

TN

SN91059A1

REPUBLIQUE TUNISIENNE

----- * -----

INSTITUT NATIONAL DE LA NORMALISATION ET DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

DEPARTEMENT DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE

10 BIS, RUE IBN EL JAZZAR - 1002 TUNIS BELVEDERE - TEL : 785.922 - FAX 781.563 - TELEX ; INORPI 13602 TN

----- * -----

REGISTRE D'ARRIVEE DES DEMANDES DE BREVETS D'INVENTION

----- * -----

RECEPISSE DE DEPOT D'UNE DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

----- * -----

DATE D'ARRIVEE DE LA DEMANDE **1991.07.18** Heure : **09H05mn** No D'INSCRIPTION **SN91.059**

LE PRESIDENT DIRECTEUR GENERAL DE L'INSTITUT NATIONAL DE LA NORMALISATION ET DE LA PROPRIETE INDUSTRIELLE
ATTESTE AVOIR ACCUSE DE : **SOCIETE ARABE DES ENGRAIS PHOSPHATES ET AZOTES "SAEPA" SOCIETE IN
D'ACIDE PHOSPHORIQUE ET D'ENGRAIS "SIAPE"**

Adresse : **BP 79 10, RUE HABIB CHAGRA GABES TUNISIE BP 79 10, RUE HABIB CHAGRA GABES TUNIS**

Represente par **ABOULHASSEN CHARFI**

Adresse **BP 79 10, RUE HABIB CHAGRA GABES TUNISIE**

RECEPTION, AUX DATE ET HEURE SUS-INDIQUEES, DES PIECES SUIVANTES :

- UNE DEMANDE VISANT A L'OBTENTION D'UN BREVET D'INVENTION DE : **VINGT ANS**

ayant pour titre : **PROCEDE DE REDUCTION DES METAUX LOURDS DANS L'ACIDE
PHOSPHORIQUE**

ET POUR INVENTEUR (S) : **ABOULHASSEN CHARFI , HASSEN CHEKIR , NOUREDDINE TRABELSI , BECHIR CHEIKHROU
SADOK JALLELI ,**

- DEUX EXEMPLAIRES EN FRANCAIS DE LA DESCRIPTION DE L'INVENTION OBJET DE LA DEMANDE.

- UN BORDEREAU DES PIECES DEPOSEES

- LA PIECE JUSTIFICATIVE DU PAIEMENT DES REDEVANCES PRESCRITES EN MATIERE DE DEPOT.

- UN POUVOIR

LE DEPOSANT

LE PRESIDENT DIRECTEUR GENERAL



* MEMOIRE DESCRIPTIF *

L'acide phosphorique traité suivant le procédé objet de cette invention est destiné à la fabrication de phosphate bicalcique (qualités alimentaires et autres) et aux engrais phosphatés à faible teneur en métaux lourds .

La présente invention a pour objet de réduire les teneurs en métaux lourds dans l'acide phosphorique et particulièrement le Cadmium , le Cuivre , l'Arsenic , le Mercure et le plomb .

Cette invention se caractérise par l'utilisation d'un acide chargé en matières solides (0,5 à 3 % en poids) . Ces dernières , composées principalement de sulfate de calcium hémi-hydrate et des fluosilicates , assurent efficacement la séparation des complexes formés .

Cette invention permet de réduire en un seul stade les métaux lourds de l'acide phosphorique en le mettant en contact suivant un mode particulier avec :

- Soit O-organyl dithiocarbonate de sodium ou de potassium correspondant à la formule générale [ROCSSNa] ou [ROCSSK] dans laquelle R représente principalement le groupe alkyl .

- Soit O,O-diorganyl dithiophosphate de sodium ou de potassium appelé encore sel alcalin de l'ester d'acide diorganyl dithiophosphorique correspondant à la formule générale [(RO)2PSSNa] ou [(RO)2PSSK] dans lesquelles R représente principalement les groupes alkyl et cycloalkyl .

