



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

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



1-0041830

(51)^{2019.01} C01B 25/01; C01B 25/32; C01B 25/226; (13) B
C01B 25/22; C01B 25/225

(21) 1-2020-00597

(22) 10/08/2018

(86) PCT/EP2018/071818 10/08/2018

(87) WO 2019/030403 14/02/2019

(30) BE2017/5554 11/08/2017 BE

(45) 25/11/2024 440

(43) 25/05/2020 386

(73) Prayon Technologies (BE)

rue Joseph Wauters, 144 Engis, 4480 Belgium

(72) Alexandre WAVREILLE (BE); Livio LEDERER (FR); Léon NINANE (BE).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP ĂN MÒN AXIT NGUỒN PHOSPHAT

(57) Sáng chế đề cập đến phương pháp ăn mòn axit với axit sulfuric nguồn phosphat chứa canxi hoặc không chứa canxi trong khoảng thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút ở các điều kiện trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8, và hàm lượng trong P_2O_5 trong bể ăn mòn là nhỏ hơn 6%.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến phương pháp ăn mòn axit nguồn phosphat chứa canxi và phương pháp ăn mòn axit nguồn phosphat không chứa canxi để sản xuất hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Thuật ngữ “nguồn phosphat không chứa canxi” có nghĩa là canxi liên kết hoặc không liên kết với ion phosphat, ion hydro phosphat và/hoặc ion dihydro phosphat nhỏ hơn 10% khối lượng, tốt hơn là nhỏ hơn 5% khối lượng, tốt hơn là 1% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng và thậm chí tốt hơn nữa là 0,05% khối lượng hoặc thấp hơn so với tổng khối lượng của chất khô của nguồn phosphat (105°C khô).

Nguồn phosphat không chứa canxi được liên kết bao gồm, ví dụ, sắt phosphat, nhôm phosphat, lithi phosphat, kẽm phosphat, mangan phosphat hoặc phosphat hỗn hợp. Theo phương án này, canxi được thêm vào nguồn phosphat để đạt được tỷ lệ mol SO_4/Ca nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 trong bể ăn mòn.

Hiện tượng ăn mòn axit của nguồn phosphat chứa canxi đã được biết đến rộng rãi trong tình trạng kỹ thuật.

Quy trình truyền thống có bản chất tương tự bao gồm bước cho đá phosphat phản ứng với axit sulfuric ở điều kiện làm tăng sự kết tinh của canxi sulfat dihydrat hoặc thạch cao ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Sau đó, vữa thạch cao thu được trong lò phản ứng thứ nhất có thể được cho qua lò phản ứng thứ hai, quy trình trưởng thành làm tăng kích thước của các hạt sulfat được tạo ra, cho mục đích làm tăng khả năng lọc. Sau đó vữa bê tông được lọc để thu axit phosphoric có hàm lượng P_2O_5 tự do nằm trong khoảng từ 25 đến 35% khối lượng.

Việc sản xuất axit phosphoric thông qua axit sulfuric ăn mòn được biết là tạo ra nhiệt độ và nồng độ của P_2O_5 và/hoặc nồng độ của SO_3 cao hơn, vữa của canxi sulfat ở dạng hemihydrat ($\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2} \text{H}_2\text{O}$) hoặc của thạch cao khan. Các quy trình này thường tạo ra axit phosphoric cô đặc và sulfat dễ lọc, nhưng hiệu suất chiết P_2O_5 trong các quy trình này không được tốt như quy trình truyền thống. Sau khi ăn mòn axit, trong một số trường hợp nhất định, canxi sulfat hemihydrat thu được được chuyển hóa thành canxi sulfat dihydrat (Ullman's Encyclopaedia of Industrial Chemistry, 2008, trang 8 và 9).

Quy trình này cũng được biết là có cho đá phosphat chịu một lần nữa các điều

kiện ăn mòn theo quy trình truyền thống để đạt được vữa thứ nhất trong đó thạch cao được tạo ra có kích thước hạt có khả năng lọc tốt. Một phần của vữa thứ nhất này sau đó được lấy làm mẫu và cho chịu các điều kiện trong đó thạch cao được chuyển hóa thành hemihydrat, nhờ đó tạo ra vữa thứ hai. Phần còn lại của vữa thứ nhất sau đó được trộn với vữa thứ hai, và vữa thu được được lọc (xem WO 2005/118470).

Vấn đề chính ảnh hưởng đến việc sản xuất phần dư axit phosphoric trong việc làm nghèo là phần lắng khoáng vật giàu P_2O_5 . Phần lắng này đã được khai thác. Do đó, khoáng vật có hàm lượng P_2O_5 được cho là nghèo, ví dụ có hàm lượng P_2O_5 có 25% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với đá phosphat, hoặc trong một số trường hợp nhất định là 20% hoặc nhỏ hơn.

