

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété
Intellectuelle
Bureau international



(43) Date de la publication internationale
16 février 2006 (16.02.2006)

PCT

(10) Numéro de publication internationale
WO 2006/016079 A2

(51) Classification internationale des brevets :
C07F 9/06 (2006.01)

(21) Numéro de la demande internationale :
PCT/FR2005/050451

(22) Date de dépôt international : 16 juin 2005 (16.06.2005)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :
0451524 13 juillet 2004 (13.07.2004) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :
VICHEM [FR/FR]; 9 Rue du Rif Tronchard, F-38120
FONTANIL CORNILLON (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : NINEUIL,
Guy [FR/FR]; 19 Chemin du Vieux Chêne, F-38240 MEY-
LAN (FR). SIRBA, Thierry [FR/FR]; 1 Allée des Etangs,
F-38240 MEYLAN (FR).

(74) Mandataires : DENJEAN, Eric etc.; Cabinet LAURENT
& CHARRAS, 20 Rue Louis Chirpaz, BP 32, F-69131
ECULLY (FR).

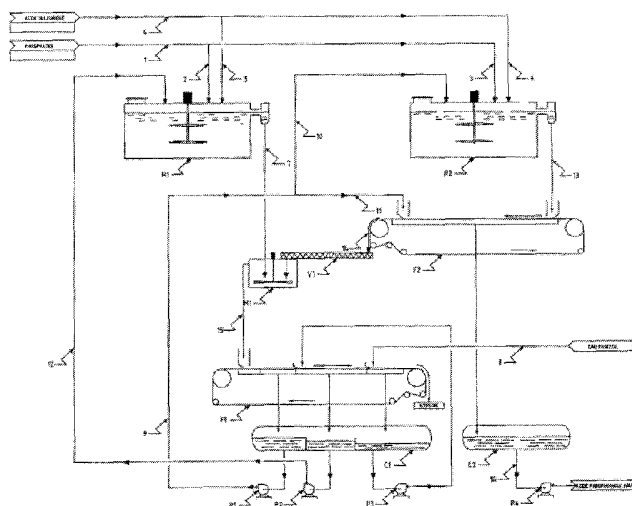
(81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO,
CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB,
GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG,
KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD,
MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,
PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM,
SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN,
YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de
protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH,
GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM,
ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM),
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,
FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO,

[Suite sur la page suivante]

(54) Title: IMPROVED METHOD FOR MAKING PHOSPHORIC ACID

(54) Titre : PROCEDE PERFECTIONNE DE FABRICATION D'ACIDE PHOSPHORIQUE



(57) Abstract: The invention concerns a method for making phosphoric acid comprising, in at least two successive pairs of solid/liq-
uid reactor-separator: in the first reactor, attacking between 60 and 80 % the proportion of tricalcic phosphate with sulphuric acid in
a reaction medium, wherein the water is supplied by the whole amount of water for washing the mixture of the slurry from the first
reactor and the cake extracted from the second liquid/solid separator; reacting in the second reactor, the complement at 100 % of the
proportion of tricalcic phosphate and the amount of sulphuric acid required for the attack, in the presence of all or part of the inter-
mediate phosphoric acid produced and collected by liquid/solid separation of the slurry from the first reactor; finally, by solid/liquid
separation of the slurry derived from the second reactor, collecting the final phosphoric acid produced; in parallel, extracting the
cake formed on the second separator and dispersing same in the slurry derived from the first reactor before liquid/solid separation.

[Suite sur la page suivante]

WO 2006/016079 A2



SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

- sans rapport de recherche internationale, sera republiée dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.

(57) Abrégé : Procédé de fabrication d'acide phosphorique consistant, dans au moins deux couples réacteur-séparateur solide/liquide successifs, : - dans le premier réacteur, à attaquer entre 60 et 80 % du débit de phosphate tricalcique avec de l'acide sulfurique dans un milieu réactionnel, dont l'eau est fournie par la totalité de l'eau de lavage du mélange de la bouillie provenant de ce premier réacteur et du gâteau extrait du second séparateur liquide/solide, - à faire réagir dans le second réacteur, le complément à 100 % du débit de phosphate tricalcique et la quantité d'acide sulfurique nécessaire à l'attaque, en présence de tout ou partie de l'acide phosphorique intermédiaire produit et recueilli par séparation liquide solide de la bouillie provenant du premier réacteur, - enfin, par séparation solide/liquide de la bouillie issue du second réacteur, à recueillir l'acide phosphorique final produit, - parallèlement, à extraire le gâteau formé sur le second séparateur et le disperser dans la bouillie issue du premier réacteur avant séparation liquide/solide.

