



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN) (11) CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ



1-0041687

(51)^{2020.01} C01B 25/01; C05B 11/00; C08F 20/06; (13) B
C01B 25/222

(21) 1-2020-03102

(22) 09/11/2018

(86) PCT/FR2018/052797 09/11/2018

(87) WO 2019/092381 16/05/2019

(30) 1760548 09/11/2017 FR

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/09/2020 390

(73) COATEX (FR)

35 rue Ampère, 69730 GENAY, France

(72) DHIBA Driss (MA); MAGNY Benoît (FR); MAZOUZ Hamid (MA); METHIVIER Céline (FR); MONGOIN Jacques (FR).

(74) Công ty Luật TNHH Phạm và Liên danh (PHAM & ASSOCIATES)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU CHẾ HUYỀN PHÙ NƯỚC CHỨA NGUYÊN LIỆU PHOSPHAT, HUYỀN PHÙ NƯỚC CHỨA NGUYÊN LIỆU PHOSPHAT VÀ PHƯƠNG PHÁP ĐIỀU HÒA NGUYÊN LIỆU PHOSPHAT

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat, bao gồm việc phân tán, trong nước, các hạt nguyên liệu phosphat với sự có mặt của ít nhất một chất phụ gia chứa polyme anion của axit acrylic hoặc của dạng axit metacrylic. Huyền phù theo sáng chế có độ nhớt thấp hơn 1500 mPa.s. Sáng chế cũng đề cập đến phương pháp điều hòa nguyên liệu phosphat kết hợp với polyme anion, để xử lý nó sau đó bằng ít nhất một axit mạnh, để điều chế trong công nghiệp axit phosphoric.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp điều chế huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat bao gồm sự phân tán trong nước hạt nguyên liệu phosphat với sự có mặt của ít nhất một chất phụ gia chứa axit acrylic hoặc axit metacrylic chứa dạng polyme anion. Huyền phù theo sáng chế có độ nhớt thấp hơn 1500 mPa.s. Sáng chế cũng đề cập đến việc điều hòa nguyên liệu phosphat kết hợp với polyme anion, để xử lý nó sau đó bằng ít nhất một axit mạnh, để điều chế trong công nghiệp axit phosphoric.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Như vậy, phương pháp điều chế trong công nghiệp axit phosphoric từ huyền phù nước chứa nước và hạt của ít nhất một nguyên liệu phosphat được phân tán với sự có mặt của ít nhất một chất phụ gia chứa dạng polyme anion cũng đặc biệt hiệu quả.

Axit phosphoric được điều chế như vậy là sản phẩm thiết yếu để sản xuất phân bón, đặc biệt là phân bón bậc ba, NPK hoặc phân bón bậc hai, NP. Axit phosphoric cũng được sử dụng làm thành phần trong sản xuất các sản phẩm thực phẩm, đặc biệt là axit hóa đồ uống, hoặc để xử lý bề mặt kim loại hoặc trong lĩnh vực vi điện tử.

Đá phosphat là nguồn nguyên liệu quan trọng để sản xuất axit phosphoric. Axit phosphoric (H_3PO_4) có thể được sản xuất chủ yếu bằng hai phương pháp: quy trình thẩm ướt và quy trình nhiệt. Quy trình thẩm ướt được sử dụng rộng rãi nhất và axit phosphoric từ con đường này có thể được sử dụng để sản xuất phân bón phosphat (điamoni phosphat hoặc DAP, monoamoni phosphat hoặc MAP hoặc, trisuphephosphat hoặc TSP). Axit thu được bằng quy trình nhiệt có độ tinh khiết cao và thường được sử dụng cho dược phẩm, chất tẩy rửa và thực phẩm.

Đặc biệt, trong đơn vị sản xuất của quy trình thấm ướt, axit phosphoric được sản xuất nhờ sự tác động của axit mạnh lên quặng phosphat tự nhiên. Axit sulfuric là axit mạnh được sử dụng phổ biến nhất, trong trường hợp canxi sulfat không hòa tan được tạo ra, mà được tách ra bằng cách lọc để thu hồi thạch cao. Các điều kiện vận hành được chọn để kết tủa canxi sulfat hoặc ở dạng dihydrat của nó, tạo ra P_2O_5 nói chung ở nồng độ là 26-32% ở 70-80°C, hoặc ở dạng bán hydrat, với P_2O_5 nói chung ở nồng độ của 40-52% ở 90-110°C. Có thể sử dụng bước bay hơi để cô tiếp axit phosphoric sau đó và do đó tối ưu hóa được chất lượng của axit.

Thông thường, sau khi chiết, đá phosphat được xử lý để thu được hoặc ở dạng khô hoặc ở dạng thấm ướt trong đó nó được trộn với nước, ví dụ, để tạo ra bột phosphat.

Sau khi chiết, đá phosphat có thể được xử lý trực tiếp hoặc nó có thể được vận chuyển. Tuy nhiên, để tạo điều kiện thuận lợi cho việc vận chuyển đá phosphat, cần thiết là có thể kiểm soát độ nhớt của nó, đặc biệt là khi vận chuyển đá phosphat thu được bằng quy trình thấm ướt.

Khi vận chuyển, bột phosphat nên có nồng độ đá phosphat cao. Đặc biệt, trong quá trình vận chuyển trong đường ống.

Nồng độ cao của đá phosphat làm cho có thể giảm được lượng nước được sử dụng khi xử lý, gia công hoặc vận chuyển lượng đá phosphat đã định. Ngoài việc quản lý tài nguyên tốt hơn, việc giảm lượng nước được đặc biệt quan tâm trong các giai đoạn vận chuyển đá phosphat khác nhau, mà trong cả các giai đoạn tiếp theo, đặc biệt là trong quy trình điều chế axit phosphoric.

Nói chung, cần có phương pháp cải tiến để tạo thuận lợi việc điều hòa và vận chuyển đá phosphat, đặc biệt ở dạng huyền phù của hạt đá phosphat trong nước. Sự ổn định cải thiện của các huyền phù như vậy cũng được tìm kiếm, bao gồm cả khả năng chống lắng đọng hạt hoặc kiểm soát sự nở.

Cũng nên hướng đến việc làm tăng lượng chất rắn trong các huyền phù này cũng như kiểm soát độ nhớt của các hạt huyền phù này, đặc biệt đối với nồng độ chất rắn cao.

Điều quan trọng là cũng có thể truyền các đặc tính đã được cải thiện vào hạt đá phosphat, đặc biệt là đặc tính nhằm nâng cao hiệu quả của phương pháp điều chế axit phosphoric, ví dụ, bằng cách cải thiện thủy động lực của phản ứng điều chế axit phosphoric. Do đó, điều quan trọng là phải có phương pháp cải tiến để sản xuất axit phosphoric, đặc biệt là để tăng hiệu suất toàn phần của phản ứng điều chế axit phosphoric từ đá phosphat.

Khi điều chế axit phosphoric từ đá phosphat, điều quan trọng là phải theo dõi sự cân bằng của nước toàn phần. Nước là cần thiết để dùng làm chất mang cho việc xử lý đá phosphat bằng axit mạnh, nhưng lượng nước này tuy nhiên phải được hạn chế, đặc biệt là để tránh pha loãng độ chuẩn của dung dịch axit được tạo ra.