Quy trình cho phép sử dụng các khoáng vật này và chiết, trong đó việc sản xuất axit phosphoric có chất lượng cao được mô tả trong đơn sáng chế quốc tế WO2011/067321. Các điều kiện ăn mòn của quy trình này bao gồm phản ứng theo hệ số tỷ lệ đáng kể giữa axit sulfuric được đưa vào và canxi có trong đá phosphat, còn hàm lượng P_2O_5 tự do trong vữa kết tinh được duy trì ở mức cao nằm trong khoảng từ 38 đến 50% khối lượng và nhiệt độ được duy trì trong khoảng từ 70 đến 90°C. Ngạc nhiên là, các điều kiện này làm tăng độ mịn và ổn định của tinh thể dihydrat. Sau đó vữa này được cho chịu nhiệt độ tăng trong suốt quá trình này, các hạt dihydrat hòa tan và giải phóng P_2O_5 không bị ăn mòn hoặc đồng kết tinh, đồng thời đạt được sự kết tinh của canxi sulfat hemihydrat có khả năng lọc tốt và sản xuất axit phosphoric với hàm lượng SO_3 tự do rất thấp. Lưu ý rằng, các khoáng vật có hàm lượng P_2O_5 càng nghèo thường có hàm lượng tạp chất càng cao. Hàm lượng tạp chất thường được biểu hiện dưới dạng tỷ lệ $(Al_2O_3 + Fe_2O_3 + MgO)/P_2O_5 \times 100$, còn được gọi là MER (Minor Element Ratio - tỷ lệ nguyên tố phụ). Phosphat được cho là cổ điển, đặc trưng bởi tỷ lệ MER nằm trong khoảng từ 5 đến 8.

Vượt quá 10, hàm lượng tạp chất là rất quan trọng bởi vì nó bắt đầu ảnh hưởng đến sự kết tinh của canxi sulfat ở dạng thạch cao trong quá trình ăn mòn khoáng vật bởi axit sulfuric. Ở hàm lượng tạp chất này, việc sản xuất axit phosphoric là một vấn đề, cụ thể bởi vì hậu quả ảnh hưởng đến sự kết tinh của canxi sulfat dihydrat và việc lọc chất này. Do đó, đó là hạn chế đáng kể trong tất cả các quy trình mà bước lọc xảy ra trực tiếp sau khi ăn mòn đá phosphat.

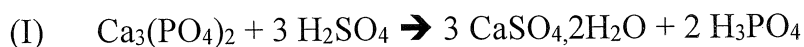
Trong quy trình như được mô tả ở đơn sáng chế số WO2011/067321, sự kết tinh

thạch cao cũng bị ảnh hưởng bởi tạp chất, nhưng bởi vì thạch cao không có mục đích để được lọc, vấn đề này là không quan trọng.

Tài liệu WO2012/163425 có mục đích phát triển quy trình sản xuất axit phosphoric thông qua việc ăn mòn đá phosphat có chất lượng kém sử dụng axit sulfuric để cho phép thu được axit phosphoric được sản xuất có chất lượng cao và có hiệu quả chiết P_2O_5 tốt từ đá. Hơn nữa, quy trình này phải có khả năng được áp dụng trong các thiết bị truyền thống và hiện có, và không yêu cầu chuyển đổi tốn kém mà không chứng minh được là có hiệu quả kinh tế. Theo tài liệu này, quy trình bao gồm, trong quá trình ăn mòn, việc bổ sung nguồn flo trong vữa thứ nhất với hàm lượng nằm trong khoảng từ 1 đến 5% khối lượng F so với P_2O_5 có trong đá phosphat. Các điều kiện ăn mòn là các điều kiện sao cho chúng mang lại phản ứng theo hệ số tỷ lệ về cơ bản giữa axit sulfuric được đưa vào và canxi có trong đá phosphat, chủ yếu ở dạng cacbonat và canxi phosphat. Pha nước axit của vữa thứ nhất thu được từ quá trình ăn mòn không chứa hoặc chứa rất ít axit sulfuric tự do và hàm lượng của nó trong P_2O_5 tự do là tương đối cao.

Có thể thấy, khó khăn trong việc sản xuất axit phosphoric từ đá phosphat là luôn luôn có hiệu suất ăn mòn vừa đủ, axit có chất lượng chấp nhận được và canxi sulfat mà dễ bình ổn hơn hoặc khó bình ổn hơn và, trong phạm vi này, người ta thường chấp nhận việc ăn mòn đá phosphat với axit sulfuric cô đặc phải được thực hiện như phản ứng theo hệ số tỷ lệ để tạo ra axit phosphoric thô và đảm bảo tỷ lệ chiết của P_2O_5 đủ và có hiệu quả kinh tế.

Trong trường hợp sản xuất axit phosphoric bằng cách ăn mòn đá phosphat với axit sulfuric bằng phản ứng theo hệ số tỷ lệ, phản ứng này được viết như sau:



trong đó tỷ lệ mol $SO_4/Ca = 3/3$, tức là = 1

Biết rằng axit phosphoric được tạo ra do đó có thể được sử dụng kết hợp với bazơ vôi để sản xuất dicanxi phosphat (DCP) dùng trong thực phẩm (cho người hoặc động vật) hoặc cho ứng dụng bất kỳ khác.

Tài liệu GB-938468 mô tả việc sản xuất monocanxi phosphat (MCP) hoặc dicanxi phosphat (DCP) từ đá phosphat hoặc từ khoáng vật tự nhiên với axit clohydric.

Tài liệu WO 2015/082468 mô tả việc ăn mòn đá phosphat bằng axit clohydric.

Đáng tiếc là, phương pháp ăn mòn axit clohydric yêu cầu bước làm sạch DCP để loại bỏ ion clorua mà không, ví dụ, thuộc các phân loại nhất định của DCP kỹ thuật.

