 2 millimètres.

10 9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on l'effectue en discontinu.

10 10. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce qu'on l'effectue en continu.

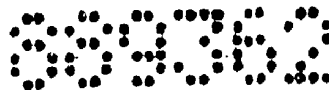
15 11. Procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce que les scories sont phosphatées en présence d'un sel stable de potassium et/ou d'un nitrate stable.

20 12. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce qu'on ajoute un sel de potassium et/ou un sel azoté aux scories phosphatées de manière à obtenir un engrais PK, NP ou NPK.

25 13. Procédé suivant la revendication 9, caractérisé en ce qu'on introduit une masse de scories finement divisées dans une enceinte, on les y soumet à un malaxage intensif et on pulvérise la suspension d'acide phosphorique concentré dans de l'air pendant une courte durée sur ladite masse, après quoi la masse de scories phosphatées est déchargée de l'enceinte
30 et éventuellement granulée.

14. Procédé, en substance, tel que décrit plus haut.

35 15. Installation pour la mise en oeuvre du procédé suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comporte un réacteur pourvu de moyens pour malaxer une masse



contenant des scories d'aciérie finement divisées,
de préférence pauvres en phosphore, et des moyens pour
pulvériser sous pression sur cette masse une suspension d'
acide phosphorique en solution aqueuse concentrée dans un gaz,
5 de préférence de l'air sur ladite masse, ainsi qu'une source
d'acide phosphorique en solution aqueuse concentrée
reliée par une conduite audit réacteur et des moyens
montés en amont du réacteur sur ladite conduite pour
mettre l'acide phosphorique en suspension dans le gaz.

10 16. Installation suivant la revendication 15,
caractérisé en ce que le réacteur est constitué
d'une cuve tronconique ou cylindrique, dont l'axe longi-
tudinal est sensiblement horizontal ou incliné par
rapport à l'horizontale et qui est muni de moyens de
15 malaxage, ainsi que d'au moins une rampe de pulvérisa-
tion de la suspension d'acide phosphorique dans de l'air.

17. Installation suivant la revendication 16,
caractérisée en ce que les moyens de malaxage sont
constitués de pales portées intérieurement par la paroi
20 latérale de la cuve, celle-ci étant équipée de moyens
permettant de la faire tourner autour de son axe.

18. Installation suivant l'une quelconque
des revendications 15 à 17, caractérisée en ce que les
moyens de malaxage sont agencés de manière à faire subir
25 également un mouvement de translation à la masse contenant
des scories finement divisées d'une extrémité à l'autre
du réacteur.

19. Installation suivant l'une quelconque
des revendications 15 à 18, caractérisée ~~en ce qu'elle~~
30 comporte un granulateur de la masse contenant des scories
finement divisées phosphatées dans le réacteur.

20. Installation suivant la revendication 19,
caractérisée en ce que le granulateur est prévu dans
la même enceinte que le réacteur.

35 21. Installation suivant l'une quelconque des
revendications 15 à 20, caractérisée en ce qu'elle

comprend des moyens pour récupérer la chaleur provenant de la réaction exothermique de phosphatation des scories.

5 22. Installation suivant la revendication 21, caractérisée en ce que les moyens de récupération de chaleur sont agencés pour préchauffer l'acide phosphorique et/ou le gaz avant ou pendant la mise en suspension de l'acide phosphorique sous forme de gouttelettes dans l'air sous pression.

10 23. Installation suivant l'une quelconque des revendications 15 à 20, en substance, telle que décrite plus haut, en particulier en référence aux dessins ci-annexés.