PROCEDE PERFECTIONNE DE FABRICATION D'ACIDE PHOSPHORIQUE

L'invention concerne un procédé perfectionné de fabrication d'acide
5 phosphorique, ainsi que l'installation pour la mise en oeuvre du procédé.

De manière connue, la fabrication d'acide phosphorique par voie humide consiste à attaquer du phosphate tricalcique avec de l'acide sulfurique en présence d'une solution diluée d'acide phosphorique provenant du lavage
10 du gâteau formé de cristaux de sulfate de calcium (gypse) imprégnés d'acide phosphorique, par de l'eau appelée "eau de procédé". Trois des paramètres essentiels à maîtriser pour la bonne marche du procédé sont les concentrations en P_2O_5 et H_2SO_4 , et le taux de solide dans le milieu. En ce qui concerne ce dernier paramètre, l'expérience a démontré que le taux de
15 solides dans le milieu devait être compris entre 30 et 36 %. Le choix des paramètres relatifs aux concentrations P_2O_5 et H_2SO_4 est quant à lui, essentiellement fonction de la qualité du phosphate à partir duquel est extrait l'acide phosphorique et de la structure de l'installation.

20 En terme de qualité de phosphate, on travaille depuis de nombreuses années à partir de phosphates de qualité moindre, dont la teneur en P_2O_5 est de l'ordre de 30 %, conduisant à produire un acide de teneur égale à 29 % environ de P_2O_5 .

25 En terme d'installation, ont été ou sont exploitées des installations continues à réacteur unique ou multiple.

Le document FR-A-1 125 849 décrit ainsi une installation pour la fabrication d'acide phosphorique comprenant un réacteur unique dans lequel

le taux en P_2O_5 est maintenu à 29 %, pour une concentration en H_2SO_4 d'environ 22 g/l et un taux de solides d'environ 35 %. Le maintien constant de la concentration en P_2O_5 est assuré par le recyclage de la solution d'acide phosphorique diluée recueillie à l'issue des lavages répétés à contre courant
5 du gâteau au niveau du séparateur liquide solide. Par ailleurs, le taux de solides dans le milieu compris entre 30 et 36 % est assuré par recyclage d'une partie de l'acide phosphorique produit. Toutefois, la concentration élevée en P_2O_5 diminue la qualité de la cristallisation et par conséquent l'efficacité de la séparation ultérieure solide/liquide.

10

Pour résoudre ce problème, le document FR-A-2 468 548 décrit un procédé mettant en oeuvre au moins deux réacteurs, dans lesquels la concentration en P_2O_5 dans le premier réacteur est de 1 à 8 % plus faible que dans le second réacteur. Cela signifie en pratique que pour une concentration en
15 P_2O_5 de 29 % dans le second réacteur, la concentration dans le premier réacteur est comprise entre 21 et 28 % de P_2O_5 ce qui engendre une cristallisation de bonne qualité. Après avoir constaté que dans cette fourchette de concentration, l'état de cristallisation des cristaux formés dans la première cuve et introduits dans la seconde cuve n'était pas modifié au
20 contact des réactifs, il devenait évident de traiter la plus grosse proportion possible de phosphate dans le premier réacteur. Pour obtenir parallèlement un taux de solide suffisant dans les deux cuves, il est avantageux d'introduire dans le premier réacteur, outre la majeure partie des flux recyclés (solution d'acide phosphorique diluée obtenue par lavage à contre
25 courant du gâteau issu du second réacteur et éventuellement une partie d'acide produit à 29 % de P_2O_5), environ les 2/3 du débit total de phosphate à attaquer et la quantité nécessaire d' H_2SO_4 . Dans le second réacteur, on introduit la bouillie formée dans le premier réacteur, ainsi que le complément d'attaque et une partie importante de l'acide phosphorique à