Quy trình sử dụng axit clohydric tạo ra canxi clorua dư trong đó một phần tạp chất của nguyên liệu thô sẽ tích tụ. Để hoàn thiện, quy trình này yêu cầu xử lý tinh sạch bổ sung. Ngoài ra, sự có mặt của axit clohydric trong bể ăn mòn gây ra vấn đề về ăn mòn trong thiết bị khi nhiệt độ cao hơn hoặc bằng 60°C.

Từ tài liệu US3161466, còn biết được rằng phương pháp ăn mòn đá phosphat sử dụng axit sulfuric. Trong quy trình được mô tả trong tài liệu này, bước ăn mòn sử dụng axit sulfuric thứ nhất được thực hiện trong bể ăn mòn để thu vữa sệt, vữa sệt này có thể được để lại để trưởng thành hoặc được chuyển đến bể thứ hai ở đó vữa sệt này sẽ trải qua bước ăn mòn axit bổ sung. Quy trình này dựa trên sự kiểm soát pH liên tiếp, pH tăng lên giúp tăng sự kết tủa có chọn lọc các tạp chất khác nhau có trong pha lỏng (chất lỏng). Chất lỏng chứa MCP và axit phosphoric có khối lượng cao.

Tuy nhiên, quy trình được mô tả là có hạn chế bởi vì không những quy trình này yêu cầu sự kiểm soát pH chặt chẽ ở mỗi bước bởi vì sự kết tủa có chọn lọc đã nêu, mà còn không hiệu quả về mặt kinh tế do bao gồm nhiều bước và cần thời gian để xử lý đá phosphat.

Cuối cùng, một quy trình khác được mô tả trong tài liệu GB793801, trong tài liệu này, quy trình được mô tả bao gồm bước ăn mòn đá phosphat gần theo hệ số tỷ lệ với axit sulfuric được cô đặc trong khoảng từ 14 đến 62%. Mục đích của quy trình được mô tả này là sự thu hồi đất hiếm có trong đá phosphat. Do đó, một trong số các bước quan trọng là bước hòa tan hoàn toàn đá phosphat để tạo pha lỏng mà từ đó đất hiếm có thể được chiết. Do đó, quy trình này bao gồm bước bổ sung silic oxit để duy trì đất hiếm trong dung dịch, và cần khoảng thời gian ăn mòn xấp xỉ 24 giờ. Hàm lượng P_2O_5 so với canxi (P_2O_5/Ca) được công bố trong tài liệu nằm trong khoảng từ 10/1 đến 4/1.

Có thể thấy, quy trình này tốn thời gian và cần chi phí đáng kể để xử lý đá phosphat, mặc dù thực tế rằng quy trình này chắc chắn là đem lại lợi ích bởi việc chiết đất hiếm có giá trị thương mại đáng kể. Tuy nhiên, về khía cạnh tạo ra chất trên cơ sở phosphat được tinh sạch, hiệu quả kinh tế của quy trình này phải được đặt câu hỏi.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là giải quyết các hạn chế của tình trạng kỹ thuật bằng cách tìm ra quy trình có lợi ích về mặt kinh tế cân bằng tối ưu giữa chi phí năng lượng, chi phí sản xuất, độ bền nguyên liệu được sử dụng trong thiết bị sản xuất và sự linh hoạt

của nguyên liệu thô.

Thực vậy, một trong số các mục đích của sáng chế này là tìm ra quy trình cho phép xử lý đá có hàm lượng phosphat cao, cũng như đá có hàm lượng phosphat thấp và nguồn phosphat thứ hai.

Để giải quyết vấn đề này, sáng chế đề xuất phương pháp ăn mòn axit nguồn phosphat chứa canxi để sản xuất hợp chất phosphat được tinh chế như đã đề cập ban đầu, bao gồm các bước:

a) ăn mòn axit với axit sulfuric nguồn phosphat này trong thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút với sự tạo thành huyền phù thứ nhất chứa chất rắn thứ nhất và pha lỏng thứ nhất trong đó chất rắn thứ nhất ở dạng huyền phù, chất rắn thứ nhất này chứa ít nhất canxi phosphat và tạp chất, pha lỏng thứ nhất này chứa axit phosphoric và monocanxi phosphat hòa tan, bước ăn mòn này được thực hiện ở các điều kiện đầu vào trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 và hàm lượng P_2O_5 nhỏ hơn 6%,

b) lọc lần thứ nhất huyền phù thứ nhất này với việc tách chất rắn thứ nhất này từ pha lỏng thứ nhất này, và

c) thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này hợp chất phosphat được tinh chế.

Tỷ lệ mol SO_4/Ca xác định lượng axit cần để ăn mòn nguồn phosphat chứa Ca ở đầu vào của chất phản ứng.

Tốt hơn là, hàm lượng P_2O_5 là hàm lượng P_2O_5 được hòa tan trong pha lỏng thứ nhất này.

Tốt hơn là, bước ăn mòn axit này được thực hiện trong 1, 2 hoặc nhiều bể ăn mòn.

