

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế liên quan đến quy trình xử lý quặng silic không sulfua, chẳng hạn như quặng phosphat silic, và chế phẩm chất tuyển được sử dụng phù hợp trong quy trình đó.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Tuyển nổi là quá trình hoá lý được sử dụng để tách hạt chất khoáng được xem là có giá trị kinh tế ra khỏi phần được xem là chất thải. Quá trình này dựa vào bọt khí có khả năng gắn một cách chọn lọc vào những hạt trước đó được biến thành kỵ nước. Khi đó các tổ hợp hạt-bọt nổi lên đi vào pha bọt được tách ra từ buồng tuyển nổi, trong khi các hạt ưa nước vẫn nằm trong buồng tuyển nổi. Tính chất kỵ nước của hạt là do các hoá chất đặc biệt được gọi là chất tuyển gây ra. Trong các hệ thống tuyển nổi trực tiếp, các chất khoáng có giá trị kinh tế được biến thành kỵ nước dưới tác dụng của chất tuyển. Tương tự, trong các hệ thống tuyển nổi ngược, chất tuyển tạo tính chất kỵ nước cho những hạt khoáng được xem là chất thải. Hiệu quả của quá trình tách được định lượng về khả năng thu hồi và phẩm cấp. Khả năng thu hồi chỉ tỉ lệ phần trăm sản phẩm có giá trị có trong quặng được tách ra đi vào dòng đậm đặc sau khi tuyển nổi. Phẩm cấp chỉ tỉ lệ phần trăm sản phẩm có giá trị kinh tế trong dòng đậm đặc sau khi tuyển nổi. Giá trị cao hơn của khả năng thu hồi hoặc phẩm cấp chỉ ra hệ thống tuyển nổi có hiệu quả cao hơn. Thông thường để một chất tuyển được quan tâm về mặt thương mại khi ứng dụng, cần đạt phẩm cấp tối thiểu và với phẩm cấp tối thiểu đó cần có khả năng thu hồi càng cao càng tốt. Trong các chế phẩm chất tuyển, thường thì chất tuyển thứ cấp chịu trách nhiệm cải thiện khả năng thu hồi, hiệu quả, đặc trưng tạo bọt, v.v., và chất tuyển sơ cấp chịu trách nhiệm về độ chọn lọc.

DE 4016792 bộc lộ, giống như DE 4010279 và DE 4133063, quy trình xử lý quặng silic không sulfua bằng quy trình tuyển nổi. Theo DE 792, với vai trò chế phẩm chất tuyển, hỗn hợp gồm các este của axit đicacboxylic và monoalkylamit axit béo được sử dụng, tùy ý kết hợp với các chất hoạt động bề mặt anion hoặc

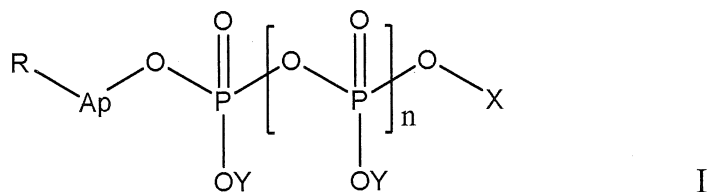
không ion khác. Theo, DE 279, với vai trò chế phẩm chất tẩy, các axit đicacboxylic N alkylmonoamit được sử dụng, tùy ý kết hợp với các chất hoạt động bề mặt anion hoặc không ion khác. Theo DE '063 các eteamin với ít nhất một thành phần chất cùng tẩy anion hoặc không ion được sử dụng làm chế phẩm chất tẩy. Các công thức theo sau XVII và XVIII trong DE'792 các alkylphosphat và alkyletephosphat là một tùy chọn (trong số nhiều phương án) của các hợp chất có thể được sử dụng như thành phần chất tẩy như vậy (tùy chọn hoặc phụ). Việc sử dụng các hợp chất phosphat làm chất tẩy sơ cấp không được bộc lộ hoặc gợi ý trong bất kỳ trong số các tài liệu này. Không có ví dụ bất kỳ về việc sử dụng thành phần pyrophosphat trong chế phẩm chất tẩy được trình bày, và cũng không bộc lộ hoặc gợi ý rằng phosphat alkyl hóa hai lần hoặc nhiều hơn dẫn đến lợi ích trong quá trình tẩy nổi.

EP 544185 bộc lộ quy trình xử lý quặng silic không sulfua bằng cách sử dụng chế phẩm chất tẩy chứa chất tẩy sơ cấp là sulfosuccinat và tùy ý là chất hoạt động bề mặt khác còn có thể được chọn từ một nhóm nhiều khả năng và cũng bao gồm alkyl phosphat hoặc alkyletephosphat. Việc sử dụng hợp chất phosphat làm chất tẩy sơ cấp không được bộc lộ hoặc gợi ý trong EP 544185. EP 544185 còn không bộc lộ các hợp chất alkylđiphosphat, alkyltriphosphat hoặc alkyltetraphosphat. Không có ví dụ nào của EP 544185 về việc sử dụng phosphat trong chế phẩm chất tẩy, và cũng không có khác biệt giữa các hợp chất phosphat khác nhau được gợi ý.