15

BRUXELLES, le 24 JUIN 1981

P. pour Société Anonyme
Potasio et Société
Anonyme Baisant-Lambre

20

P. pour BUREAU VANDEB-NAEGHEN

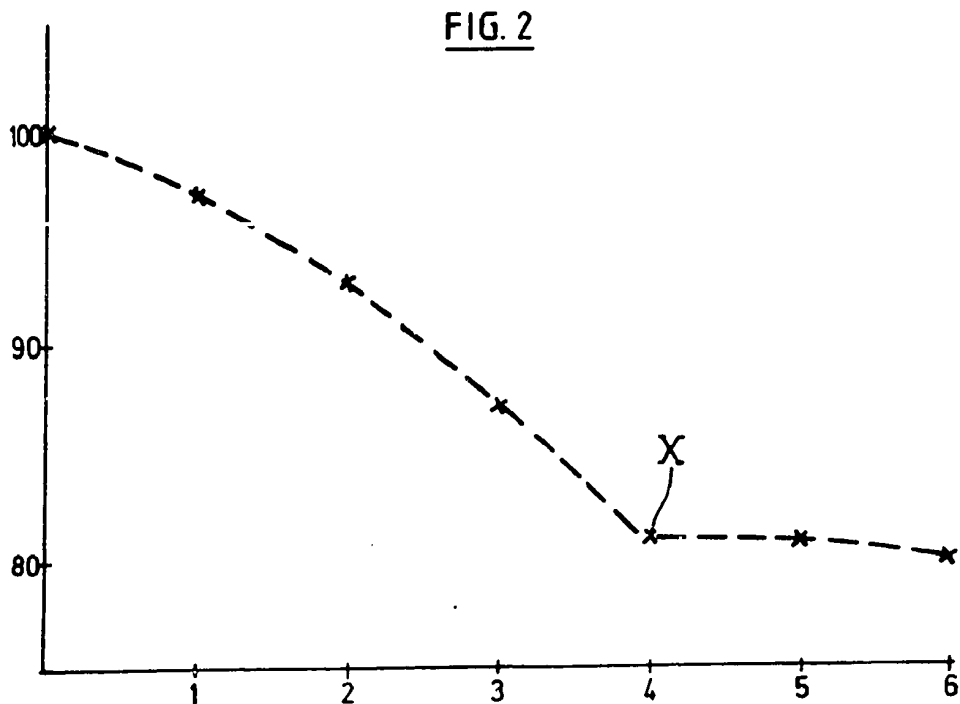
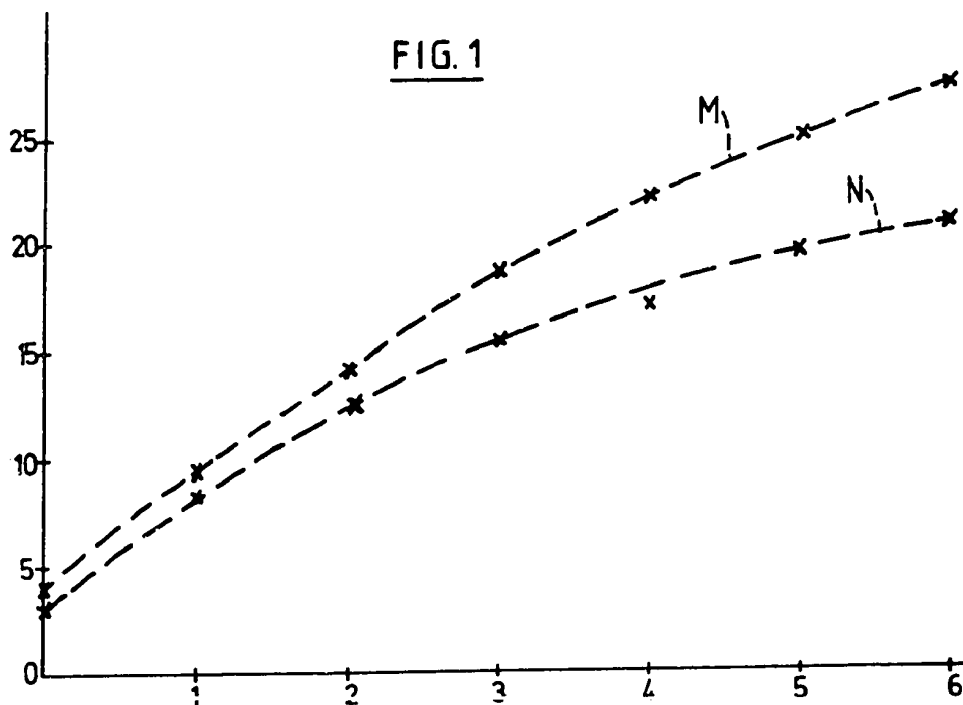
(Signature)