Mô tả chi tiết sáng chế

Có thể thấy, quy trình theo sáng chế là phương pháp ăn mòn ở điều kiện rất gần hệ số tỷ lệ, như tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi (SO_4/Ca) có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 đem lại một số lợi ích. Thứ nhất, việc tiêu thụ axit sulfuric được giảm xuống và nhiều nguồn phosphat có thể được xử lý bằng quy trình theo sáng chế đối với mục đích tạo ra nhiều hợp chất phosphat được tinh chế. Thực vậy, quy trình theo sáng chế có thể được sử dụng để thu pha lỏng mà chứa axit phosphoric và monocanxi phosphat mà từ đó đicanxi phosphat cũng có thể được thu lại, do đó đem lại độ mềm dẻo tốt. Thực vậy, đicanxi

phosphat có thể được ăn mòn để tạo ra axit phosphoric tương đối tinh khiết và dẫn xuất của nó. Ngoài ra, khoảng thời gian ăn mòn là tương đối ngắn, do đó làm giảm chi phí sản xuất bởi việc kết hợp tác động của độ mềm dẻo của nguồn phosphat và nhiều sản phẩm thu được. Chi phí bảo trì có thể còn được giảm xuống do tính ăn mòn của môi trường phản ứng được giảm xuống.

Để đạt được tỷ lệ mol sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi, hàm lượng canxi đa phần dựa vào hàm lượng canxi trong nguồn phosphat, nhưng luôn luôn có thể thêm một chút canxi nếu cần.

Tốt hơn là, quy trình theo sáng chế bao gồm các bước:

- ăn mòn axit trong 1, 2 hoặc một vài bể ăn mòn với axit sulfuric nguồn phosphat này trong khoảng thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút với sự tạo thành huyền phù thứ nhất chứa chất rắn thứ nhất và pha lỏng thứ nhất trong đó chất rắn thứ nhất ở dạng huyền phù, chất rắn thứ nhất này chứa ít nhất canxi phosphat và tạp chất, pha lỏng thứ nhất này chứa axit phosphoric và monocanxi phosphat hòa tan, bước ăn mòn này được thực hiện ở các điều kiện đầu vào trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 và hàm lượng P_2O_5 trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là nhỏ hơn 6%,

- lọc lần thứ nhất huyền phù thứ nhất này với việc tách chất rắn thứ nhất này từ pha lỏng thứ nhất này, và

- thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này hợp chất phosphat được tinh chế.

Tỷ lệ mol SO_4/Ca xác định lượng axit cần để ăn mòn nguồn phosphat chứa Ca ở đầu vào của chất phản ứng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn.

Tốt hơn là, quy trình theo sáng chế bao gồm các bước:

- ăn mòn axit trong 1, 2 hoặc một vài bể ăn mòn với axit sulfuric nguồn phosphat này trong khoảng thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút với sự tạo thành huyền phù thứ nhất chứa chất rắn thứ nhất và pha lỏng thứ nhất trong đó chất rắn thứ nhất ở dạng huyền phù, chất rắn thứ nhất này chứa ít nhất canxi phosphat và tạp chất, pha lỏng thứ nhất này chứa axit phosphoric và monocanxi phosphat hòa tan, bước ăn mòn này được thực hiện ở các điều kiện đầu vào trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 và P_2O_5 hàm lượng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là nhỏ

hơn 6%,

- lọc lần thứ nhất huyền phù thứ nhất này với việc tách chất rắn thứ nhất này từ pha lỏng thứ nhất này, và

- thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này hợp chất phosphat được tinh chế.

Tỷ lệ mol SO_4/Ca xác định lượng axit cần để ăn mòn nguồn phosphat chứa Ca ở đầu vào của chất phản ứng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn.

Tốt hơn là, bước a) ăn mòn axit này bao gồm:

- ăn mòn axit trong một bể ăn mòn, hoặc

- ăn mòn axit trong bể ăn mòn thứ nhất có bổ sung axit sulfuric và chuyển huyền phù thứ nhất này được tạo ra hoặc đang được tạo ra trong bể ăn mòn thứ nhất đến bể ăn mòn thứ hai mà không bổ sung axit sulfuric, hoặc

- ăn mòn axit trong hai bể ăn mòn liên tiếp có bổ sung axit sulfuric trong hai bể, hoặc

- ăn mòn axit trong ba bể ăn mòn, hoặc

- ăn mòn axit trong bể ăn mòn thứ nhất có bổ sung axit sulfuric và chuyển huyền phù thứ nhất này được tạo ra hoặc đang được tạo ra trong bể ăn mòn thứ nhất đến bể ăn mòn thứ hai và thứ ba mà không bổ sung axit sulfuric, hoặc

- ăn mòn axit trong bể ăn mòn thứ nhất và bể ăn mòn thứ hai có hoặc không có bổ sung axit sulfuric và chuyển huyền phù thứ nhất này được tạo ra hoặc đang được tạo ra trong bể ăn mòn thứ nhất và bể ăn mòn thứ hai đến bể ăn mòn thứ ba mà không bổ sung axit sulfuric.

Theo một phương án cụ thể của sáng chế, quy trình theo sáng chế bao gồm các bước:

- ăn mòn axit trong bể ăn mòn với axit sulfuric nguồn phosphat này trong khoảng thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút với sự tạo thành huyền phù thứ nhất chứa chất rắn thứ nhất và pha lỏng thứ nhất trong đó chất rắn thứ nhất ở dạng huyền phù, chất rắn thứ nhất này chứa ít nhất canxi phosphat và tạp chất, pha lỏng thứ nhất này chứa axit phosphoric và monocanxi phosphat hòa tan, bước ăn mòn này được thực hiện ở các điều kiện đầu vào trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 và P_2O_5 hàm lượng trong bể ăn mòn là nhỏ hơn 6%,

- lọc lần thứ nhất huyền phù thứ nhất này với việc tách chất rắn thứ nhất này

từ pha lỏng thứ nhất này, và

- thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này hợp chất phosphat được tinh chế.