GB 1093504 bộc lộ quy trình xử lý quặng silic bằng cách sử dụng hợp chất chứa nguyên tử phospho có công thức $RaHbPcOd$ trong đó c có thể bằng 1 hoặc 2. Các hợp chất phosphat này có thể được alkyl hóa và ưu tiên hơn là các hypophosphat. Các pyrophosphat cũng được gợi ý nhưng không được kiểm nghiệm thực sự. Quy trình để xử lý quặng nhằm tách một số chất khoáng có giá trị ra khỏi quặng. Quy trình tẩy nổi theo GB 504 trong đó phosphat là chất khoáng có giá trị, Ví dụ 11, là quy trình tẩy nổi tốt hơn là ở pH thấp, trong đó phosphat được tẩy từ bột. Hợp chất phosphat trong ví dụ này là hypophosphat gốc rượu laurylic và kết quả của quá trình tẩy nổi là-với kết quả phân tích P_2O_5 là 28%-tùy theo việc cải thiện.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, sáng chế đề xuất quy trình xử lý quặng silic không sulfua với chế phẩm chất tẩy bao gồm hợp chất phosphat có công thức I



trong đó R là nhóm hydrocacbon không bão hòa hoặc bão hòa, mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 1 đến 24 nguyên tử cacbon, A là đơn vị alkylen oxit; Y là H, Na, K hoặc amoni hoặc amoni alkyl hóa, n bằng 1-3, p bằng 0-25, X được chọn từ các nhóm tương tự như R-Ap hoặc Y.

Trong tài liệu này các hợp chất có công thức I trong đó n bằng từ 1 đến 3 đôi khi được gọi là “pyrophosphat” để phân biệt chúng với “monophosphat” trong đó n bằng 0.

Sáng chế còn liên quan đến chế phẩm chất tẩy dùng cho quy trình xử lý quặng silic không sulfua trong đó chế phẩm chất tẩy bao gồm hợp chất phosphat có công thức I trên đây với vai trò là chất tẩy sơ cấp, và chất tẩy thứ cấp bao gồm hợp chất monophosphat và một hoặc nhiều hợp chất tẩy thứ cấp khác có thể là hợp chất tẩy thứ cấp anion được chọn từ nhóm bao gồm các axit béo, alkylsulfosuccinat, alkylmaleat, alkylamidocacboxylat, este của alkylamidocacboxylat, alkylbenzensulphonat, alkylsulfonat, các axit béo sunfonat hóa hoặc hợp chất tẩy không ion thuộc nhóm các alkoxylat, alkylglycosit, alkyletanolamit hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số các chất tẩy anion và không ion này.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất quy trình cải tiến để xử lý quặng silic và các chế phẩm chất tẩy để sử dụng trong quy trình đó, mang lại phẩm cấp tách cần thiết của sản phẩm mong muốn từ quặng và khả năng thu hồi và tính chọn lọc được cải thiện. Sáng chế còn cải thiện ở chỗ tổng lượng nhỏ hơn của chế phẩm chất tẩy có thể được sử dụng trong quy trình tẩy nổi.

Cần lưu ý rằng US 4,287,053 bộc lộ chất cản nổi phosphat để xử lý quặng phosphat silic. Tuy nhiên các chất cản nổi được biết là có chức năng khác biệt rõ ràng với các chất tuyển. US 2,424,552 cũng bộc lộ các phosphat với vai trò chất cản nổi, mà trong tài liệu này, chúng đều là phosphat vô cơ. Trong các ví dụ hexametaphosphat được sử dụng. Tài liệu này không bộc lộ các phosphat hữu cơ, chẳng hạn như các phosphat chứa nhóm hydrocacbon.

Khi R là nhóm bao gồm từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon, DB ưu tiên hơn là từ 0 đến 2,2 và p lớn hơn 0. Khi R chứa từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon ưu tiên hơn là ít nhất một đơn vị A có mặt là đơn vị propylen oxit. Ưu tiên hơn nữa là khi R chứa từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, p là từ 1 đến 25, ưu tiên hơn nữa là từ 4 đến 10 và ưu tiên nhất là từ 5 đến 8. Khi R chứa từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn nữa là một hoặc nhiều đơn vị A là propylen oxit hoặc butylen oxit, hoặc khi R chứa từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon trong phương án ưu tiên khác, khỏi các đơn vị propylen oxit A liên kết trước hết với R và sau đó với khỏi các đơn vị etylen oxit A.

Nếu R là nhóm chứa từ 12 đến 16 nguyên tử cacbon, p ưu tiên hơn là cao hơn 0, và trong phương án ưu tiên các nhóm A là propylen oxit, etylen oxit hoặc tổ hợp của cả propylen oxit và etylen oxit. Khi R chứa 12-16 nguyên tử cacbon ưu tiên hơn là nó có mạch nhánh. Ưu tiên hơn nữa là, độ phân nhánh là từ 0,2 đến 3.

Khi R chứa trên 16 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn là nó có mạch thẳng và không bão hòa. Ưu tiên hơn là khi p lớn hơn 0, và R chứa nhiều hơn 16 nguyên tử cacbon, một hoặc nhiều nhóm A là etylen oxit. Ưu tiên hơn nữa là khi R chứa nhiều hơn 16 nguyên tử cacbon, mức độ không bão hòa từ 0,2 đến 2, ưu tiên nhất là 0,5 đến 1,1.