29 %, produit par le séparateur liquide solide placé à la sortie du second réacteur. Même si ce type d'installation, en travaillant dans la première cuve à une concentration faible en P_2O_5 permet d'améliorer la qualité des cristaux formés et par conséquent l'efficacité de la filtration ultérieure, elle présente deux inconvénients essentiels. Le premier est de nécessiter, tout comme pour les installations à cuve unique, un recyclage d'une partie de l'acide phosphorique produit permettant d'assurer le maintien du taux de solide, principalement dans la seconde cuve. A temps de séjour égal avec la cuve unique, le volume de la première cuve est égal à $2/3$ de celui de la cuve unique et le volume de la seconde cuve est égal à celui de la cuve unique soit un volume totale de $5/3$. En outre, compte tenu du fait que la totalité des cristaux du premier réacteur est transférée dans le second, il est nécessaire de disposer d'un séparateur liquide solide dont la surface de filtration soit capable de traiter l'ensemble de la bouillie dont le gypse, après essorage, sera imprégné d'acide à la concentration finale de 29 % de P_2O_5 , qu'il faudra reprendre par lavage à contre-courant à l'eau de procédé, comme c'est le cas pour la cuve unique. Enfin, une dégradation des conditions, conduisant par exemple à une dégradation de la cristallisation en deuxième cuve, nécessitera une action avec une grande inertie sur le résultat de par le passage obligé par la première cuve.

Le problème que se propose de résoudre l'invention est d'améliorer le procédé décrit dans le document FR-A-2 468 548 en gardant le principe de la différence des concentrations en P_2O_5 dans chaque cuve mais en mettant en oeuvre deux cuves dont la totalité du volume est identique à celui des cuves uniques, tout en maintenant un même taux de solide dans les deux cuves, à savoir compris entre 30 et 36 % et ce, sans recyclage d'acide phosphorique produit.

Le Demandeur a réussi à solutionner le problème en prévoyant une séparation solide/liquide, avec lavage à contre courant par l'eau de procédé, non pas à l'issue de la seconde cuve mais à l'issue de la première cuve. L'acide phosphorique produit à l'issue de cette séparation contient environ
5 20 % de P_2O_5 et est ensuite transféré dans la seconde cuve. L'acide phosphorique, récupéré par séparation solide /liquide de la seconde bouillie issue du second réacteur, est, quant à lui, à 29 %. Le gâteau obtenu est extrait et mélangé à la bouillie transitant de la première cuve vers le premier séparateur liquide solide. Cela signifie que l'eau de procédé va laver un
10 gâteau provenant de l'essorage de ce mélange, imprégné par un liquide à environ 20 % de P_2O_5 et non à 29 % de P_2O_5 comme c'est le cas dans les documents cités de l'art antérieur. Il s'ensuit que le rendement de lavage du premier gâteau est optimum puisqu'il agit sur du solide dont l'acide d'imprégnation présente une concentration intermédiaire en P_2O_5 (de 5 % à
15 12 % inférieure à celle de l'acide final) permettant d'accroître la concentration en P_2O_5 de l'acide final, pour un résultat au moins équivalent.

En d'autres termes, l'invention a pour objet un procédé de fabrication d'acide phosphorique consistant en continu, dans au moins deux couples
20 réacteur-séparateur solide/liquide successifs, dans lesquels la concentration en P_2O_5 dans le premier réacteur est inférieure à celle du second réacteur :

- dans le premier réacteur agité et maintenu à température constante, à attaquer entre 60 et 80 % du débit de phosphate tricalcique nécessaire avec de l'acide sulfurique dans un milieu réactionnel
25 résultant de cette attaque et comprenant du sulfate de calcium hydraté dispersé dans une solution diluée d'acide phosphorique, dont l'eau est fournie par la totalité de l'eau de lavage à contre-courant du gâteau obtenu par séparation liquide solide sur un premier séparateur, du mélange de la bouillie provenant de ce premier

réacteur et du gâteau extrait du second séparateur liquide/solide, la totalité de l'eau de lavage correspondant à la quantité d'eau nécessaire à l'obtention de la concentration souhaitée en P_2O_5 dans la solution finale d'acide phosphorique,