Tương tự, khi điều chế axit phosphoric từ đá phosphat, điều quan trọng là có thể cải thiện thủy động lực khi xử lý đá phosphat bằng axit mạnh để làm giảm sự hao hụt phospho ở dạng không bị tấn công hoặc dạng được kết tinh tổng hợp (được kết tinh tổng hợp) trong các tinh thể của thạch cao được tạo ra.

Các giải pháp kỹ thuật đã biết giới thiệu sự phát triển khác nhau của quy trình sản xuất axit phosphoric. Ví dụ, tài liệu CN 103333664 bộc lộ chất trợ nghiền để nghiền ướt quặng phosphat. Tài liệu US 5,183,211 bộc lộ phương pháp làm giảm độ nhớt tương đối của huyền phù đặc đá phosphat trong quy trình nghiền của nhà máy sản xuất axit phosphoric. Phương pháp này bao gồm các bước bổ sung lượng hữu hiệu của polyme acrylamit hoặc của axit acrylic sulfonat.

Tài liệu US 6,213,416 bộc lộ quy trình nghiền đá phosphat với sự có mặt của các hạt polyme không hòa tan trong nước, có thể nở trong nước. Tài liệu EP 0892020 bộc lộ việc sử dụng copolyme cụ thể làm chất phân tán hoặc làm chất trợ nghiền để nghiền canxi cacbonat trong huyền phù nước. Copolyme được điều chế từ monome có cấu trúc hoạt động bề mặt.

Ngoài ra, Công bố đơn quốc tế số WO 2015105464 giới thiệu sự cải biến cả dụng cụ phản ứng để tối ưu hóa tốc độ hòa tan của đá phosphat ở giá trị cao hơn lần đảm bảo sự kết tinh tốt hơn của thạch cao được tạo ra, cũng như phương pháp lọc nhằm cải thiện khả năng lọc của huyền phù đặc axit phosphoric. Như đối với patent số CN106395879, tài liệu này nhằm mục đích cải thiện kích cỡ của các

trình thể thạch cao trong quá trình sản xuất axit phosphoric bằng quy trình thẩm ướt, nhờ sử dụng phụ gia tổng hợp bao gồm chất điều hòa axit sulfonic, axit hữu cơ yếu, chất tạo đệm muối amoni và thể phân tán với lượng polyme hòa tan trong nước cao. Ngoài ra, patent số US 4,501,724 đề xuất việc sản xuất axit phosphoric đặc bằng quy trình thẩm ướt, dựa vào việc sử dụng hỗn hợp của khí lưu huỳnh trioxit và axit sulfuric thay vì axit sulfuric đặc. Điều này dẫn đến nhiệt của phản ứng cao hơn cho phép sử dụng axit sulfuric rất loãng hoặc phosphat từ sự nghiền ướt, mà không ảnh hưởng đến độ chuẩn axit phosphoric được tạo ra.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Phương pháp điều chế huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat theo sáng chế cung cấp giải pháp cho toàn bộ hoặc một phần vấn đề này, đặc biệt ở sự cải thiện đáng kể các điều kiện điều chế, vận chuyển và xử lý bột đá phosphat. Tốt hơn là, phương pháp điều chế huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat theo sáng chế không phải là phương pháp nghiền, trong đó kích cỡ của các hạt duy trì không đổi. Nói cách khác, tốt hơn là, phương pháp điều chế theo sáng chế được thực hiện sau khi nghiền đá phosphat, tốt hơn là sự phân tán được thực hiện sau khi nghiền.

Do đó, sáng chế đề xuất phương pháp điều chế huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ của nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng, là thấp hơn 1500 mPa·s, bao gồm sự phân tán trong nước hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm , với sự có mặt của ít nhất một polyme anion với khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến 90000 g/mol và thu được bằng phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng. Huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat thu được sau khi nghiền ưu tiên được tạo ra như vậy. Ở dạng huyền phù như vậy, độ nhớt của nguyên liệu phosphat được kiểm soát, nói chung tạo điều kiện thuận lợi cho sự vận chuyển nó.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong quá trình điều chế polyme anion được sử dụng theo sáng chế, phản ứng polyme hóa sử dụng ít nhất một monome anion bao gồm ít nhất một monome chưa bão hòa kiểu olefin có thể polymer hóa và ít nhất một nhóm axit carboxylic, đặc biệt là monome anion bao gồm ít nhất một monome chưa bão hòa kiểu etylen có thể polymer hóa và ít nhất một nhóm axit carboxylic. Tốt hơn là, monome anion được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic, muối của axit acrylic, muối của axit metacrylic. Phản ứng polyme hóa này có thể cũng sử dụng hai axit acrylic và axit metacrylic này và các muối của chúng.

Polyme được sử dụng theo sáng chế cũng có thể là copolyme thu được bằng phản ứng polyme hóa nhờ sử dụng ít nhất một axit khác được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic, axit itaconic và các muối của chúng, cũng như ít nhất một comonome khác có thể là este của axit được chọn từ axit acrylic và axit metacrylic.

Comonome khác có thể được sử dụng để điều chế copolyme theo sáng chế bao gồm monome không ion được chọn từ este của axit bao gồm ít nhất một nhóm axit monocarboxylic, đặc biệt là este của axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic, muối của axit acrylic, muối của axit metacrylic và hỗn hợp của chúng. Ví dụ về comonome như vậy bao gồm hợp chất được chọn từ styren; vinylcaprolactam; alkyl acrylat, đặc biệt là C_1 - C_{10} -alkyl acrylat, tốt hơn là C_1 - C_4 -alkyl acrylat, tốt hơn nữa là metyl acrylat, etyl acrylat, propyl acrylat, isobutyl acrylat, n-butyl acrylat; alkyl metacrylat, đặc biệt là C_1 - C_{10} -alkyl metacrylat, tốt hơn là C_1 - C_4 -alkyl metacrylat, tốt hơn nữa là metyl metacrylat, etyl metacrylat, propyl metacrylat, isobutyl metacrylat, n-butyl metacrylat; aryl acrylat, tốt hơn là phenoxyetylacrylat; aryl metacrylat, tốt hơn là phenoxyetylmetacrylat. Metyl acrylat, etyl acrylat, propyl acrylat, isobutyl acrylat, n-butyl acrylat, metyl metacrylat, etyl metacrylat, propyl metacrylat, isobutyl metacrylat và n-butyl metacrylat được đặc biệt ưu tiên.

Tốt hơn là, polyme anion theo sáng chế được điều chế khi không có mặt acrylamit.

Polyme được sử dụng cũng được ưu tiên theo sáng chế là polyme anion không được sulfonat hóa. Sau đó, nó được điều chế khi không có mặt monome

bao gồm nhóm được sulfonat hóa, đặc biệt là khi không có mặt axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic, muối của axit 2-acrylamido-2-metylpropan sulfonic, etoxymetacrylat axit sulfonic, muối etoxymetacrylat axit sulfonic, natri etan sulfonat, styren sulfonic và các muối của chúng.