Nếu mức độ alkoxy hóa (DA, giá trị của p) là 0 thì ưu tiên hơn là, R là nhóm chứa từ 8 đến 16 nguyên tử cacbon, ưu tiên hơn nữa là R là nhóm chứa từ 9 đến 15 nguyên tử cacbon. Trong phương án ưu tiên khác, R là nhóm hydrocacbon bão hòa. Khi R có đến và bao gồm 12 nguyên tử cacbon ưu tiên hơn là nó có mạch thẳng hoặc phân nhánh đến mức độ nhất định. Khi R chứa nhiều hơn 12 nguyên tử cacbon ưu tiên hơn là nó có mạch nhánh. Ưu tiên hơn nữa là khi R có đến và bao gồm 12 nguyên tử cacbon mức độ phân nhánh là từ 0 đến 2,2 và khi R chứa nhiều hơn 12 nguyên tử cacbon mức độ phân nhánh ưu tiên hơn là từ 1,5 đến 3.

Trong phương án ưu tiên khác, mỗi A độc lập với nhau là nhóm propylen oxit hoặc nhóm etylen oxit. Ưu tiên hơn nữa là A là nhóm etylen oxit. Giá trị của p ưu tiên hơn là từ 0 đến 15, ưu tiên hơn là 1 đến 10, ưu tiên nhất là 2 đến 8. Nếu R chứa nhiều hơn 12 nguyên tử cacbon, giá trị của p ưu tiên hơn là được chọn cao hơn khi R chứa đến và bao gồm 12 nguyên tử cacbon.

Mức độ alkoxy hóa (degree of alkoxylation, DA) được sử dụng ở đây có nghĩa là tổng số đơn vị alkylen oxit giữa mạch alkyl R và đơn vị chứa phospho, tương ứng với giá trị của p trong công thức I. Như được hiểu bởi người thông thạo trong lĩnh vực của sáng chế, mức độ alkoxy hóa là số trung bình và không phải là số nguyên. Số đơn vị alkylen oxit A tùy trường hợp là etylen oxit, propylen oxit hoặc butylen oxit.

“Mức độ không bão hòa” (degree of unsaturation, DU) được sử dụng ở đây có nghĩa là tổng số nối đôi trong mạch alkyl. Cần lưu ý rằng mức độ không bão hòa là giá trị trung bình đối với các nhóm R khi có mặt trong hợp chất phosphat có công thức I hoặc công thức II và do đó không phải là số nguyên.

“Mức độ phân nhánh” (degree of branching, DB) được sử dụng ở đây có nghĩa là tổng số nhóm methyl (cuối mạch) có mặt trên mạch alkyl R trừ đi một (các mạch nhánh là các alkyl khác methyl được đếm theo methyl cuối mạch của chúng). Cần lưu ý rằng mức độ phân nhánh là giá trị trung bình đối với các nhóm R khi có mặt trong hợp chất phosphat có công thức I và do đó không phải là số nguyên.

Trong phương án ưu tiên khác, $n=1$.

Trong một phương án, quy trình theo sáng chế liên quan đến việc tách apatit ra khỏi quặng silic không sulfua.

Quặng silic là quặng chứa đioxit silic (SiO_2). Trong các phương án ưu tiên quặng silic chứa từ 5 đến 80 % khối lượng là đioxit silic. Quặng silic ưu tiên hơn nữa chứa từ 20 đến 75% khối lượng là đioxit silic.

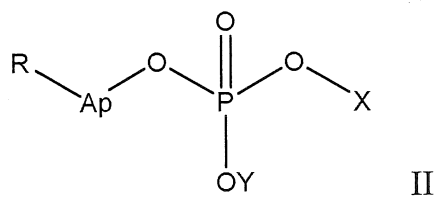
Lượng chất khoáng phosphat như apatit trong quặng silic trong các phương án là từ 8 đến 40% khối lượng, ưu tiên hơn là từ 10 đến 30 % khối lượng. Trong phương án khác, quặng có thể chứa các chất khoáng chính khác như chất khoáng oxit sắt, sẽ được định nghĩa thêm dưới đây.

Trong một phương án, quy trình là quy trình để tuyển nổi chọn lọc apatit.

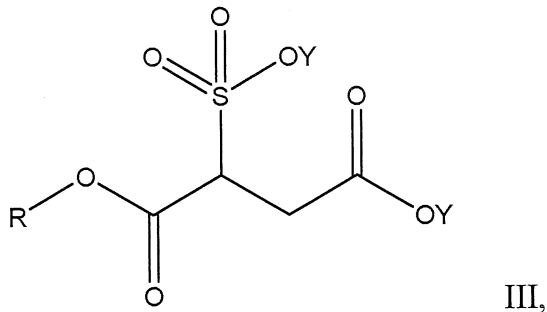
Trong phương án ưu tiên, quy trình là quy trình tuyển nổi trực tiếp, ưu tiên hơn nữa là quy trình tuyển nổi trực tiếp để cô lập các chất khoáng phosphat từ quặng silic.

pH trong quy trình theo sáng chế ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 8 đến 11.