- 5 - à faire réagir dans le second réacteur agité et maintenu à température constante, le complément à 100 % du débit de phosphate tricalcique et la quantité d'acide sulfurique nécessaire à l'attaque, en présence de tout ou partie de l'acide phosphorique intermédiaire produit et recueilli par séparation liquide solide sur le premier séparateur du
- 10 mélange de la bouillie provenant du premier réacteur et du gâteau extrait du second séparateur, l'acide phosphorique produit, ayant une concentration en P_2O_5 intermédiaire entre la teneur en P_2O_5 du premier réacteur et celle du second réacteur,
- 15 - enfin, par séparation solide/liquide de la bouillie issue du second réacteur sur un second séparateur, à recueillir l'acide phosphorique final produit présentant la concentration optimale en P_2O_5 ,
- 20 - parallèlement, à extraire le gâteau formé sur le second séparateur et le disperser dans la bouillie issue du premier réacteur avant séparation liquide/solide sur le premier séparateur.

20

En pratique, le taux de solide dans les deux cuves est maintenu proche de l'optimum, c'est à dire compris entre 30 et 36 % pour une concentration en P_2O_5 de l'acide final comprise entre 27 et 33 %, tout en tenant compte du bilan eau et P_2O_5 de l'ensemble attaque-séparation et de la qualité des

25 phosphates, en introduisant dans le premier réacteur entre 65 et 70 % du débit de phosphate tricalcique nécessaire à la réaction, le complément à 100 % étant introduit dans le second réacteur.

Selon une première caractéristique du procédé, la concentration en P_2O_5 du premier réacteur est de 5 à 12 % inférieure à celle du second réacteur. En pratique, la teneur en P_2O_5 du second réacteur est d'environ 29 % et correspond à la teneur en P_2O_5 de la solution d'acide phosphorique finale, tandis que la concentration en P_2O_5 du premier réacteur est d'environ 20 %.

Du fait, comme déjà dit, de l'absence de recyclage d'acide phosphorique produit présentant une concentration en P_2O_5 donnée vers l'un et ou l'autre des réacteurs dans lequel la concentration en P_2O_5 serait identique, autrement dit en l'absence de recyclage d'acide phosphorique de même densité vers chaque réacteur, la concentration en P_2O_5 de l'acide phosphorique produit par le premier réacteur est la plus basse possible et ce, en maintenant un taux de solide compatible (30 % à 36 %). Il s'ensuit que l'acide sulfurique résiduel libre dans le premier réacteur est augmenté de manière optimale à 35 g/l, voire 50 g/l, en fonction de la réactivité et/ou la granulométrie des phosphates utilisés pour obtenir une cristallisation du premier gypse optimale.

En outre, pour un temps de séjour donné, l'absence de recyclage de l'acide phosphorique produit permet de prévoir un premier réacteur présentant un volume réduit.

Comme déjà dit, on introduit dans le second réacteur 20 à 40 %, avantageusement 30 à 35 % du phosphate tricalcique nécessaire à la réaction, en présence d'une quantité d'acide sulfurique telle, que l'on obtienne une teneur en acide sulfurique libre, en pratique de l'ordre de 20 – 30 g/l, cette valeur étant fonction de la qualité du phosphate. Selon l'invention, l'introduction de l'acide phosphorique produit par le premier réacteur, dans le second réacteur combiné au phosphate tricalcique

complémentaire, et ce, sans ajout de liquide supplémentaire, permet de maintenir un taux de solide dans le second réacteur compris entre 30 et 36 %.

- 5 Dans un premier mode de réalisation, la totalité de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur est introduit dans le second réacteur.

Dans un second mode de réalisation, pour améliorer davantage encore le
10 rendement du procédé de l'invention, on introduit une partie seulement de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur dans le second réacteur, la partie restante étant utilisée pour extraire le liquide d'imprégnation du gâteau obtenu après séparation liquide/solide, sur le second séparateur, de la bouillie issue du second réacteur. En pratique, le
15 liquide d'imprégnation est à 29% de P_2O_5 , tandis que l'acide phosphorique issu du premier couple séparateur est à environ 20 % de P_2O_5 . Cette opération permet ainsi de récupérer un maximum d'acide phosphorique de concentration finale à 29 % de P_2O_5 . Le gâteau final est ensuite mélangé avec la bouillie du premier réacteur.