Tỷ lệ mol SO_4/Ca xác định lượng axit cần để ăn mòn nguồn phosphat chứa Ca ở đầu vào của chất phản ứng trong bể ăn mòn.

Theo một phương án, nguồn phosphat không chứa bất kỳ canxi nào. Thuật ngữ “nguồn phosphat không chứa canxi” có nghĩa là hàm lượng canxi là 10% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 5% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn, và thậm chí tốt hơn nữa là nhỏ hơn 0,05% khối lượng so với tổng khối lượng của chất khô của nguồn phosphat (105°C khô).

Nguồn phosphat không chứa canxi có thể có nguồn gốc khoáng vật hoặc vô cơ, như, ví dụ, tro tiêu hóa kỵ khí của chất thải vô cơ, như ví dụ phân bón, bùn của nhà máy xử lý nước thải, phân trộn, phân, phần còn lại từ công nghiệp kim loại hoặc từ công nghiệp hóa học, bao gồm hóa học phosphat, hóa học thực phẩm, bùn của nhà máy nước thải, phân chim, phân bón, phân, và chất thải vô cơ. Nguồn này còn có thể được tìm thấy ở dạng sắt, nhôm, chì, kẽm và mangan phosphat. Theo phương án này, canxi được thêm vào nguồn phosphat để thu được tỷ lệ mol SO_4/Ca nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 trong bể ăn mòn.

Ngạc nhiên là, có một vấn đề nảy sinh là sự kết hợp của các điều kiện rất gần hệ số tỷ lệ lượng (lượng nhỏ axit sulfuric để ăn mòn nguồn phosphat) với khoảng thời gian ăn mòn giảm xuống có thể được thực hiện để tạo ra hợp chất được tinh sạch chứa phosphat dễ thu hồi và có hiệu quả kinh tế, đồng thời nồng độ của P_2O_5 trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn được giảm xuống, nhưng vẫn có mức độ tinh khiết đủ cho sản xuất tiếp theo, bao gồm không giới hạn ở, sản xuất DCP dùng trong thực phẩm ở quy mô công nghiệp. Do đó, trong quy trình theo sáng chế, việc chiết P_2O_5 từ nhiều nguồn phosphat là tối ưu, bất kể rằng nguồn phosphat có hoặc không có nồng độ phosphat cao. Điều này có nghĩa rằng một khi quy trình được thực hiện ở địa điểm sản xuất, nhà công nghiệp không những có thể khai thác đá thông thường có nồng độ canxi phosphat cao, mà còn có thể khai thác đá có nồng độ canxi phosphat thấp hoặc sản phẩm thứ cấp bất kỳ chứa canxi phosphat.

Bằng cách sử dụng tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8, tỷ

lệ của chất rắn so với pha lỏng là thấp, tức là mật độ huyền phù là thấp. Sulfat có trong bể ăn mòn hoặc trong các bể ăn mòn chủ yếu đến từ đá nhưng cũng có thể đến từ nguồn phosphat và có thể từ nước pha loãng. Thực vậy, hàm lượng chất rắn trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn thường nhỏ hơn 16%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 4% đến 15%, nhờ đó tạo ra huyền phù thay vì vữa và sự có mặt của hàm lượng chất rắn thấp, điều này là khác thường trong quy trình xử lý nguồn phosphat trong đó khoảng thời gian ăn mòn là ngắn, axit sulfuric được pha loãng, và bước lọc là cần thiết.

Trong quy trình theo sáng chế, phản ứng là phản ứng gần hệ số theo tỷ lệ, theo phản ứng

$$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + 2 \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O} \rightarrow 2 \text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$$
 với tỷ lệ mol SO_4/Ca lý thuyết là khoảng 0,66,

Bằng cách áp dụng tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 gần nhất có thể với tỷ lệ SO_4/Ca lý thuyết, các điều kiện ăn mòn có khả năng đa phần nằm dưới đường cong kết tủa của canxi với ion phosphat và do đó tạo ra MCP có thể tan trong pha lỏng axit, trong đó hiệu suất chiết của P_2O_5 được xác định là lớn hơn 90%.

Theo phương án cụ thể, tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 có thể thu được bằng cách bổ sung canxi trong hệ nếu nguồn phosphat không chứa canxi.

Thuật ngữ “ăn mòn axit sử dụng axit vô cơ, tốt hơn là axit sulfuric từ nguồn phosphat trong khoảng thời gian được xác định trước” nên được hiểu rằng khoảng thời gian được xác định trước là thời gian trung bình dùng trong một hoặc một vài bể ăn mòn, cho việc ăn mòn từng mẻ hoặc ăn mòn liên tiếp, có thể có pha tái chế, như được đề cập dưới đây.

Trong quy trình theo sáng chế, chất rắn thứ nhất bao gồm canxi phosphat không bị ăn mòn và canxi sulfat (canxi sulfat hemihydrat, thạch cao khan hoặc thạch cao) và tạp chất. Canxi sulfat đa phần ở dạng thạch cao (canxi sulfat dihydrat).

Thuật ngữ “monocanxi phosphat” được sử dụng để miêu tả hợp chất có công thức $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ (MCP) đã được biết đến dưới một số tên, như monocanxi phosphat, canxi phosphat đơn bazơ, canxi biphosphat, canxi axit phosphat, axit canxi phosphat, canxi phosphat một bazơ, canxi dihydro phosphat.