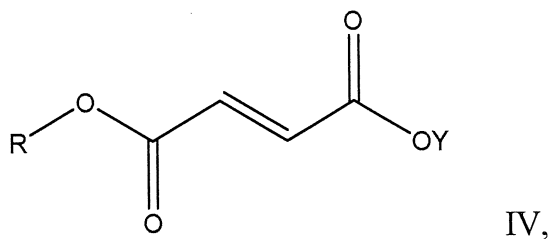
Chế phẩm chất tuyển theo sáng chế để sử dụng trong quy trình xử lý quặng silic không sulfua chứa chất tuyển sơ cấp bao gồm phosphat có công thức (I) trên đây trong đó R, X, Y, A, p và n có ý nghĩa tương tự như trên, hợp chất tuyển thứ cấp monophosphat ưu tiên hơn là có công thức II.



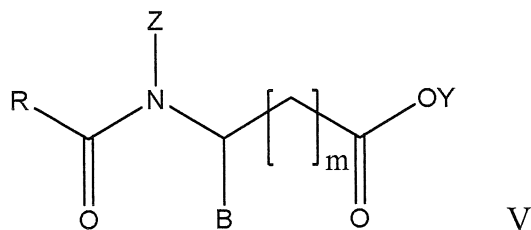
và một hoặc nhiều chất tuyền thứ cấp khác có thể là chất tuyền thứ cấp anion được chọn từ nhóm bao gồm các axit béo ưu tiên hơn là có công thức RCOOY , axit béo sulphonat ưu tiên hơn là có công thức $\text{RCH}(\text{SO}_3\text{Y})\text{COOY}$, alkylsulfosuccinat ưu tiên hơn là có công thức III



alkylmaleat ưu tiên hơn là có công thức IV

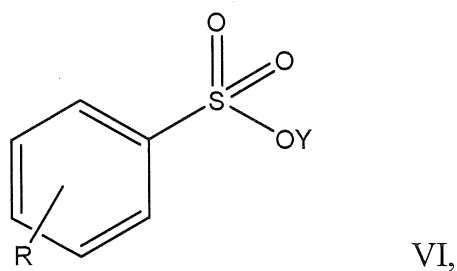


alkylamidocacboxylat ưu tiên hơn là có công thức V

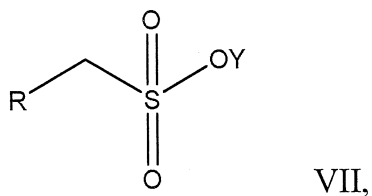


trong đó trong mọi cấu tạo và công thức từ II đến V, mỗi R, A, p, Y độc lập với nhau có ý nghĩa như đã định nghĩa trên đây đối với công thức I, m bằng từ 0 đến 7, B là -H, -CH₃, -CH(CH₃)₂, -CH₂CH(CH₃)₂, -CH(CH₃)CH₂CH₃, Z là -H, -CH₃ hoặc -CH₂CH₃, este của alkylamidocarboxylat trên đây (theo công thức V của các hợp chất alkylamidocarboxylat trong đó Y là nhóm hydrocarbon dẫn xuất rượu, chẳng hạn như đã được mô tả trong tài liệu US20160129456),

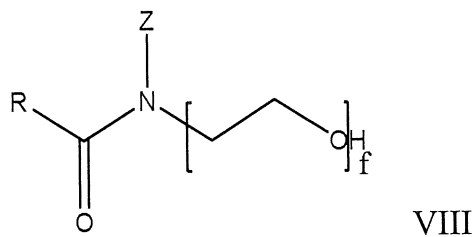
alkylbenzensulphonat ưu tiên hơn là có công thức VI

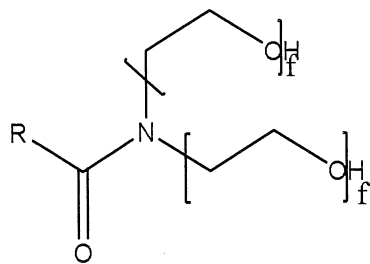


alkylsulphonat ưu tiên hơn là có công thức VII



hoặc chất tuyến không ion thuộc nhóm bao gồm các alkoxylat (rượu béo alkoxylat RO(A)H, axit béo alkoxylat RC(O)O(A)H), alkyl glycosit R(C₆O₆H₁₁)_k, alkyletanolamit có công thức VIII hoặc IX





IX

trong đó mỗi R, A và Z độc lập với nhau có ý nghĩa như đã chỉ ra trên đây, f bằng từ 1 đến 25, ưu tiên hơn là f bằng từ 1 đến 15, và ưu tiên nhất là từ 1 đến 10 k từ 1 đến 5, ưu tiên hơn là k từ 1 đến 2, và mỗi f độc lập với nhau bằng từ 1 đến 25;

hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số các chất tẩy anion và không ion này.