20

En pratique, environ 90 % de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur est introduit dans le second réacteur, le complément étant utilisé pour l'extraction d'une partie du liquide d'imprégnation du gâteau obtenu après séparation liquide/solide de la
25 bouillie issue du second réacteur, sans dilution notable de l'acide final.

Le gypse produit à la sortie du filtre du second réacteur est de moindre qualité et de quantité proche de la moitié du gypse produit dans le premier réacteur. Le résultat du mélange bouillie du premier réacteur / gâteau du

second réacteur, est ensuite essoré puis lavé par l'eau du procédé. Le Demandeur a constaté que le gypse lavé donnait les meilleurs rendements soluble-eau à surface de filtration équivalente pour une même production d'acide phosphorique. De plus, le mélange entre la bouillie du premier
5 réacteur et le gâteau du second séparateur aura une concentration proche de celle de l'acide produit au niveau du premier réacteur du fait de la répartition voisine de 2/3-1/3 entre les deux couples réacteurs-filtres. Ce mélange de la bouillie avec le gâteau du second séparateur permet de disperser ledit gâteau de manière homogène sur le premier séparateur et de
10 faciliter ainsi le processus de filtration, au cours duquel on effectue le lavage à contre-courant (2 lavages, voire 3 lavages).

Selon une autre caractéristique importante du procédé, l'absence de recyclage de solution à 29 % de P_2O_5 , permet, pour un temps de séjour
15 donné, de prévoir un second réacteur de faible volume, en pratique représentant 1/3 du volume du premier réacteur.

Avantageusement, la température de la bouillie contenue dans le premier réacteur est comprise entre 82 à 85°C tandis que celle de la bouillie
20 contenue dans le second réacteur est comprise entre 75 à 80°C.

L'un des avantages du procédé de l'invention est que le fonctionnement des deux couples réacteur-séparateur est fortement décorrélé et toute dégradation des conditions de fonctionnement, notamment celle du second
25 couple (la plus sujette aux dégradations opératoires, par exemple une mauvaise cristallisation, d'où une difficulté importante à gérer le bilan d'eau) aura une faible incidence sur le fonctionnement global de l'installation de la production, du fait que le premier couple n'aura été que peu influencée par ces dégradations et que seulement 30 à 35 % de la

totalité du phosphate est traité dans ce second couple. Plus généralement, il est possible de rattraper un départ de dégradation de la cristallisation du réacteur du second couple en suivant la filtrabilité sur le filtre correspondant, et selon, en modifiant uniquement les paramètres sur le
5 second réacteur avant de perturber significativement les conditions du premier couple réacteur séparateur, dont le rôle est prépondérant.

L'invention concerne également une installation pour la mise en oeuvre du procédé perfectionné de production d'acide phosphorique décrit ci-avant. En
10 pratique, l'installation comprend deux couples réacteur-séparateur respectivement :

- un premier couple constitué d'un réacteur de volume V associé à un séparateur de surface S
- un second couple constitué d'un réacteur de volume $V/3$ associé à un
15 séparateur de surface S' environ égale à 25 % de S .

En terme de volume et de surface, les deux cuves ont un volume total équivalent à celui de la cuve unique décrite dans le document
FR-A-1 125 849 et les deux filtres ont une surface totale au plus égale à
20 celle décrite dans le document FR-A-2 468 548.

Dans le mode de réalisation selon lequel le gâteau obtenu après séparation liquide/solide de la bouillie issue du second réacteur n'est pas lavé par l'acide phosphorique produit par le premier couple, le premier séparateur
25 est un filtre sous-vide, à bande ou à table tournante et le second séparateur est avantageusement un filtre sous vide, voire un décanteur, une centrifugeuse ou tout autre type destiné à ce genre d'opération de séparation solide – liquide.