Tốt hơn là, polyme được sử dụng theo sáng chế được trung hòa một phần hoặc toàn bộ. Tốt hơn nữa là, nó được trung hòa một phần hoặc toàn bộ bằng ít nhất một dẫn xuất được chọn từ kim loại kiềm, kim loại kiềm thổ và hỗn hợp của chúng, đặc biệt là dẫn xuất bao gồm ít nhất một nguyên tố được chọn từ liti, natri, canxi, magie và hỗn hợp của chúng, ví dụ, NaOH, KOH, Ca(OH)₂. Natri, canxi và hỗn hợp của chúng được đặc biệt ưu tiên. Sự trung hòa bằng natri và canxi có thể được thực hiện bằng cách sử dụng ít nhất một hợp chất được chọn từ NaOH, Ca(OH)₂ và hỗn hợp của chúng. Tỷ lệ tương ứng của natri và canxi có thể thay đổi khá rộng. Ví dụ, tỷ lệ phân tử gam Na/Ca có thể nằm trong khoảng từ 98/2 đến 30/70, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95/5 đến 40/60, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 90/10 đến 30/70 hoặc nằm trong khoảng từ 90/10 đến 40/60, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70/30 đến 40/60, đặc biệt là 50/50.

Tốt hơn là, polyme anion được sử dụng theo sáng chế có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 2000 đến 90000 g/mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1000 hoặc 2000 đến 50000 g/mol, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1000 hoặc 2000 đến 10000 g/mol, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1500 hoặc 2000 đến 8000 g/mol. Theo sáng chế, khối lượng phân tử khối (M_w) được đo bằng sắc ký loại trừ không gian (SEC).

Polyme được ưu tiên được sử dụng theo sáng chế là homopolyme của axit acrylic, đặc biệt là homopolyme của axit acrylic đã được trung hòa. Polyme được ưu tiên hơn nữa được sử dụng theo sáng chế là homopolyme của axit acrylic đã được trung hòa với khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến 10000 g/mol, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1500 và 8000 g/mol. Ví dụ về copolyme được đặc biệt ưu tiên được sử dụng theo sáng chế được chọn từ:

- polyme (P1): homopolyme với khối lượng phân tử là 5.000 g/mol và thu được bằng cách polyme hóa axit acrylic với sự có mặt của đồng sulfat, ion sulfat, hydro peroxit và axit 2-(1-carboxyetylsulfanylcaboithioylsulfanyl)propanoic

(DPTTC – CAS No. 6332-91-8), được trung hòa bằng natri và canxi (tỷ lệ phân tử gam 70/30 tính theo lượng axit acrylic);

- polyme (P2): homopolyme với khối lượng phân tử là 4.200 g/mol và thu được bằng cách polyme hóa axit acrylic với sự có mặt của đồng sulfat, ion sulfat, hydro peroxit và natri hypophosphit, được trung hòa bằng natri và canxi (tỷ lệ phân tử gam 90/10 tính theo lượng axit acrylic);
- polyme (P3): polyme với khối lượng phân tử là 4.800 g/mol và thu được bằng cách polyme hóa axit acrylic với sự có mặt của natri persulfat và natri hypophosphit, được trung hòa bằng natri và canxi (tỷ lệ phân tử gam 50/50 tính theo lượng axit acrylic);
- polyme (P4): homopolyme với khối lượng phân tử là 4.200 g/mol và thu được bằng cách polyme hóa axit acrylic với sự có mặt của đồng sulfat, ion sulfat, hydro peroxit và natri hypophosphit, được trung hòa bằng natri và canxi (tỷ lệ phân tử gam 30/70 tính theo lượng axit acrylic).

Theo sáng chế, polyme được sử dụng không phải là chất kết bông.

Đối với phương pháp theo sáng chế, lượng polyme anion được sử dụng có thể thay đổi khá rộng. Tốt hơn là, lượng theo khối lượng (chất khô/chất khô) của polyme anion được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2%, tính theo lượng nguyên liệu phosphat. Theo sáng chế, cũng tốt hơn là lượng theo khối lượng (chất khô/chất khô) của polyme anion được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, tính theo lượng nguyên liệu phosphat. Theo sáng chế, tốt hơn nữa là lượng theo khối lượng (chất khô/chất khô) của polyme anion được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,15 đến 2% khối lượng nguyên liệu phosphat.

Có lợi là, phương pháp điều chế theo sáng chế không bao gồm bước cô đặc bổ sung huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat được phân tán trước khi xử lý polyme anion, trong khi vẫn cho phép điều chế huyền phù nước chứa các hạt nồng độ cao và độ nhớt chấp nhận được. Đặc biệt là, độ nhớt của huyền phù cho phép nó được xử lý hoặc vận chuyển trong điều kiện hiệu quả theo quan điểm về cơ học và cả quan điểm về kinh tế.

Khi thực hiện phương pháp theo sáng chế, nồng độ của nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng. Tuy nhiên, nồng độ này có thể cao hơn nhiều. Do đó và tốt hơn là, nồng độ theo khối lượng của hạt nguyên liệu phosphat trong huyền phù nước có thể cao hơn 50%, tốt hơn nữa là cao hơn 55%. Nồng độ này thậm chí có thể cao hơn nữa và có thể cao hơn 60% hoặc 65%. Đặc biệt có lợi là, phương pháp theo sáng chế có thể được thực hiện ở nồng độ có thể cao hơn 70% hoặc thậm chí cao hơn nữa.

Theo cách đặc biệt có lợi, phương pháp điều chế theo sáng chế cho phép kiểm soát đặc biệt hiệu quả và hữu ích độ nhớt của huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat. Do đó, khi thực hiện phương pháp theo sáng chế, độ nhớt Brookfield được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng, là thấp hơn 1500 mPa·s. Tốt hơn là, trong các điều kiện này, độ nhớt này thấp hơn 1200 mPa·s, tốt hơn nữa là thấp hơn 1000 mPa·s. Thậm chí tốt hơn nữa là, độ nhớt này thấp hơn 800 mPa·s hoặc thấp hơn 500 mPa·s hoặc thậm chí thấp hơn 350 mPa·s hoặc thấp hơn 200 mPa·s.

Cũng có lợi đối với phương pháp điều chế theo sáng chế, độ nhớt Brookfield của huyền phù, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ cao hơn 60% khối lượng của nguyên liệu phosphat, là thấp hơn 1500 mPa·s hoặc thấp hơn 1000 mPa·s. Tốt hơn là, độ nhớt này được đo trong các điều kiện này thấp hơn 800 mPa·s hoặc thậm chí thấp hơn 500 mPa·s, 350 mPa·s hoặc 200 mPa·s.

Để điều chế huyền phù nước theo sáng chế, nguyên liệu phosphat được sử dụng ở dạng hạt với kích cỡ thấp hơn 400 μm . Tốt hơn là, kích cỡ của các hạt này là thấp hơn 200 μm hoặc thấp hơn 150 μm . Hơn nữa, kích cỡ của các hạt này là cao hơn 10 μm , tốt hơn là cao hơn 30 μm .

Do đó, đối với phương pháp điều chế theo sáng chế, cỡ hạt của nguyên liệu phosphat có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 150 μm . Tốt hơn là, kích cỡ này có thể cũng nằm trong khoảng từ 30 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 150 μm .

Tốt hơn là, đối với phương pháp điều chế theo sáng chế, sự phân tán trong nước của hạt nguyên liệu phosphat được thực hiện trong điều kiện khuấy bằng thiết bị thích hợp. Tốt hơn nữa là, nó được thực hiện trong điều kiện khuấy cơ học.

Phương pháp điều chế theo sáng chế có thể được thực hiện ở các nhiệt độ khác nhau. Tốt hơn là, nó được thực hiện ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 10 đến 60°C, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 20 đến 50°C hoặc nằm trong khoảng từ 25 đến 50°C.