Hợp chất tẩy thứ cấp monophosphat có thể được thêm riêng biệt và có mục đích vào chế phẩm chất tẩy và có thể được chọn từ nhóm các hợp chất được định nghĩa trên đây với công thức II nhưng các hợp chất monophosphat có thể được tạo thành sẵn trong quy trình điều chế hợp chất tẩy sơ cấp phosphat có công thức I trên đây. Nếu trong chế phẩm thu được khi sản xuất hợp chất phosphat có công thức I các phosphat khác như vậy không bị loại ra, sẽ thu được chế phẩm vốn có sẵn cả chất tẩy sơ cấp theo sáng chế lẫn chất tẩy thứ cấp monophosphat.

Ưu tiên hơn là, chất tẩy sơ cấp có mặt với lượng từ 5-60% khối lượng, ưu tiên hơn là 10-60% khối lượng, chất tẩy thứ cấp monophosphat với lượng từ 5-75% khối lượng, ưu tiên hơn là 10-75% khối lượng, và chất tẩy thứ cấp khác bất kỳ với lượng từ 1- 50% khối lượng, trong đó % khối lượng là % khối lượng tính trên tổng hàm lượng rắn của chế phẩm chất tẩy.

Trong các phương án ưu tiên, lượng chất tẩy thứ cấp monophosphat nằm trong khoảng từ 25 đến 75% khối lượng, ưu tiên hơn là 30 đến 65% khối lượng, tính trên tổng hàm lượng rắn của chế phẩm chất tẩy vì các monophosphat như được giải thích trên đây thường được tạo thành trong quá trình điều chế đi- và tri và tetraphosphat và nhằm mục đích sử dụng các phosphat cao hơn trong chế phẩm chất tẩy, không cần tách loại các monophosphat, vì chúng có thể đóng vai trò chất tẩy thứ cấp. Các chất tẩy thứ cấp khác ưu tiên hơn là có mặt với lượng từ 5 đến 50% khối lượng. Lượng hợp chất phosphat có công thức I trong các chế phẩm chất

tuyển này và quy trình theo sáng chế ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 5 đến 50% khối lượng

Trong phương án ưu tiên khác, lượng hợp chất phosphat có công thức I trong các chế phẩm chất tuyển và quy trình theo sáng chế nằm trong khoảng từ 5 đến 45% khối lượng, ưu tiên hơn nữa là từ 10 đến 40% khối lượng, ưu tiên nhất là từ 15 đến 35% khối lượng tính trên tổng phosphat. Chế phẩm chất tuyển có thể được thêm vào quá trình tuyển nổi dạng đậm đặc (tức là 5 đến 100% khối lượng rắn, ưu tiên hơn là 50 đến 100% khối lượng rắn) hoặc dưới dạng dung dịch từ 1 đến 5% trong nước.

Quy trình và chế phẩm chất tuyển theo sáng chế có thể liên quan đến các chất phụ gia và vật liệu hỗ trợ khác thường có mặt trong quá trình tuyển nổi bọt, có thể được thêm vào cùng lúc, hoặc ưu tiên hơn là riêng biệt trong quá trình tiến hành quy trình. Các chất phụ gia thêm có thể có mặt trong quy trình tuyển nổi là các chất cản nổi (chẳng hạn như tinh bột, dextrin, quebracho), chất phân tán (như thủy tinh lỏng), chất tạo bọt/chất điều chỉnh bọt/chất biến đổi bọt /chất khử bọt (chẳng hạn như MIBC (metyl isobutyl carbynol), Texanol, các rượu phân tử lượng thấp alkoxyl hóa), và các chất điều chỉnh pH (như NaOH).

Sáng chế còn liên quan đến bột nhão bao gồm quặng đã nghiền và tán, chất tuyển sơ cấp hoặc chế phẩm chất tuyển như được định nghĩa trong bản mô tả này, và tùy chọn có thêm các chất trợ tuyển nổi bọt. Bột nhão này có thể được sản xuất trước hết bằng cách nghiền quặng và sau đó thêm chế phẩm chất tuyển hoặc thêm ít nhất một phần chế phẩm chất tuyển vào quặng và nghiền quặng thành bột nhão với sự có mặt của ít nhất một phần chất tuyển này.

Quặng silic có thể được sử dụng trong quy trình theo sáng chế có thể bao gồm các chất khoáng khác ngoài đioxit silic và phosphat. Thành phần chất khoáng của hầu hết các quặng silic trên toàn thế giới nói chung tương tự, chỉ khác về tỉ lệ từng chất khoáng tùy theo nguồn gốc của chúng. Các chất khoáng khác có mặt trong quặng silic có thể là gonai, granit và pegmatit và có thể đề cập đến ilmenit, rutin, monazit, zircon, sillimanit, kyanit, andalusit, garnet, spinel, corundum, saurolit, tuamalin và epidot.