Lorsque le gâteau obtenu après séparation liquide/solide de la bouillie issue du second réacteur est lavé par une partie de l'acide produit par le premier couple, le second séparateur est nécessairement un filtre sous-vide.

- 5 Par ailleurs, l'installation est, dans tous les cas, équipée d'un mélangeur intercalé entre le premier réacteur et le premier séparateur et dans lequel est introduit la bouillie issue du premier réacteur et le solide épaissi issu du second séparateur.
- 10 L'un des avantages de l'installation est d'avoir la possibilité de dégoutoter des installations existantes, moyennant un investissement réduit et permettant notamment de compenser très efficacement un changement de la nature des roches phosphatiques vers des teneurs en P_2O_5 plus faibles que celles préconisées préalablement lors de la conception de l'unité.
- 15 L'invention et les avantages qui en découlent ressortiront bien de l'exemple de réalisation suivant à l'appui de la figure annexée.

La figure 1 représente l'installation permettant la mise en oeuvre du procédé
20 de l'invention.

Comme le montre cette figure, l'installation comprend deux réacteurs (R1) et (R2), le réacteur (R1) étant séparé du réacteur (R2) par un filtre sous-vide (séparateur) (F1), un filtre sous-vide (F2) étant lui-même installé en aval du
25 second réacteur. Entre le réacteur (R1) et le filtre (F1), est positionné un mélangeur (M1) communiquant à la fois avec le réacteur (R1), le filtre sous-vide (F1) et le filtre sous-vide (F2). En pratique, le volume du réacteur (R2) représente 30 à 40 % du volume du réacteur (R1), tandis que la surface

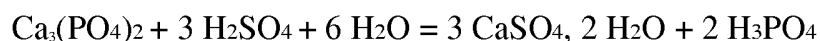
de filtration du filtre (F2) représente environ 25 % de la surface de filtration du filtre (F1).

L'installation et son fonctionnement vont maintenant être décrits en détails.

5

On introduit, dans la cuve (R1), 65 % de roche phosphate broyée (1, 2) ainsi qu'une solution d'acide sulfurique (5) dans une proportion telle que la teneur en acide sulfurique libre dans R1 soit égale à environ 35 g/l. Dans le réacteur (R2), on introduit 35 % de roche phosphate broyée (3), de même qu'une solution d'acide sulfurique (6) dans une proportion telle que la teneur en acide sulfurique libre dans R2 soit de 25 g/l environ. Le temps de séjour des espèces chimiques dans R1 et R2 doit être suffisant pour assurer l'état final de la cristallisation de sulfate de calcium dihydraté suivant la réaction suivante :

15



La concentration en P_2O_5 dans la première cuve est d'environ 20 % tandis qu'elle est de 29 % dans la seconde cuve.

20

On mélange dans M1, la bouillie (7) formée dans le réacteur (R1) avec le gâteau (14) issu du filtre F2. On alimente alors le filtre (F1) par ce mélange (15) où il est essoré par le vide, puis lavé en deux ou trois étapes à contre-courant par de l'eau de procédé (8) correspondant à la quantité nécessaire à la production de l'acide final de teneur en P_2O_5 souhaitée.

25

Environ 90 % de l'acide produit (9) provenant de F1 est envoyé dans le réacteur (R2), le complément à 100 % étant envoyé vers le filtre (F2). L'eau

de lavage (12) comprenant de l'acide phosphorique, récupérée sous le filtre (F1), est envoyée au moyen d'une pompe (P2) dans le réacteur (R1).

En pratique, le gâteau sortant du filtre (F1) contient entre 15 et 30% d'eau
5 sous forme libre, selon la qualité des phosphates utilisés.