Theo cách đặc biệt có lợi, phương pháp theo sáng chế giúp có thể điều chế được huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat ổn định. Tốt hơn là, huyền phù này có tính chống chịu cao với sự lắng đọng của hạt nguyên liệu phosphat, được đo bằng cách đánh giá sự dịch chuyển pha của huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat theo sáng chế theo thời gian, đặc biệt là được so sánh với huyền phù không chứa polyme có cùng độ nhớt.

Cũng được ưu tiên là huyền phù không có có ít sự nở. Sự nở có thể được xác định bằng các phép đo độ nhớt ở tốc độ trượt khác nhau và ở nhiệt độ cụ thể. Khi độ nhớt không đổi hoặc giảm khi tốc độ trượt tăng, sự nở là thấp hoặc bằng 0.

Phương pháp điều chế theo sáng chế cho phép điều chế huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat cụ thể. Huyền phù này là một phần của sáng chế. Do đó, sáng chế cũng đề xuất huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ của nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng là thấp hơn 1500 mPa.s, bao gồm nước và các hạt nguyên liệu phosphat được phân tán với sự có mặt của ít nhất một polyme anion thu được bằng phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng.

Trong huyền phù theo sáng chế, polyme được trung hòa một phần hoặc toàn bộ, tốt hơn là được trung hòa một phần hoặc toàn bộ bằng dẫn xuất bao gồm ít nhất một nguyên tố được chọn từ liti, natri, canxi, magie và hỗn hợp của chúng, tốt hơn nữa là được chọn từ natri, canxi và hỗn hợp của chúng.

Có lợi là, polyme anion thu được bằng phản ứng polyme hóa cũng bằng cách sử dụng ít nhất một este của axit được chọn từ axit acrylic và axit metacrylic.

Tốt hơn là, polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 2000 đến 90000 g/mol hoặc nằm trong khoảng từ 1000 hoặc 2000 đến 50000 g/mol, thậm chí tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1000 hoặc 2000 đến 10000 g/mol hoặc nằm trong khoảng từ 1500 hoặc 2000 đến 8000 g/mol.

Cũng tốt hơn là, lượng theo khối lượng (chất khô/chất khô) của polyme anion được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5%, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2%, tính theo lượng nguyên liệu phosphat khô.

Theo sáng chế, nồng độ của hạt nguyên liệu phosphat trong huyền phù nước theo sáng chế là cao hơn 45%. Tốt hơn là, nồng độ này theo khối lượng của nguyên liệu phosphat là cao hơn 50%, tốt hơn nữa là cao hơn 55% và thậm chí tốt hơn nữa là cao hơn 60% hoặc 65%. Nồng độ này có thể thậm chí cao hơn, đạt đến giá trị cao hơn 70% hoặc 75%.

Huyền phù theo sáng chế có độ nhớt đặc biệt thuận lợi. Tốt hơn là, độ nhớt Brookfield này, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C và với tốc độ 100 vòng/phút, là thấp hơn 1200 mPa·s, tốt hơn nữa là thấp hơn 1500 mPa·s, 1200 mPa·s hoặc 1000 mPa·s và thậm chí tốt hơn nữa là thấp hơn 800 mPa·s hoặc thấp hơn 500 mPa·s, 350 mPa·s hoặc 200 mPa·s.

Đặc biệt có lợi là, huyền phù nước theo sáng chế có độ nhớt Brookfield, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ cao hơn 60% khối lượng của nguyên liệu phosphat, là thấp hơn 1000 mPa·s, tốt hơn là thấp hơn 500 mPa·s, 350 mPa·s hoặc 200 mPa·s.

Ngoài ra, trong huyền phù theo sáng chế, các hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ thấp hơn 400 μm , tốt hơn là thấp hơn 200 μm hoặc thấp hơn 150 μm . Các hạt này có kích cỡ cao hơn 10 μm , tốt hơn là cao hơn 30 μm .

Do đó, trong huyền phù theo sáng chế, kích cỡ của hạt nguyên liệu phosphat có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 150 μm . Tốt hơn là, kích cỡ này có thể cũng nằm trong khoảng từ 30 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 150 μm .

Phương pháp điều chế huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat theo sáng chế làm cho có thể thu được huyền phù như vậy có đặc tính, đặc biệt là độ nhớt và nồng độ của nó, đặc biệt có lợi. Các đặc tính như vậy làm cho có thể sử dụng huyền phù này trong điều kiện rất khác nhau và rất có lợi, đặc biệt là cho việc gia công, vận chuyển hoặc xử lý nó và tốt hơn là xử lý nó bằng axit mạnh để điều chế axit phosphoric.

Do đó, sáng chế cũng đề xuất phương pháp vận chuyển huyền phù nước theo sáng chế. Tốt hơn là, phương pháp vận chuyển theo sáng chế có thể được thực hiện bằng ít nhất một phương tiện giao thông đường biển hoặc một phương tiện giao thông đường bộ. Theo cách được đặc biệt ưu tiên, nó được thực hiện bằng phương tiện giao thông đường bộ, ví dụ, bằng đường sắt hoặc đường giao thông, hoặc bằng đường ống dẫn hoặc đường ống dẫn nhỏ. Đặc tính của huyền phù nước theo sáng chế đặc biệt thích hợp cho phương pháp vận chuyển bằng đường ống dẫn.

Ngoài phương pháp vận chuyển này và phương pháp điều chế huyền phù nước chứa nguyên liệu phosphat và huyền phù nước như vậy, sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều hòa ít nhất một nguyên liệu phosphat để làm cho có thể thu được nguyên liệu phosphat có các đặc tính đặc biệt.

Do đó, sáng chế cũng đề xuất phương pháp điều hòa nguyên liệu phosphat để xử lý nó sau đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C bằng ít nhất một axit mạnh, bao gồm bước cho nguyên liệu phosphat tiếp xúc với ít nhất một polyme anion với khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến 90000 g/mol và thu được bằng phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng.

Nguyên liệu được sử dụng trong phương pháp điều hòa theo sáng chế được xác định theo đặc điểm đặc trưng của polyme anion được sử dụng trong phương pháp điều chế huyền phù nước theo sáng chế.

Tốt hơn là, đối với phương pháp điều hòa theo sáng chế, nguyên liệu phosphat là ở dạng hạt. Tốt hơn nữa là, cỡ hạt thấp hơn 400 μm , thậm chí tốt hơn nữa là thấp hơn 200 μm hoặc thấp hơn 150 μm . Cũng tốt hơn là, hạt có kích cỡ cao hơn 10 μm , tốt hơn nữa cao hơn 30 μm . Do đó, cỡ hạt của nguyên liệu

phosphat có thể nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 10 đến 150 μm . Tốt hơn là, kích cỡ này có thể cũng nằm trong khoảng từ 30 đến 400 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 200 μm hoặc nằm trong khoảng từ 30 đến 150 μm .