Lượng chất tuyển được sử dụng trong quy trình tuyển ngược theo sáng chế sẽ tùy theo lượng tạp chất có mặt trong quặng và hiệu quả tách mong muốn, nhưng trong một số phương án sẽ nằm trong phạm vi từ 10 đến 1000 g/tấn quặng khô, ưu tiên hơn là trong phạm vi từ 20 đến 500 g/tấn quặng khô, ưu tiên hơn là 25 đến 200 g/tấn quặng khô.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Sáng chế được minh họa bằng các ví dụ dưới đây

Ví dụ 1A

Tổng hợp pyro-phosphat alkyl etoxyl hóa

Rượu oleylic (60,0 g) được etoxyl hóa với 4 đương lượng EO được thêm vào bình phản ứng thủy tinh có mặt bích với máy khuấy trên cao. Bình phản ứng được đuổi khí với khí nitơ trong 10 phút. Hỗn hợp được đun nóng với bể cách dầu đến 55°C và axit metylsulfonic (3,69 g) được thêm vào. Phospho pentoxit (9,71 g) được thêm vào từng phần, giữ nhiệt độ ở 55°C. Khuấy ở 55°C trong khí quyển nitơ được tiếp tục qua đêm. Sản phẩm cuối được phân tích bằng phương pháp quang phổ ^{31}P -NMR. ^{31}P -NMR (CDCl_3): δ 4--1ppm monophosphat alkyl hóa; δ -12--16ppm pyro-phosphat alkyl hóa; δ -28--30ppm phosphat vô cơ.

Ví dụ 1B

Tổng hợp pyro-phosphat alkyl hóa

Isotridecanol (40 g, 200 mmol) được thêm vào bình phản ứng thủy tinh có mặt bích với máy khuấy trên cao. Bình phản ứng được đuổi khí với khí nitơ trong 15 phút. Hỗn hợp được đun nóng với bể cách dầu đến 55°C và axit metylsulfonic (5,9 g, 5,39 mmol) được thêm vào. Phospho pentoxit (14,2 g, 100,0 mmol) được thêm vào từng phần, giữ nhiệt độ ở 55°C. Khuấy ở 55°C trong khí quyển nitơ được tiếp tục qua đêm. Sản phẩm cuối được phân tích bằng phương pháp quang phổ ^{31}P -NMR. ^{31}P -NMR (CDCl_3): δ 4 đến -1 ppm monophosphat; δ -12 đến -16 ppm pyro-phosphat; δ -28 đến -30 ppm poly-phosphat.

Ví dụ 2

Quy trình tuyển nổi tổng quát

Năm trăm (500) g quặng phosphat chứa 25% apatit, và 70% các chất khoáng đioxit silic khác nhau được cho vào khoang tuyển nổi Denver 1,4 l, nước được thêm vào đến vạch định mức và quá trình trộn bắt đầu. Sau đó thực hiện điều hoà 1 phút với 10,0 ml dung dịch tinh bột 1% (khối lượng) trong nước, giữ pH của hỗn hợp tuyển nổi ở 9,9 với dung dịch NaOH 5%. Sau đó chất tuyển * được thêm vào dưới dạng dung dịch 1% (khối lượng), và quá trình điều hòa được tiếp tục trong 2 phút, giữ pH của hỗn hợp tuyển nổi ở 9,9 với dung dịch NaOH 5%. Quá trình tuyển nổi được tiến hành ở nhiệt độ phòng ($20 \pm 1^\circ\text{C}$) và không khí được cung cấp với lưu lượng 3,5 l/phút. Tuyển nổi thô hơn, sau đó là hai bước làm sạch (các khoang Denver 1,0 l), được thực hiện. Mọi phân đoạn (đuôi thải, trung gian và quặng tuyển) được thu thập và phân tích. Fig 1 minh họa các bước tuyển nổi được thực hiện và các phân đoạn khác nhau được thu thập.

Hai chế phẩm chất tuyển sau đây được điều chế:

* chế phẩm chất tuyển 1: 67% khối lượng là oleic axit béo, 23% khối lượng là monophosphat của oleyl etoxylat (4EO), 10% khối lượng là pyrophosphat của rượu oleylic ethoxylat (4EO) được điều chế như trong ví dụ 1A— sáng chế.

* chế phẩm chất tuyển 2: 67% là khối lượng oleic axit béo, 33% là khối lượng monophosphat của oleyl etoxylat (4EO) được điều chế bằng cách cho rượu oleylic etoxyla hóa như được sử dụng trong ví dụ 1A phản ứng với axit polyphosphoric-so sánh.

Số bước làm sạch phụ thuộc vào lượng vật liệu rắn có trong các sản phẩm bột. Quá trình tuyển nổi tiếp tục đến khi không còn hạt trong bột. Thời gian trên đây chỉ thời gian cần thiết.

Các chất tuyển được trình bày trên bảng 1 được sử dụng trong quy trình tuyển nổi trên đây, và kết quả tuyển nổi với các chất tuyển nổi này được trình bày trên bảng 1. Hệ số độ chọn lọc được tính toán theo phương trình sau đây:

$$\text{Hệ số chọn lọc} = \frac{\text{giảm chất thải (\%)}}{100 - \text{thu hồi apatit (\%)}} ,$$

Trong đó

$$\text{Giảm chất thải} = \frac{\text{chất thải trong phân đoạn (\%)}}{\text{chất thải trong tiếp liệu (\%)}} * 100,$$

Hệ số chọn lọc phải càng cao càng tốt.