La bouillie (13) formée dans le réacteur (R2) alimente le filtre (F2) où elle est tout d'abord essorée puis lavée par la mineure partie (11) de l'acide phosphorique produit et récupéré dans le filtre (F1). L'acide produit (16)
10 correspond à l'acide final avec la teneur en P_2O_5 souhaitée. Parallèlement, le gâteau est évacué par un transporteur (V1) vers M1 où il est mélangé avec la bouillie (7) issue du réacteur (R1). Le mélange entre la bouillie du premier réacteur et du gâteau du second séparateur aura une concentration proche de celle de l'acide produit au niveau du premier séparateur du fait de
15 la répartition voisine de 2/3- 1/3 entre les deux couples de réacteurs séparateurs. En conséquence, le gâteau qui est évacué du second filtre a un acide d'imprégnation intermédiaire plus proche en concentration en P_2O_5 de celui de la bouillie issue du premier réacteur que de celui de l'acide final, soit entre 20% et 22 %. Ce mélange de la bouillie avec le gâteau du second
20 séparateur permet de disperser ledit gâteau de manière homogène sur le premier séparateur et de faciliter ainsi le processus de filtration, au cours duquel on effectue le lavage à contre-courant (2 lavages, voire 3 lavages).

Les avantages de l'invention ressortent bien de la description qui précède la
25 forte indépendance de fonctionnement entre les deux couples, une grande fiabilité de fonctionnement, gage de production, de productivité et de rendement en P_2O_5 constants dans le temps.

REVENDICATIONS

- 1/ Procédé de fabrication d'acide phosphorique consistant en continu, dans au moins deux couples réacteur-séparateur solide/liquide successifs, dans
- 5 lesquels la concentration en P_2O_5 dans le premier réacteur est inférieure à celle du second réacteur :
- dans le premier réacteur, à attaquer entre 60 et 80 % du débit de phosphate tricalcique nécessaire avec de l'acide sulfurique dans un milieu réactionnel résultant de cette attaque et comprenant du sulfate
 - 10 de calcium hydraté dispersé dans une solution diluée d'acide phosphorique, dont l'eau est fournie par la totalité de l'eau de lavage à contre-courant du gâteau obtenu par séparation liquide solide, sur un premier séparateur, du mélange de la bouillie provenant de ce premier réacteur et du gâteau extrait du second séparateur
 - 15 liquide/solide, la totalité de l'eau de lavage correspondant à la quantité d'eau nécessaire à l'obtention de la concentration souhaitée en P_2O_5 dans la solution finale d'acide phosphorique,
 - à faire réagir dans le second réacteur, le complément à 100 % du débit de phosphate tricalcique et la quantité d'acide sulfurique
 - 20 nécessaire à l'attaque, en présence de tout ou partie de l'acide phosphorique intermédiaire produit et recueilli par séparation liquide solide sur le premier séparateur du mélange de la bouillie provenant du premier réacteur et le gâteau extrait du second séparateur, l'acide phosphorique produit, ayant une concentration en P_2O_5 intermédiaire
 - 25 entre la teneur en P_2O_5 du premier réacteur et celle du second réacteur,
 - enfin, par séparation solide/liquide de la bouillie issue du second réacteur sur un second séparateur, à recueillir l'acide phosphorique final produit présentant la concentration optimale en P_2O_5 ,

- parallèlement, à extraire le gâteau formé sur le second séparateur et le disperser dans la bouillie issue du premier réacteur avant séparation liquide/solide sur le premier séparateur.

5 2/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la totalité de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur est introduit dans le second réacteur.

10 3/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit une partie seulement de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur dans le second réacteur, la partie restante étant utilisée pour extraire le liquide d'imprégnation du gâteau obtenu après séparation liquide/solide de la bouillie issue du second réacteur.

15 4/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit environ 90 % de l'acide phosphorique produit dans le premier couple réacteur-séparateur dans le second réacteur, le complément étant utilisé pour l'extraction d'une partie du liquide d'imprégnation du gâteau obtenu après séparation liquide/solide de la bouillie issue du second réacteur.

20

5/ Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on introduit dans le premier réacteur entre 65 et 70 % du débit de phosphate tricalcique nécessaire à la réaction, le complément à 100 % étant introduit dans le second réacteur.

25

6/ Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que le taux de solide dans les deux réacteurs est compris entre 30 et 36 % pour une concentration en P_2O_5 de l'acide final comprise entre 27 et 33 %.