Phương pháp điều hòa theo sáng chế làm cho có thể tạo ra các đặc tính có lợi đặc biệt đối với các hạt nguyên liệu phosphat. Đặc biệt là, phương pháp điều hòa theo sáng chế làm cho có thể cải thiện được kết quả của bước xử lý bằng axit sau đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C bằng ít nhất một axit mạnh của huyền phù nước chứa các hạt của nguyên liệu phosphat này theo sáng chế. Nhờ phương pháp điều hòa này, huyền phù này bao gồm pha bột có thể tích giới hạn hoặc thậm chí bằng 0 trong quá trình xử lý sau đó bằng ít nhất một axit mạnh. Tốt hơn là, trong quá trình xử lý này bằng axit mạnh huyền phù nước theo sáng chế bao gồm nguyên liệu phosphat được điều hòa theo phương pháp theo sáng chế, huyền phù này bao gồm pha bột có thể tích giảm đến 40% hoặc thậm chí giảm đến 20% tổng khối lượng của huyền phù.

Ngoài ra và có lợi là, huyền phù nước theo sáng chế có tỷ trọng khối, đo được bằng tỷ trọng kế và ở hàm lượng chất rắn cao hơn 60% khối lượng, nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,7 đến 2.

Theo sáng chế, tốt hơn nếu axit mạnh là axit vô cơ mạnh. Theo sáng chế, tốt hơn nữa, nếu axit mạnh có pKa thấp hơn 4 hoặc thấp hơn 3, hoặc thấp hơn 2,5. Thậm chí tốt hơn nữa, nếu axit mạnh được chọn từ axit sulfuric, axit phosphoric, axit nitric, axit clohydric và hỗn hợp của chúng. Thậm chí tốt hơn nữa, nếu axit mạnh là axit sulfuric hoặc axit phosphoric.

Khi nguyên liệu phosphat được xử lý tiếp bằng axit mạnh, axit phosphoric được tạo ra có mặt trong dung dịch nước, trong khi thạch cao hoặc thạch cao phospho cũng được tạo ra mà sau đó phải được tách ra. Do đó, thạch cao phospho là thạch cao có nguồn gốc phosphat. Nó là canxi sulfat. Các dạng canxi sulfat khác nhau có thể có mặt, bao gồm canxi sulfat đã được hydrat hóa, canxi sulfat dihydrat hoặc canxi sulfat khan.

Có lợi là, phương pháp điều hòa theo sáng chế có thể làm cho thu được dạng tinh thể của thạch cao phospho trong quá trình xử lý bằng axit sau đó. Đặc

biệt có lợi là, phương pháp điều hòa theo sáng chế làm cho có thể thu được sự phân bố các dạng tinh thể khác nhau của các hạt thạch cao phospho cụ thể trong quá trình xử lý bằng axit sau đó. Các dạng tinh thể khác nhau của các hạt thạch cao phospho, thu được bằng phương pháp điều hòa theo sáng chế được ứng dụng với nguyên liệu phosphat trước, có thể được tách ra rất hiệu quả, đặc biệt là bằng cách lọc. Và rất có lợi là, các hạt thạch cao phospho này có tinh thể hình kim (A), dạng bảng (B) và dạng khối hoặc dạng kết tụ đa kết tinh (C). Ngoài các hình thái cụ thể, các dạng tinh thể khác nhau này có thể được đặc trưng bởi kích cỡ của chúng, nói chung theo các kích cỡ được thể hiện trong Bảng 1.

Bảng 1

	Chiều dài (μm)	Chiều rộng (μm)	Độ dày (μm)
Tinh thể hình kim	80-500	20-100	5-10
Tinh thể dạng bảng	40-200	30-150	5-10
Tinh thể dạng khối	40-200	30-150	vài chục
Dạng kết tụ đa kết tinh	Hình cầu có đường kính nằm trong khoảng từ 50 đến 100 μm		

Tốt hơn là, phương pháp điều hòa theo sáng chế làm cho có thể thu được tinh thể thạch cao với khả năng lọc được cải thiện. Có lợi là, các tinh thể thạch cao này có hình thái dạng khối. Đặc biệt là, kích thước ba chiều - chiều dài, chiều rộng và độ dày - của các tinh thể này tương đối giống nhau. Tốt hơn là, nhờ các kích thước tương đối gần nhau này, các tinh thể thạch cao thu được từ việc thực hiện phương pháp điều hòa theo sáng chế có hình thái chung gần với hình cầu hoặc hình dạng có thể phù hợp với thể tích hình cầu hoặc bán cầu. Do đó, tốt hơn là, phương pháp điều hòa theo sáng chế làm cho có thể thu được tinh thể thạch cao có tính hình cầu (tỷ lệ nằm trong khoảng từ bán kính của vòng tròn được ghi của hạt và bán kính đường tròn ngoại tiếp của hạt) mà đo độ lệch nằm trong khoảng từ hình dạng của hạt đối với hạt hình cầu gần bằng 1.

Vì vậy, phương pháp điều hòa theo sáng chế cho phép lọc hiệu quả các hạt thạch cao phospho. Do đó, hiệu suất hóa học toàn phần của quy trình điều chế axit

phosphoric là đặc biệt có lợi. Theo sáng chế, việc đánh giá hiệu suất hóa học toàn phần của quy trình điều chế axit phosphoric thể hiện bằng đương lượng P_2O_5 được thực hiện bằng cách so sánh độ chuẩn của mức hao hụt P_2O_5 trong thạch cao phospho trong quá trình điều chế dung dịch axit mạnh được tạo ra với độ chuẩn P_2O_5 của nguyên liệu ban đầu đá phosphat. Việc chuẩn độ mức hao hụt được thực hiện đối với dung dịch rửa thạch cao mà từ đó P_2O_5 đã được tẩm được phục hồi, và đối với tinh thể thạch cao trong đó P_2O_5 có mặt ở dạng chưa phản ứng hoặc dạng được kết tinh tổng hợp. Hiệu suất toàn phần sau đó được đánh giá theo phương trình:

$$Yld = \left(1 - \frac{Pt \times CaOpp}{CaOgy \times P2O5pp} \right) \times 100$$

trong đó:

- Yld là hiệu suất hóa học (%),
- Pt là tổng mức hao hụt P_2O_5 trong thạch cao,
- CaOpp là độ chuẩn CaO trong phosphat,
- CaOgy là độ chuẩn CaO trong thạch cao,
- P_2O_5pp là độ chuẩn P_2O_5 trong phosphat.

Có lợi là, việc thực hiện trước phương pháp điều hòa theo sáng chế giúp cải thiện hiệu suất của quy trình điều chế axit phosphoric sau đó. Đặc biệt là, sự cải thiện này có thể đến từ sự hạn chế mức hao hụt do không có mặt phản ứng, từ việc giảm sự bão axit phosphoric được tẩm trong thạch cao hoặc từ sự tách thạch cao tốt hơn làm cho có thể giảm được sự hao hụt của một phần phospho từ đá phosphat còn lại trong phần cặn rắn của quá trình lọc.

Theo cách đặc biệt có lợi, phương pháp điều hòa theo sáng chế cải thiện sự tách tinh thể thạch cao từ axit phosphoric sau đó nhờ việc lọc. Hệ số lọc hoặc khả năng lọc có thể được cải thiện cao hơn $0,5 \text{ tP}_2\text{O}_5/\text{m}^2/\text{d}$ hoặc $1 \text{ tP}_2\text{O}_5/\text{m}^2/\text{d}$ hoặc thậm chí $2 \text{ tP}_2\text{O}_5/\text{m}^2/\text{d}$, so với phương pháp tách không sử dụng polyme.