Bảng 1. Kết quả tuyển nổi được thể hiện dưới dạng khả năng thu hồi P_2O_5 và phẩm cấp

Thành phần chất tuyển phosphat	Liều lượng, g/tấn	Phân đoạn	Lượng phosphat P_2O_5		Hệ số chọn lọc
			Phẩm cấp %	Thu hồi %	
Sáng chế Chất tuyển 1 (rượu oleylic+hỗn hợp 4EO mono- và pyrophosphat)	130	Quặng tuyển thô hơn	29,49	96,6	1,8
		Quặng tuyển sạch hơn 1	36,56	94,6	0,7
		Quặng tuyển sạch hơn 2	39,00	91,8	0,3
So sánh Chất tuyển 2 Rượu oleylic+4EO chỉ monophosphat)	150	Quặng tuyển thô hơn	28,78	96,4	2,0
		Quặng tuyển sạch hơn 1	36,67	93,5	0,6
		Quặng tuyển sạch hơn 2	39,50	87,8	0,2

Từ các kết quả được trình bày trên bảng 1, có thể thấy rằng sử dụng pyrophosphat alkyl alkoxyl hóa cho phép lấy được quặng tuyển apatit chất lượng cao (phẩm cấp = 39%) với mức độ thu hồi trên 90% bằng cách sử dụng hỗn hợp tổng chất tuyển khoảng 12% ít hơn, trong khi chỉ sử dụng monophosphat cho kết quả kém hơn.

Ví dụ 3

Ví dụ 2 được lặp lại nhưng hai chế phẩm chất tuyển sau đây được so sánh (xem liều lượng dưới bảng 2)

* chế phẩm chất tuyển 3: 60% khối lượng là isotridexyl pyrophosphat ($n=1-3$) và 40% khối lượng là isotridexyl monophosphat ($n=0$) như được điều chế trong ví dụ 1B-sáng chế.

* chế phẩm chất tuyển 4: 100% isotridexylmonophosphat ($n=0$) được điều chế bằng cách cho isotridecanol phản ứng với axit polyphosphoric— so sánh

Kết quả được tóm tắt trong bảng 2 dưới đây.

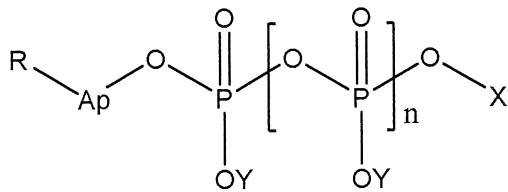
Bảng 2. Kết quả tuyển nổi được trình bày dưới dạng thu hồi và phẩm cấp P_2O_5

Chất tuyển	Liều lượng, g/tấn	Phân đoạn	Lượng phosphat P_2O_5	
			Phẩm cấp %	Thu hồi %
Sáng chế Chất tuyển 3 (hỗn hợp 60% isotridexyl pyrophosphat, 40% isotridexyl monophosphat)	100	Quặng tuyển thô hơn	32,07	91,8
		Quặng tuyển sạch hơn 1	38,33	86,1
		Quặng tuyển sạch hơn 2	39,69	80,3
So sánh Chất tuyển 4 (100% isotridexyl monophosphat)	100	Quặng tuyển thô hơn	25,83	35,1
		Quặng tuyển sạch hơn 1	35,15	23,2
		Quặng tuyển sạch hơn 2	38,25	18,4

Ví dụ này cho thấy sử dụng một mình monophosphat dẫn đến các tính chất thu thập rất kém ở quặng silic.

YÊU CẦU BẢO HỘ

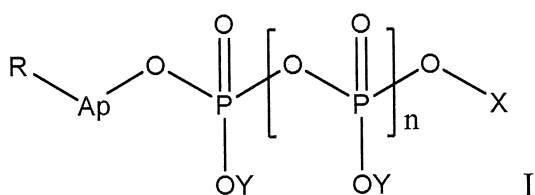
1. Quy trình xử lý quặng silic không sulfua bằng chế phẩm chất tẩy bao gồm hợp chất phosphat có công thức I



I

trong đó R là nhóm hydrocacbon không bão hòa hoặc bão hòa, mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 8 đến 24 nguyên tử cacbon, A là đơn vị alkylen oxit; Y là H, Na, K hoặc amoni hoặc amoni alkyl hóa, n bằng 1-3, p bằng 0-25, X được chọn từ các nhóm tương tự như R-Ap hoặc Y, hoặc trong đó R là nhóm hydrocacbon bão hòa hoặc không bão hòa mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon và ít nhất một đơn vị A có mặt là đơn vị propylen oxit.

2. Quy trình theo điểm 1, trong đó R là nhóm chứa từ 9 đến 20 nguyên tử cacbon.
3. Quy trình theo điểm 1 hoặc 2, trong đó n bằng 1.
4. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 3, trong đó p bằng từ 1 đến 8.
5. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 4, trong đó quy trình là quy trình để cô lập các phosphat từ quặng.
6. Quy trình theo điểm 5, trong đó quy trình là quy trình tẩy nổi trực tiếp để cô lập apatit từ quặng.
7. Quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 6, trong đó pH trong suốt quy trình là nằm trong khoảng giữa 8 và 11.
8. Chế phẩm chất tẩy để sử dụng trong quy trình theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 7 chứa chất tẩy sơ cấp bao gồm hợp chất phosphat có công thức I