25

30

35

Société Anonyme Potasco
 et Société Anonyme Lainant-Lembre



BRUXELLES, le 24 JUILLET 1981

P. Pour

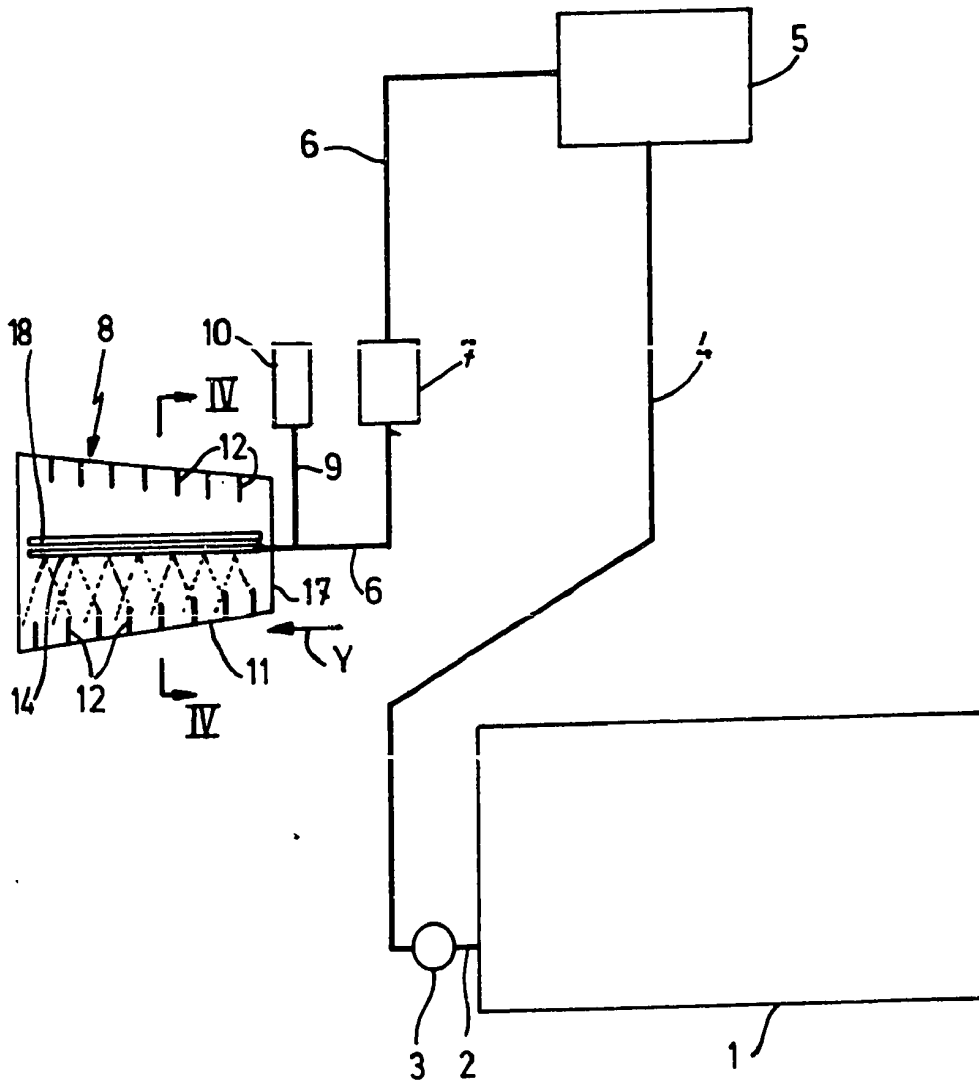
Société Anonyme
 Potasco et Société
 Anonyme Lainant-Lembre