Các dấu hiệu đặc biệt, có lợi hoặc được ưu tiên của phương pháp theo sáng chế cho phép xác định tương tự về huyền phù và về phương pháp điều hòa hoặc vận chuyển theo sáng chế là đặc biệt, có lợi hoặc được ưu tiên.

Theo cách đặc biệt hiệu quả, các khía cạnh khác nhau theo sáng chế cải thiện hiệu quả của các giai đoạn khác nhau bằng cách sử dụng nguyên liệu phosphat. Đặc biệt là, sáng chế cải thiện đáng kể hiệu suất hóa học toàn phần của việc xử lý đá phosphat được sử dụng để điều chế axit phosphoric. Sáng chế cũng cải thiện đáng kể hiệu quả năng lượng của việc xử lý đá phosphat và điều chế axit phosphoric.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Các ví dụ sau minh họa các khía cạnh khác nhau của sáng chế.

Ví dụ 1: điều chế và đặc điểm đặc trưng của bột đá phosphat

Từ bột đá phosphat, là huyền phù nước chứa nước và các hạt nguyên liệu phosphat, đặc điểm đặc trưng của huyền phù này được xác định. Nguyên liệu phosphat lấy từ ba lớp trầm tích gần Khouribga (Ma-rốc). Bột được điều chế bằng cách trộn nước và đá phosphat đã làm vỡ và nghiền vụn, và tùy ý polyme anion theo sáng chế.

Nếu cần, bột có thể được cô đặc bằng ly tâm hoặc pha loãng bằng cách bổ sung nước.

Cỡ hạt của nguyên liệu phosphat:

Sự phân bố cỡ hạt của bột đá phosphat được đo bằng cách sử dụng thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laser Malvern Mastersizer 2000. Kết quả được thể hiện trong Bảng 2.

Bảng 2

Cỡ hạt trung bình	Kích cỡ (μm)
d_{10}	13,33
d_{50}	130,65
d_{90}	280,67

Tỷ trọng bột

Tỷ trọng được xác định ở 25°C bằng cách sử dụng tỷ trọng kế của kích cỡ 1,501/100 (Sheen S230729) với thể tích là 100 cm³. Tỷ trọng kế sạch được cân

trống. Bột đá phosphat đã nghiền đồng nhất được đưa vào tỷ trọng kế; không khí có mặt được thổi và tỷ trọng kế được đẩy kín. Tỷ trọng kế đầy được cân. Khối lượng của tỷ trọng kế trống được trừ cho khối lượng của tỷ trọng kế đầy, giá trị của sự sai khác này được nhân với 10 và thu được tỷ trọng của đá bột phosphat. Kết quả được thể hiện trong Bảng 3.

Bảng 3

	Hàm lượng chất rắn (% khối lượng)	Tỷ trọng
Bột không chứa polyme	51	1,538
Bột không chứa polyme	58	1,709
Bột chứa polyme (P3) 0,3% khối lượng	70	1,905

Việc sử dụng polyme theo sáng chế làm tăng đáng kể hàm lượng chất rắn của đá phosphat và tỷ trọng của bột trong khi vẫn cho phép dễ gia công bột đã được cô đặc này.

Độ nhớt của bột

300 g bột đá phosphat được đưa vào cốc dung tích 250 mL ở 25°C trong điều kiện khuấy cơ học (600 vòng/phút - trong 2 phút). Nếu cần, polyme theo sáng chế được bổ sung với lượng chất khô/chất khô của polyme khô tính theo lượng đá phosphat khô thể hiện trong Bảng 3. Dừng khuấy và, sau 90 giây, độ nhớt được đo ở 25°C bằng nhớt kế Brookfield có trang bị trục loại S63 với tốc độ quay là 100 vòng/phút. Kết quả được thể hiện trong Bảng 4.

Bảng 4

	Hàm lượng chất rắn (% khối lượng)	Độ nhớt (mPa·s)
Bột không chứa polyme	70	không đo được
Bột chứa polyme (P1) 0,2% khối lượng	> 70	230
Bột chứa polyme (P3) 0,3% khối lượng	> 70	260

lượng		
-------	--	--

Trong khi bột không chứa polyme không cho phép đo được độ nhớt, bột chứa polyme theo sáng chế có độ nhớt được kiểm soát làm cho dễ xử lý và vận chuyển, đặc biệt là theo trọng lực.

Phép đo độ ổn định của bột - sự dịch chuyển pha

200 mL bột đá phosphat được đưa vào cốc dung tích 250 mL ở 25°C trong điều kiện khuấy cơ học (2.050 vòng/phút – trong 2 phút). Nếu cần, polyme theo sáng chế được bổ sung theo lượng chất khô/chất khô tính theo lượng đá phosphate đã được làm khô thể hiện trong Bảng 4. Sau đó, 100 mL bột được rót vào ống thử nghiệm đã được chia độ và thể tích của các pha khác nhau tạo ra được ghi lại theo thời gian. Trong quá trình lắng đọng, có thể xuất hiện hai pha

Pha. Pha 1, là nước và không bao gồm các hạt nguyên liệu phosphat so sự xuất hiện của hiện tượng tách bột. Pha 2, bao gồm nước và các hạt nguyên liệu phosphat. Thể tích Pha 1 đã đo (mL) được thể hiện trong Bảng 5. Đây là phép đo sự dịch chuyển pha theo thời gian tính theo tốc độ lắng đọng.

Bảng 5

Thời gian (giờ)	50% bột không chứa polyme	60% bột chứa polyme (P1) 0,15% khối lượng
1	0,5	0
2	1	0
3	1,5	0
19	8	5
24	9	6

Có thể thấy rằng sự có mặt của polyme theo sáng chế làm cho có thể thu được huyền phù đặc nhiều hơn trong các hạt nguyên liệu phosphat và ổn định hơn. Thực tế, lượng bột đã dịch chuyển pha bằng 0 hoặc giảm rất nhiều so với bột không chứa polyme.

Độ ổn định của bột - xác định sự nở

Sự nở của đá bột phosphat được đo bằng lưu biến kế Haake Rheostress 600 có trang bị trục hình trụ CC20Ti. Sự nở ở 30°C của mẫu bột (16 mL) được xác định bằng cách đo độ nhớt đều đặn bằng cách làm tăng tốc độ của trục từ 0 đến 1500 vòng/phút (0 đến 660 s⁻¹) trong 120 giây. Kết quả thu được được thể hiện trong Bảng 6. Độ nhớt như vậy được đo ở các tốc độ trượt khác nhau làm cho nó có thể đánh giá được sự nở của bột. Do đó, nếu áp dụng độ nhớt tăng khi tốc độ trượt tăng, huyền phù đặc mở rộng.

Bảng 6

Bột (hàm lượng chất rắn - % khối lượng)	Độ nhớt (mPa·s)	
	ở 2 s ⁻¹	ở 600 s ⁻¹
bột không chứa polyme (> 70)	không đo được	không đo được
bột chứa polyme (P3) 0,1% khối lượng (60)	7,290	96

Một lần nữa, mặc dù bột không có polyme không cho phép đo được độ nhớt, bột chứa polyme theo sáng chế có độ nhớt được kiểm soát làm cho dễ dàng xử lý và vận chuyển, đặc biệt là theo trọng lực. Hơn nữa, có thể thấy rằng độ nhớt của nó không tăng với tốc độ trượt tăng; huyền phù theo sáng chế không nở.