Tốt hơn là, khoảng thời gian được xác định trước là nhỏ hơn 120 phút, tốt hơn là

nhỏ hơn 90 phút, thậm chí tốt hơn nữa là nhỏ hơn 60 phút và cụ thể là nhỏ hơn 45 phút, và thậm chí cụ thể hơn là xấp xỉ 30 phút.

Có thể thấy, khoảng thời gian được xác định trước mà trong đó quá trình ăn mòn axit diễn ra có thể được giảm xuống để đạt được thời gian ăn mòn ngắn nhất có thể là 60 phút, cụ thể là 45 phút, và thậm chí là 30 phút.

Theo một phương án cụ thể, hàm lượng P_2O_5 trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là nhỏ hơn 5%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 4% trong P_2O_5 và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3%.

Thực vậy, trong quy trình theo sáng chế, hàm lượng P_2O_5 là tương đối thấp trong môi trường ăn mòn, nhưng vẫn đủ tinh khiết, ngoài mong đợi, để được thu hồi dưới dạng hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat.

Theo một phương án được ưu tiên khác của quy trình theo sáng chế, bước ăn mòn này được thực hiện ở nhiệt độ môi trường.

Theo một phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, bước ăn mòn này được thực hiện ở nhiệt độ trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là $90^{\circ}C$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là $80^{\circ}C$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $75^{\circ}C$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn nữa là $60^{\circ}C$ hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là cao hơn $40^{\circ}C$.

Thực vậy, theo sáng chế, đã quan sát được rằng có thể xử lý đá bằng cách ăn mòn axit ở nhiệt độ nói chung là thấp, có thể nằm trong khoảng từ 40 đến $60^{\circ}C$, giúp loại bỏ yêu cầu về đầu vào nhiệt và còn giảm chi phí sản xuất từ chi phí năng lượng, đồng thời sử dụng axit sulfuric được pha loãng, do đó giảm phần dư SO_3 trong hợp chất phosphat được tinh sạch.

Tốt hơn là, axit sulfuric là axit sulfuric được pha loãng, cụ thể là trước khi được thêm vào (các) bể ăn mòn, giúp làm giảm chi phí xử lý phosphat, cả cho nguồn có nồng độ phosphat cao và có nồng độ phosphat thấp, đồng thời cũng giảm hàm lượng SO_3 trong pha lỏng.

Tốt hơn là, trong quy trình theo sáng chế, axit sulfuric được pha loãng này có nồng độ H_2SO_4 nhỏ hơn 14% khối lượng, tốt hơn là 13% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 10% hoặc nhỏ hơn, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 9% khối lượng, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 7% và thậm chí tốt hơn nữa là khoảng 5% khối lượng, so với tổng khối lượng của axit sulfuric được pha loãng.

Theo một phương án khác, axit sulfuric là axit sulfuric cô đặc, và cụ thể là nó có

thể được pha loãng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn, trong đó nước pha loãng có thể là nước uống, nước sông, nước biển, nước tái chế hoặc nước thu được từ sản xuất DCP.

Như được đề cập ở trên, tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8, là đủ thấp để đến gần với tỷ lệ lý thuyết tối ưu và để duy trì MCP và axit phosphoric trong pha lỏng. Thử thách là phải đạt được việc hòa tan canxi sulfat mà không kết tủa canxi phosphat. Do đó, tốt hơn là nếu axit sulfuric được pha loãng và có nồng độ H_2SO_4 nhỏ hơn 14%, tốt hơn là 10% hoặc nhỏ hơn, và thậm chí nằm trong khoảng từ 0,5 đến 9% khối lượng so với tổng khối lượng của axit sulfuric được pha loãng, trạng thái tối ưu đạt được, cùng với khoảng thời gian ăn mòn axit ngắn, bằng cách giảm nguy cơ kết tủa canxi với ion phosphat trong dung dịch và qua đó thuận lợi cho việc tạo thành MCP và axit phosphoric trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn trong pha lỏng và không ở dạng kết tủa bởi vì môi trường phản ứng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn được pha loãng đủ để ngăn chặn sự kết tủa của muối canxi phosphat. Chỉ canxi sulfat, tốt hơn là thạch cao, kết tủa ở khối lượng dưới lượng của các quy trình truyền thống để ăn mòn nguồn phosphat. Do đó, trong quy trình theo sáng chế, có thể sử dụng axit thu hồi hoặc axit tái chế yếu.

Trong quy trình theo sáng chế, axit sulfuric có thể là axit sulfuric được pha loãng tái chế từ các dòng hiện có của công nghiệp phosphat, công nghiệp kim loại, công nghiệp hóa học... Ví dụ, pha lỏng được thu hồi sau khi sản xuất DCP bằng cách kết tủa có thể được tái chế để pha loãng dung dịch axit sulfuric ăn mòn. Tốt hơn là, axit sulfuric ăn mòn được lưu trữ ở bể lưu trữ. Do đó, axit sulfuric ăn mòn có thể đến từ việc tái chế của các bước khác, hoặc có thể được thu được từ việc pha loãng axit cô đặc, như, ví dụ axit sulfuric được cô đặc ở 98% hoặc nhỏ hơn, giúp có thể được pha loãng với nước hoặc với pha lỏng được thu hồi ví dụ sau khi sản xuất DCP bằng cách kết tủa (pha lỏng thứ hai tốt hơn là, bước pha loãng axit sulfuric được thực hiện trong ống, trong quá trình làm đầy (các) bể ăn mòn.