- Soit dialkyl dithiophosphinate de sodium ou de potassium correspondant aux formules générales [R2PSSNa] ou [R2PSSK] dans lesquelles R représente principalement le groupe alkyl .

Notons que ces sels alcalins indiqués ci-dessus sont plus stables que leur acide correspondant dans un milieu fortement acide .

Comme il a été déjà indiqué , cette invention se caractérise entre autre par un mode spécifique d'addition du réactif à l'acide phosphorique . Ce mode se présente comme suit : le réactif est injecté sous pression à co-courant avec l'acide phosphorique dans une ou plusieurs colonnes . Par cette voie on n'utilise pas le système d'agitation et par conséquent on évite le dégagement de gaz gênant au niveau des bacs de mélange .

La réaction réalisée suivant ce procédé s'effectue d'une façon instantanée (temps de contact strictement inférieur à cinq minutes) .

La température de l'acide à traiter peut varier de 10 à 80°C .

Les acides phosphoriques traités ont des concentrations qui varient de 16 à 75 % P2O5 .

Les complexes de métaux lourds formés avec le réactif sont séparés par centrifugation , filtration ou décantation .

La consommation spécifique en réactif dépend de la concentration de l'acide phosphorique en métaux lourds et de son état d'oxydation .

Cette consommation varie suivant la nature du réactif utilisé comme indiqué ci-dessous :

10	NATURE DU REACTIF	CONSOMMATION PRATIQUEE (g/Kg P205)
	O-organyl dithiocarbonate de Na ou de K	4 à 10
15	O,O-diorganyl dithiophosphate de Na ou de K	0,9 à 5
	Dialkyl dithiophosphinate de Na ou de K	1 à 4
20		

(Tableau N° 1)

Notons que cette consommation spécifique dépend de la masse molaire du réactif et de sa concentration .

* EXEMPLES *

Les exemples cités ci-dessous à titre indicatif illustrent l'invention en objet sans toute fois en limiter le domaine de son application .

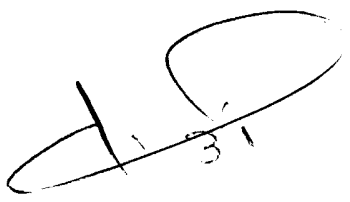
Dans les exemples 2 , 3 et 5 ; le réactif en solution à environ 50 % est injecté à l'aide d'une pompe doseuse dans une batterie de colonnes à travers lesquelles circule de l'acide phosphorique à 65°C . Après un temps de contact n'excédant pas 5 minutes les complexes de métaux lourds formés avec le réactif sont séparés par filtration . (Voir résultats sur tableau N° 2) .

L'exemple N° 1 a été mené dans les mêmes conditions que celles des exemples 2 , 3 et 5 mais la séparation des complexes des métaux lourds avec le réactif a été réalisé par décantation .

Dans l'exemple N° 4 le réactif à l'état solide est mis en solution à raison de 30 % en poids puis utilisé comme indiqué dans les exemples 2 , 3 et 5 .

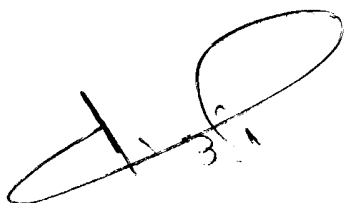
EXEMPLE N°	NATURE DU REACTIF	Taux des matieres solides dans l'acide (%)	Consommation spécifique en reactif (g/Kg P205)	Teneurs en métaux lourds dans l'acide traité (ppm)		
				Cd	As	Cu
1	Diéthyl dithiophosphate de sodium	1,5	1,8	3	Inf. à 1	Inf. à 1
2	Disobutyl dithiophosphate de sodium	0,8	2,2	1	Inf. à 1	Inf. à 1
3	Disobutyl dithiophosphate de sodium	1,0	2,0	Inf. à 1	Inf. à 1	Inf. à 1
4	Amyl dithiocarbonate de sodium	1,3	6,0	4	Inf. à 1	Inf. à 1
5	Disobutyl dithiophosphinate de sodium	1,1	2,5	2	Inf. à 1	Inf. à 1

(TABLEAU N°2)



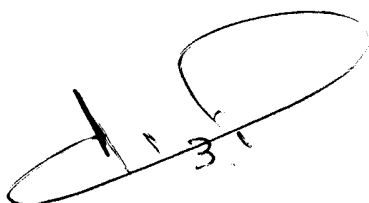
Les exemples 1 , 2 , 4 et 5 ont été réalisés avec un
acide phosphorique titrant : 53,5 % P2O5 ; 48 ppm Cd ;
4 ppm Cu et 2 ppm As .