Ví dụ 2: Điều chế axit phosphoric và đặc điểm đặc trưng của chất lượng của nó

Hạt nguyên liệu phosphat của huyền phù nước theo Ví dụ 1 được xử lý theo cách đã biết như vậy bằng axit sulfuric. Huyền phù đặc thu được được lọc để tách thạch cao phospho và để thu được dung dịch nước của axit phosphoric. Thu được dung dịch của axit phosphoric mạnh. Nếu cần, nó có thể được cô đặc bằng cách làm bay hơi nước trong điều kiện hút. Việc rửa thạch cao phospho bằng dung dịch nước của axit phosphoric hoặc bằng nước hoặc nước giàu sulfat có thể tạo ra dung dịch axit phosphoric trung bình hoặc yếu.

Công đoạn tương tự được sử dụng cho các huyền phù khác nhau theo Ví dụ 1.

Chất lượng của axit phosphoric được đặc trưng bởi các thông số khác nhau. Thời gian lọc cung cấp thông tin về hình dạng của tinh thể thạch cao phospho có mặt trong nguyên liệu phosphat. Thời gian lọc cũng cung cấp thông tin về chất lượng của axit phosphoric được tạo ra. Tỷ trọng cho biết độ chuẩn của axit phosphoric được tạo ra và phải trên 1,266 ở 25°C để đạt được chất lượng chấp nhận được thông thường.

Lượng sulfat tự do có mặt trong axit (g/L) được ước tính từ mức axit sulfuric cần không phản ứng trong quá trình xử lý hạt nguyên liệu phosphat trong huyền phù. Mức cao nghĩa là độ chuẩn axit phosphoric thấp và thời gian lọc thạch cao phospho cao. Tốt hơn là, dung dịch nước axit phosphoric chứa ion sulfat cần với nồng độ khối lượng nằm trong khoảng từ 20 đến 35 g/L. Tốt hơn nữa là, dung dịch nước axit phosphoric bao gồm ion sulfat cần với nồng độ khối lượng nằm trong khoảng từ 22 đến 26 g/L.

Tính lọc của nguyên liệu phosphat huyền phù (tấn $P_2O_5/m^2/ngày$) có thể cho phép đánh giá năng lực sản xuất của axit phosphoric mạnh. Tính lọc thạch cao phospho được liên kết với độ kết tinh của nó. Hình dạng đặc biệt của tinh thể thạch cao phospho có thể dẫn đến sự chồng chất gây suy giảm hiệu quả lọc hoặc dẫn đến sự tắc nghẽn thiết bị lọc. Khả năng lọc nên nằm trong khoảng từ 5 đến 7, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 6 đến 7, trên thang giá trị từ 1 đến 7. Khả năng lọc F được tính toán theo công thức:

$$F = \frac{A}{\left(1 - \frac{B}{100}\right) * \sqrt{t_1 + t_2 + t_3}}$$

trong đó:

- $A = 17,80$ hằng số cụ thể của kỹ thuật đo,
- B = hàm lượng hơi ẩm của thạch cao phospho (% khối lượng),
- t_1 = thời gian lọc của axit phosphoric mạnh (giây),
- t_2 = thời gian lọc axit phosphoric trung bình (giây),
- t_3 = thời gian lọc của axit phosphoric yếu (giây).

Kết quả thu được được thể hiện trong Bảng 7.

Bảng 7

Bột (hàm lượng chất rắn - % khối lượng)	Khả năng lọc
Bột không chứa polyme (60)	5
Bột chứa polyme (P1) 0,2% khối lượng (> 70)	7
Bột chứa polyme (P3) 0,3% khối lượng (> 70)	6

Sự có mặt của polyme theo sáng chế trong huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat làm cho có thể thu được khả năng lọc được duy trì hoặc thậm chí được cải thiện trong khi vẫn có thể làm tăng hàm lượng chất rắn. Hiệu suất của phương pháp sản xuất axit phosphoric mạnh được cải thiện.

Tỷ trọng của axit mạnh

Sau khi xử lý bằng axit và lọc nguyên liệu phosphat huyền phù, tỷ trọng của axit phosphoric mạnh được đo bằng tỷ trọng kế, được chia độ từ 1200 đến 1,300 hoặc từ 1,300 đến 1,400, và ở nhiệt độ là 25°C. Kết quả thu được được thể hiện trong Bảng 8.

Chất lượng của axit phosphoric được tạo ra: tỷ trọng và độ chuẩn của axit mạnh

Sau khi xử lý bằng axit và lọc nguyên liệu phosphat huyền phù, tỷ trọng của axit phosphoric mạnh được đo bằng tỷ trọng kế, được chia độ từ 1200 đến 1,300 hoặc từ 1,300 đến 1,400, và ở nhiệt độ là 25°C. Việc chuẩn độ dung dịch axit phosphoric được thực hiện theo cách đã biết như vậy. Kết quả thu được được thể hiện trong Bảng 8.

Bảng 8

Bột (hàm lượng chất rắn - % khối lượng)	Tỷ trọng	Khả năng lọc	Độ chuẩn P ₂ O ₅
Bột không chứa polyme (60)	1,274	5,4	25,33
Bột chứa polyme (P3) 0,3% khối lượng (> 70)	1,297	6,1	28,30

Sự có mặt của polyme theo sáng chế trong huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat làm cho có thể điều chế được bột đậm đặc cao với các đặc

tính được cải thiện rất nhiều. Độ chuẩn P_2O_5 được cải thiện. Tương tự, tỷ trọng axit được cải thiện.

Khi axit phosphoric được điều chế bằng cách xử lý huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat bằng axit sulfuric, tinh thể thạch cao phospho (canxi sulfat) phải có kích cỡ được kiểm soát để cải thiện sự tách của chúng bằng cách lọc. Kích cỡ và kích thước của tinh thể của chất giữ lại khác nhau của quá trình lọc được xác định bằng cách sử dụng kính hiển vi quang học (Olympus SZX-ILLD200, mục tiêu DF PLFL 1,6* PF) tạo ra hình ảnh được xử lý bằng phần mềm Imagej.

Các dạng tinh thể khác nhau có mặt: tinh thể hình kim (A), dạng bảng (B) hoặc dạng khối hoặc dạng kết tụ đa kết tinh (C). Có một vài khoảng kích cỡ đối với các tinh thể có hình dạng khác nhau này. Trong số đó, các tinh thể thuôn dài có kích cỡ khoảng 250 μm hoặc 220-350 μm (Q1), các tinh thể bán thuôn dài có kích cỡ khoảng 150 μm hoặc 125-160 μm (Q2) và các tinh thể hình sao hoặc dạng khối có kích cỡ khoảng 50 μm hoặc 40-85 μm (Q3). Dạng tinh thể (Q3) thu được kết quả về khả năng lọc tốt nhất.

Lượng tương đối của dạng tinh thể (Q3) được tăng và tính lọc của tinh thể thạch cao phospho được cải thiện.