Cụ thể hơn là, trong quy trình theo sáng chế, tỷ lệ mol này của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,68 đến 0,78, tốt hơn là từ 0,7 đến 0,75 ở đầu vào.

Cụ thể hơn là, trong quy trình theo sáng chế, tỷ lệ mol này của sulfat từ axit

sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi nằm trong khoảng từ 0,68 đến 0,78, tốt hơn là từ 0,7 đến 0,75 ở đầu vào.

Tốt hơn là, quy trình theo sáng chế bao gồm bước bổ sung bazơ vào huyền phù thứ nhất này, trước bước lọc.

Việc bổ sung bazơ vào huyền phù thứ nhất có khả năng kết tủa canxi florua trước bước lọc (trung hòa sơ bộ), điều này có thể có lợi phụ thuộc vào hợp chất cuối cùng và mục đích sử dụng của hợp chất này. Nếu bazơ được bổ sung là bazơ canxi, như vôi sống hoặc vôi tôi, ở dạng bột hoặc sữa vôi, hoặc thậm chí ở dạng đá vôi, việc tạo ra thạch cao trước bước lọc là thuận lợi, giúp làm giảm hàm lượng SO_3 dư trong pha lỏng.

Theo một phương án khác, quy trình theo sáng chế bao gồm, trước bước mà qua đó hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat này được thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này, bước bổ sung bazơ vào pha lỏng thứ nhất này sau bước lọc với sự tạo thành của huyền phù thứ hai chứa chất rắn thứ hai trong huyền phù trong pha lỏng thứ hai và bước lọc huyền phù thứ hai này để phân tách chất rắn thứ hai này trong huyền phù từ pha lỏng thứ hai này, hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat thứ hai này qua đó được thu hồi từ pha lỏng thứ hai này từ pha lỏng thứ nhất với hàm lượng thấp của chất rắn thứ hai này, mà chủ yếu là canxi florua.

Theo phương án này, nếu bazơ đã được bổ sung vào trước khi lọc, canxi florua đã được loại bỏ trong quá trình lọc và có mặt trong chất rắn thứ nhất, bất kể hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat cần là DCP hoặc MCP và axit phosphoric. Việc sản xuất DCP dựa vào việc bổ sung canxi bazơ vào MCP (trung hòa) làm canxi florua kết tủa nếu chất này không được loại bỏ trước đó.

Nếu không bổ sung bazơ trước bước lọc huyền phù thứ nhất, chất rắn này về cơ bản chứa canxi sulfat (canxi sulfat hemihydrat, thạch cao khan hoặc thạch cao), tạp chất và phosphat không được ăn mòn, xét rằng flo vẫn trong pha lỏng thứ nhất.

Khi bazơ được bổ sung theo cách có kiểm soát vào pha lỏng có hàm lượng chất rắn về cơ bản thấp, nhưng vẫn chứa flo, thì canxi florua có thể được loại bỏ có chọn lọc. Trong trường hợp này, các bước khác có thể được xem xét tiếp theo.

Nếu hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat này do đó được thu hồi từ pha lỏng thứ hai mà được sản xuất là MCP và/hoặc axit phosphoric, thì pha lỏng thứ hai được thu hồi và được xử lý cho mục đích này.

Nếu hợp chất được tinh chế trên cơ sở phosphat này do đó được thu hồi từ pha

lông thứ hai mà được sản xuất là DCP, pha lông thứ hai được xử lý bằng cách thêm bazơ canxi, như vôi sống hoặc vôi tôi, ở dạng bột hoặc ở dạng sữa vôi, hoặc đá vôi. Trong trường hợp này, huyền phù thứ ba được tạo ra sau bước bổ sung canxi bazơ vào pha lông thứ hai, có hàm lượng florua thấp, sau đó được lọc để thu hồi pha rắn thứ ba chứa DCP.

Dĩ nhiên, khi DCP có thể chứa flo hoặc khi nguồn phosphat được sử dụng không chứa flo, huyền phù thứ hai được tạo ra bằng cách bổ sung bazơ canxi, như vôi sống, vôi tôi, bột vôi hoặc sữa vôi, hoặc thậm chí đá vôi, vào pha lông thứ nhất, sau đó được lọc để phân tách, một mặt chất rắn thứ hai mà chứa DCP và, mặt khác, pha lông thứ hai mà tạo ra nước dư, có thể được tái chế để tạo ra dung dịch axit sulfuric để ăn mòn axit nguồn phosphat để pha loãng (các) bề ăn mòn. Trong trường hợp này, bổ sung có kiểm soát bazơ để kết tủa có chọn lọc florua là không yêu cầu.

Theo phương án cụ thể và ưu tiên, bazơ được bổ sung trước bước lọc chất rắn thứ nhất để kết tủa florua và loại bỏ chúng khỏi pha lông thứ nhất với canxi sulfat và canxi phosphat không bị ăn mòn. Sau đó pha lông thứ nhất được xử lý về sau bằng cách thêm bazơ canxi, như vôi sống hoặc vôi tôi, vôi ở dạng bột hoặc sữa vôi, hoặc thậm chí ở dạng đá vôi, để tạo thành huyền phù thứ hai chứa DCP kết tủa làm chất rắn thứ hai, rồi sau đó được thu hồi từ huyền phù thứ hai bằng cách lọc, ly tâm, lắng gạn hoặc phương pháp phân tách rắn-lông bất kỳ khác.