- 7/ Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la concentration en P_2O_5 du premier réacteur est de 5 à 12 % inférieure à celle du second réacteur.
- 5 8/ Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que la concentration en P_2O_5 du second réacteur est d'environ 29 %, tandis que la concentration en P_2O_5 du premier réacteur est d'environ 20 %.
- 9/ Procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que
- 10 le taux d'acide sulfurique libre dans le premier réacteur est compris entre 35 et 50 g/l, tandis que le taux d'acide sulfurique libre, dans le second réacteur, est compris entre 20 et 30 g/l.
- 10/ Procédé selon l'une des revendications précédentes caractérisé en ce
- 15 que la température optimale de la bouillie contenue dans le premier réacteur est comprise entre 82 à 85°C tandis que celle de la bouille contenue dans le second réacteur est comprise entre 75 à 80°C.
- 11/ Installation pour la mise en œuvre du procédé objet de l'une des
- 20 revendications 1 à 10.

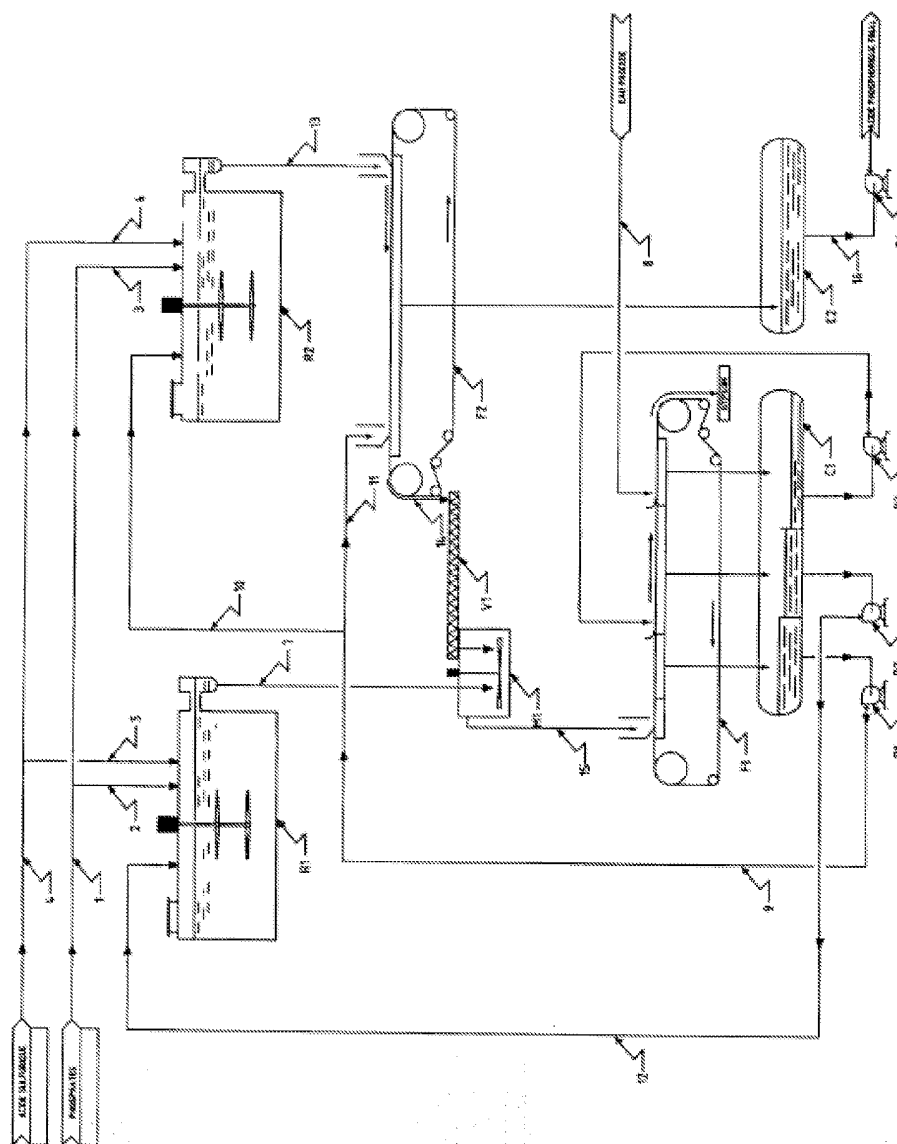


Figure 1