Đánh giá mức hao hụt của axit phosphoric được tạo ra

Để điều chế axit phosphoric được biểu diễn bằng đương lượng P_2O_5 , hiệu suất hóa học toàn phần của quy trình điều chế axit phosphoric có thể bị suy giảm do mức hao hụt axit. Nói chung, phương pháp điều chế axit dẫn đến sự hao hụt axit ở các dạng khác nhau. Các mức hao hụt này có thể được xác định và đo. Phần (A) của mức hao hụt sản phẩm tương ứng với axit phosphoric có mặt trong đá phosphat không bị tấn công trong quá trình xử lý bằng axit. Phần (B) của mức hao hụt sản phẩm axit phosphoric liên quan đến axit được bẫy ở dạng được kết tinh tổng hợp trong tinh thể thạch cao phospho. Phần (C) của mức hao hụt sản phẩm axit phosphoric là kết quả từ sự có mặt của axit trong dung dịch trong nước rửa. Kết quả được thể hiện trong Bảng 9.

Bảng 9

Bột (hàm lượng chất rắn - % khối lượng)	Mức hao hụt P_2O_5 (% khối lượng)			Hiệu suất P_2O_5 (% khối lượng)
	A	B	C	
Bột không chứa polyme (60)	0,12	0,81	0,82	92
Bột không chứa polyme (> 70)	0,12	0,67	0,67	94,3
Bột chứa polyme (P3) 0,3% khối lượng (> 70)	0,08	0,68	0,25	95,3

Ngoài sự cải thiện lớn về hiệu suất toàn phần của phản ứng điều chế axit phosphoric, việc sử dụng polyme theo sáng chế trong huyền phù nước chứa hạt nguyên liệu phosphat làm giảm mức hao hụt khác nhau của axit phosphoric. Đặc biệt là, mức hao hụt axit là kết quả từ nguyên liệu phosphat không bị tấn công trong quá trình xử lý axit được giảm đáng kể.

Vì vậy, phương pháp điều hòa theo sáng chế mang lại các đặc tính đặc biệt cho các hạt nguyên liệu phosphat cũng như cho hỗn hợp của hạt nguyên liệu phosphat và polyme theo sáng chế.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp điều chế huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ của nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng, là thấp hơn 1500 mPa.s, bao gồm sự phân tán trong nước hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm khi được đo bởi thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laze, với sự có mặt của ít nhất một polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến 90000 g/mol và thu được bằng phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng, trong đó lượng theo khối lượng của polyme anion không được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5% tính theo lượng nguyên liệu phosphat khô.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sự phân tán được thực hiện sau khi nguyên liệu phosphat đã được nghiền vỡ.
3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc 2, trong đó polyme được trung hòa một phần hoặc toàn bộ.
4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó polyme anion thu được bằng phản ứng polyme hóa cũng bằng cách sử dụng ít nhất một axit khác được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic, axit maleic, axit itaconic và các muối của chúng hoặc ít nhất một este của axit được chọn từ axit acrylic và axit metacrylic.
5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 2000 đến 90000 g/mol.
6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 5, trong đó lượng theo khối lượng của polyme anion không được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2%, tính theo lượng nguyên liệu phosphat khô.

7. Phương pháp theo điểm 1, trong đó polyme anion không được sulfonat hóa.
8. Phương pháp theo điểm 1, trong đó nồng độ theo khối lượng của hạt nguyên liệu phosphat trong huyền phù nước là cao hơn 50%.
9. Phương pháp theo điểm 1, trong đó độ nhớt Brookfield của huyền phù, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C và với tốc độ 100 vòng/phút, là thấp hơn 1200 mPa·s.
10. Phương pháp theo điểm 1, trong đó độ nhớt Brookfield của huyền phù, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C và với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ cao hơn 60% khối lượng của nguyên liệu phosphat, là thấp hơn 1500 mPa·s, 1200 mPa·s hoặc 1000 mPa·s.
11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 10, trong đó các hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ đường kính trung bình thấp hơn 200 μm hoặc thấp hơn 150 μm hoặc kích cỡ cao hơn 30 μm khi được đo bởi thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laze.
12. Phương pháp theo điểm 1, trong đó sự phân tán trong nước của hạt nguyên liệu phosphat được thực hiện trong điều kiện khuấy.
13. Huyền phù nước chứa ít nhất một nguyên liệu phosphat, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ của nguyên liệu phosphat cao hơn 45% khối lượng, là thấp hơn 1500 mPa·s, bao gồm nước và các hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ đường kính trung bình nằm trong khoảng từ 10 đến 400 μm khi được đo bởi thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laze và được phân tán với sự có mặt của ít nhất một polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến

90000 g/mol và thu được nhờ phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng,

trong đó lượng theo khối lượng của polyme anion khô được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,05 đến 5% tính theo lượng nguyên liệu phosphat khô.

14. Huyền phù nước theo điểm 13, trong đó polyme được trung hòa một phần hoặc hoàn toàn.

15. Huyền phù nước theo điểm bất kỳ trong số các điểm 13 và 14, trong đó polyme anion thu được nhờ phản ứng polyme hóa cũng bằng cách sử dụng ít nhất một este của axit được chọn từ axit acrylic và axit metacrylic.

16. Huyền phù nước theo điểm 13, trong đó polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 2000 đến 90000 g/mol.

17. Huyền phù nước theo điểm 13, trong đó lượng theo khối lượng của polyme anion khô được sử dụng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 2%, tính theo lượng nguyên liệu phosphat khô.

18. Huyền phù nước theo điểm 13, trong đó nồng độ theo khối lượng của hạt nguyên liệu phosphat là cao hơn 50%.

19. Huyền phù nước theo điểm 13, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C và với tốc độ 100 vòng/phút, là thấp hơn 1200 mPa·s.

20. Huyền phù nước theo điểm 13, độ nhớt Brookfield của nó, được đo 90 giây sau khi điều chế, ở 25°C, với tốc độ 100 vòng/phút và ở nồng độ cao hơn 60% khối lượng của nguyên liệu phosphat, là thấp hơn 1500 mPa·s, 1200 mPa·s hoặc 1000 mPa·s.

21. Huyền phù nước theo điểm 13, trong đó các hạt nguyên liệu phosphat có kích cỡ đường kính trung bình thấp hơn 200 μm hoặc thấp hơn 150 μm hoặc kích cỡ cao hơn 30 μm khi được đo bởi thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laze.

22. Phương pháp điều hòa nguyên liệu phosphat, để xử lý nó sau đó ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C bằng ít nhất một axit mạnh, bao gồm việc cho nguyên liệu phosphat tiếp xúc với ít nhất một polyme anion có khối lượng phân tử khối (M_w) nằm trong khoảng từ 1000 đến 90000 g/mol và thu được nhờ phản ứng polyme hóa ít nhất một axit được chọn từ axit acrylic, axit metacrylic và các muối của chúng.

23. Phương pháp theo điểm 22, trong đó polyme được xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 3 đến 7.

24. Phương pháp điều hòa theo điểm 22, trong đó nguyên liệu phosphat là ở dạng hạt, có kích cỡ đường kính trung bình thấp hơn 400 μm khi được đo bởi thiết bị phân tích cỡ hạt nhiễu xạ tia laze.

25. Phương pháp theo điểm 22, trong đó huyền phù nước chứa, trong quá trình xử lý tiếp theo ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 100°C bằng ít nhất một axit mạnh, pha bột có thể tích giảm xuống 40% hoặc thậm chí giảm xuống 20% tổng thể tích của huyền phù hoặc, trong đó huyền phù nước có tỷ trọng khối, được đo bằng tỷ trọng kế và ở hàm lượng chất rắn cao hơn 60% khối lượng, nằm trong khoảng từ 1,5 đến 2, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,7 đến 2.