P. Pour BUREAU D'ANDES HAEGHEN

[Handwritten signature]

Société Anonyme Ipatasco
 et Société Anonyme Lainaut-Bruxelles

FIG. 3

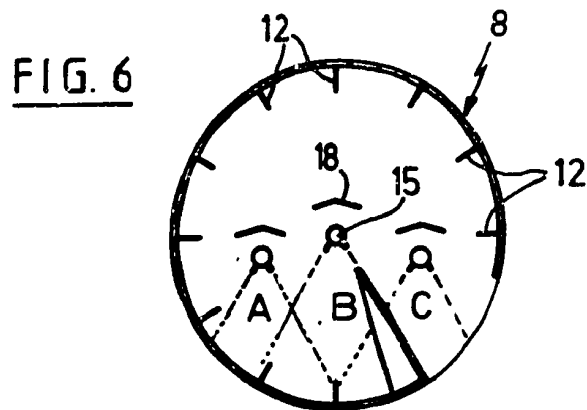
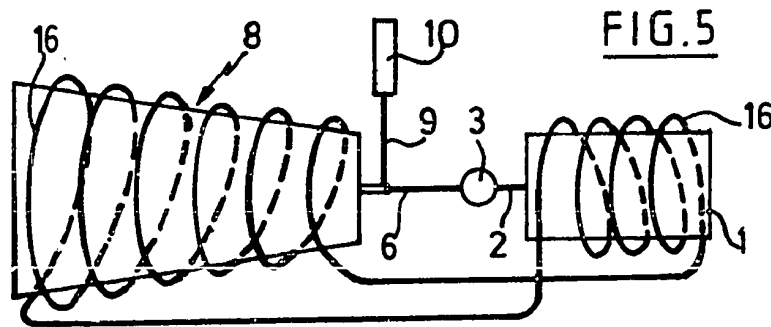
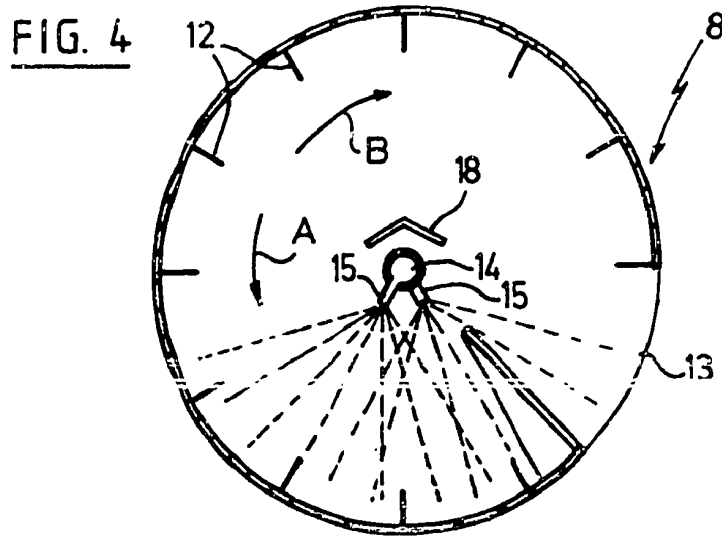


BRUXELLES, le 24 JUIN 1931

P. Pour Société Anonyme
 Ipatasco et Société
 Anonyme Lainaut-Bruxelles
 par MIREAU ANDER HAEGHEM

(Signature)

Société Anonyme Potases
 et *Société Anonyme Sainval*



BRUXELLES, le 24 JUIN 1981

P. pour *Société Anonyme Potases et Société Anonyme Sainval*

P. pour BUREAU ANDER HAEGHEN