L'exemple 3 a été mené moyennant un acide phosphorique
5 titrant : 26,3 % P2O5 ; 22 ppm Cd ; 2 ppm Cu ; 1 ppm As .

A handwritten signature or mark, possibly a stylized 'S' or 'P', with some illegible text underneath.

*** REVENDICATIONS ***

- 1 - Procédé relatif à la réduction des métaux lourds en particulier le Cadmium , le Cuivre , l'Arsenic , le Mercure et le Plomb de l'acide phosphorique de voie humide , chargé en matières solides caractérisé par l'injection d'un sel alcalin d'ester d'acide dithiocarbonique ou d'ester d'acide dithiophosphorique ou encore d'acide dithiophosphonique dans une ou plusieurs colonnes suivie d'une séparation des complexes des métaux lourds formés .
- 2 - Procédé selon la revendication 1 , caractérisé par le fait qu'on utilise comme réactif soit O-organyl dithiocarbonate de sodium ou de potassium , soit O,O-diorganyl dithiophosphate de sodium ou de potassium , soit dialkyl dithiophosphinate de sodium ou de potassium .
- 3 - Procédé selon les revendications 1 et 2 , caractérisé par le fait que la réaction entre le réactif et les métaux lourds de l'acide phosphorique se réalise d'une façon instantannée avec un temps de contact ne dépassant pas cinq minutes .
- 4 - Procédé selon les revendications 1 à 3 , caractérisé par le fait qu'on utilise un acide chargé en matières solides (0,5 à 3 % en poids) telqu'il se présente à la sortie des unités de production .
- 5 - Procédé selon les revendications 1 à 4 , caractérisé par le fait que le réactif est injecté sous pression à co-courant avec l'acide phosphorique dans une ou plusieurs colonnes en série .
- 6 - Procédé selon les revendications 1 à 5 , caractérisé par le fait qu'on utilise le réactif à raison de 0,9 à 10 g/Kg P205 et ce suivant la nature et les spécifications du réactif d'une part et de la composition chimique de l'acide phosphorique brut à traiter d'autre part .
- 7 - Procédé selon les revendications 1 à 6 , caractérisé par le fait qu'on traite un acide phosphorique de voie humide titrant de 16 à 75 % P205 .
- 8 - Procédé selon les revendications 1 à 7 , caractérisé par le fait que la réaction du réactif avec l'acide phosphorique se réalise à des températures de 10 à 80°C .
- 9 - Procédé selon les revendications 1 à 8 , caractérisé par le fait que les complexes des métaux lourds formés avec le réactif sont séparés par centrifugation , filtration ou décantation .



*** RESUME ***

Cette invention a pour objet la réduction des teneurs en métaux lourds et particulièrement le Cadmium , le Cuivre , l'Arsenic , le Plomb et le Mercure dans l'acide phosphorique de voie humide .

le réactif est un sel alcalin d'un des trois types suivant :

- * O-organyl dithiocarbonate de sodium ou de potassium .
- * O,O-diorganyl dithiophosphate de sodium ou de potassium .
- * Dialkyl dithiophosphinate de sodium ou de potassium .

Le réactif est injecté sous pression à co-courant dans une ou plusieurs colonnes d'acide phosphorique brut chargé en matières solides tel qu'il se présente à la sortie des unités de production.

La réaction s'effectue d'une façon instantanée et les complexes formés sont séparés par centrifugation , filtration ou décantation .