I

trong đó R là nhóm hydrocacbon không bão hòa hoặc bão hòa, mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 8 đến 24 nguyên tử cacbon, A là đơn vị alkylen oxit; Y là H, Na, K hoặc amoni hoặc amoni alkyl hóa, n bằng 1-3, p bằng 0-25, X được chọn từ các nhóm tương tự như R-Ap hoặc Y; hoặc trong đó R là nhóm hydrocacbon bão hòa hoặc không bão hòa mạch thẳng hoặc mạch nhánh chứa từ 1 đến 12 nguyên tử cacbon và ít nhất một đơn vị A có mặt là đơn vị propylen oxit;

chất tẩy thứ cấp monophosphat và một hoặc nhiều chất tẩy thứ cấp khác là chất tẩy anion được chọn từ nhóm bao gồm các axit béo, các alkylsulfosuccinat, các alkylmaleat, các alkylamidocacboxylat, các este của alkylamidocacboxylat alkylbenzensulfonat, các alkylsulfonat, các axit béo sulfonat hóa, hoặc chất tẩy không ion được chọn từ nhóm bao gồm các alkoxylat, các alkylglycosit, các alkyletanolamit hoặc hỗn hợp của hai hoặc nhiều trong số các chất tẩy anion và không ion này.

9. Chế phẩm chất tẩy theo điểm 8, trong đó lượng hợp chất phosphat có công thức I nằm trong khoảng từ 5 đến 45% khối lượng tính trên tổng phosphat.

10. Bột nhão bao gồm quặng silic được nghiền và tán và chế phẩm chất tẩy theo điểm 8 hoặc 9.

1/1

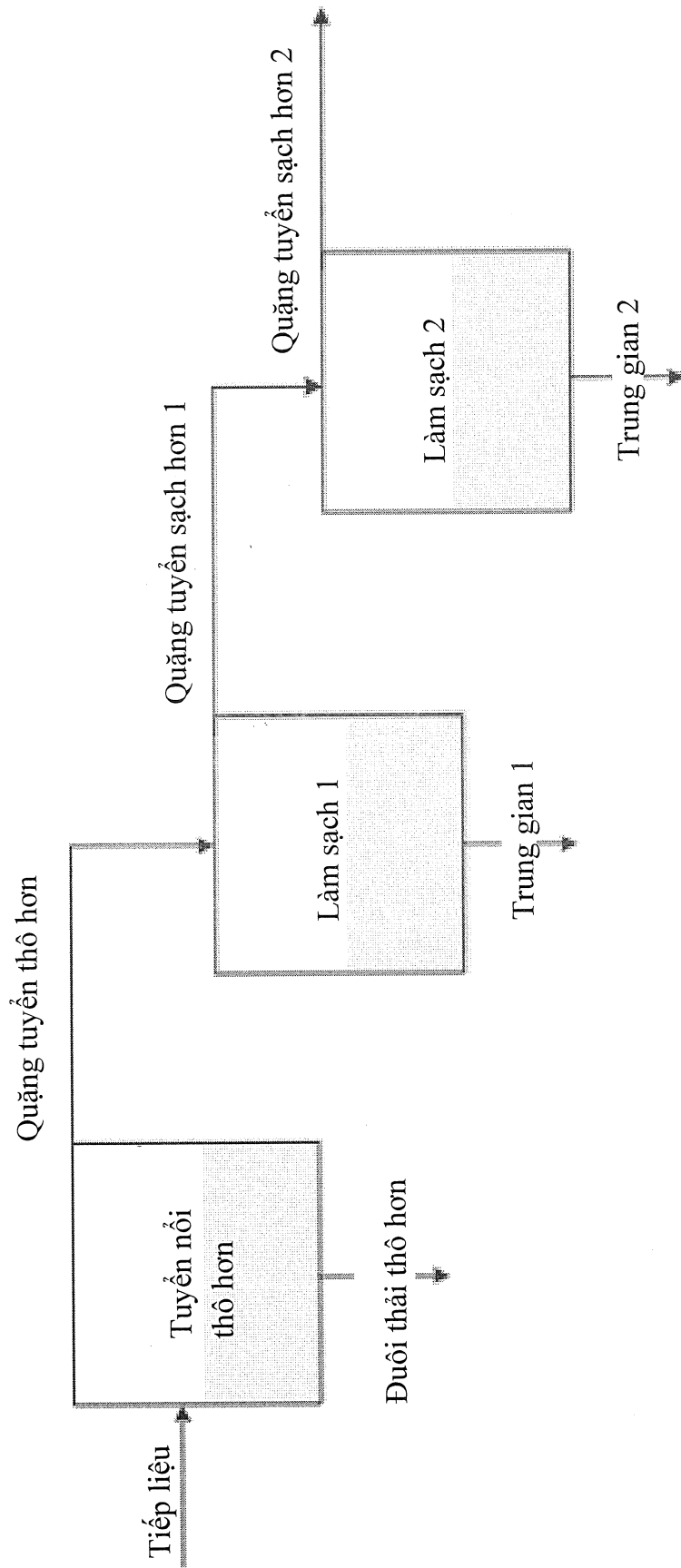


FIG. 1