Bất kể DCP được tạo thành từ pha lông thứ nhất hoặc từ pha lông thứ hai, lượng bazơ canxi theo hệ số tỷ lệ, như được đề cập ở trên, được thêm vào pha lông thứ nhất hoặc vào pha lông thứ hai, ví dụ trong lò phản ứng trung hòa để kết tủa DCP, tốt hơn là với sự kiểm soát pH lên đến giá trị nằm trong khoảng từ 5 đến 6,

Cách kết tủa DCP được ưu tiên là bổ sung vào pha lông thứ nhất hoặc vào pha lông thứ hai, đá vôi được nghiền mịn để trung hòa pha lông mà chứa MCP và axit phosphoric. Việc trung hòa tốt hơn là được thực hiện trong ít nhất 30 phút để hoàn thành phản ứng trung hòa và giải phóng CO₂. Theo phương án ưu tiên, để thu giá trị pH nằm trong khoảng từ 5 đến 6, sữa vôi được thêm vào để đảm bảo kết tủa hoàn toàn DCP, và qua đó để chiết toàn bộ P₂O₅ trong chất lỏng dư.

Cụ thể hơn là, trong quy trình theo sáng chế, chất rắn này được tách từ pha lông thứ nhất này được tái chế một phần hoặc toàn bộ bằng cách đưa huyền phù thứ nhất vào.

Thực vậy, điều này có thể là có lợi để tăng hàm lượng chất rắn trong huyền phù

thứ nhất, và trong các bể ăn mòn, hoặc trong thiết bị lọc, phụ trợ cho bước lọc hoặc có thể xử lý canxi phosphat dư có mặt trong chất rắn thứ nhất.

Huyền phù thứ nhất chứa canxi sulfat và có thể canxi florua tốt hơn là được thu hồi bằng các phương pháp tách lỏng/rắn bất kỳ như thiết bị lọc, máy lọc quay được sản xuất bởi chủ đơn, bằng cách ly tâm, gạn lắng, hydrocyclon, hoặc máy lọc dải để tách chất rắn thứ nhất từ pha lỏng thứ nhất. Pha lỏng thứ nhất là dung dịch được pha loãng của P_2O_5 chứa phần dư sulfat nhẹ, ví dụ nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,6%, và tốt hơn là từ 0,1 đến 0,25%.

Trong suốt bước lọc, việc làm sạch với nước có thể được thực hiện ở thiết bị lọc để loại bỏ nước trong khe của bánh lọc và để thu hồi lượng nhỏ P_2O_5 còn lại trong bánh canxi sulfat. Canxi sulfat được làm sạch và phân tách. Tuy nhiên, trước khi thực hiện bước này, sulfat canxi được tái chế trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn để cải thiện các điều kiện ăn mòn nguồn phosphat và qua đó cải thiện sự kết tủa của canxi sulfat tạo thành chất rắn thứ nhất và tạo điều kiện việc lọc chất này.

Do đó, việc tái chế có thể được dự tính bằng cách tái chế một phần của canxi sulfat được làm sạch đối với (các) bể ăn mòn để tăng đáng kể mật độ huyền phù của canxi sulfat vượt quá 10% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Việc tái chế cũng có thể được dự tính bằng cách lắp đặt thiết bị cô đặc của huyền phù thứ nhất trước khi tách, cho phép một phần của huyền phù được cô đặc làm mẫu và trở lại (các) bể ăn mòn.

Việc tái chế này làm tăng mật độ của chất rắn trong huyền phù hoặc trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn và thúc đẩy sự loại bỏ phần dư canxi sulfat bão hòa từ môi trường và hoặc các bể ăn mòn; điều này giúp ngăn cản sự phát triển không kiểm soát của huyền phù này và có thể thu hạt canxi sulfat kết tinh trong huyền phù thứ nhất. Việc tái chế này còn ngăn cản các phản ứng ức chế phản ứng ăn mòn khoáng vật bằng axit sulfuric.

Theo một phương án khác theo sáng chế, chất rắn thứ hai này được phân tách từ pha lỏng thứ hai này được tái chế bằng cách đưa vào trong huyền phù thứ nhất này và trong huyền phù thứ hai này. Tốt hơn là, khi chất rắn thứ hai này là canxi florua, thì nó không được tái chế.

Đối với mục đích này, trong một số trường hợp nhất định, nếu việc lọc là phức tạp bởi vì hàm lượng chất rắn thấp, có thể có lợi để tăng hàm lượng chất rắn bằng cách

đưa chất rắn thứ hai vào trong huyền phù thứ nhất hoặc trong huyền phù thứ hai, ví dụ để thêm hạt kết tinh.

Thực vậy, khi DCP được tạo ra, huyền phù mà chứa nó được lọc hoặc được ly tâm để phân tách DCP từ pha lỏng. Bởi vì pha lỏng hầu như là nước, nên không có hạt để làm sạch bánh DCP được phân tách và pha lỏng có thể được tái chế thuận lợi trong bể axit sulfuric, trong ống hoặc trực tiếp trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn. Trong một số trường hợp, khi việc tinh sạch pha lỏng thứ nhất được thực hiện chính xác, thì lượng tạp chất được giảm xuống, giúp thực hiện việc tái chế pha lỏng được thu hồi sau khi tách DCP.

Tốt hơn là, nguồn phosphat này được xác định là chất vô cơ hoặc khoáng vật chứa phosphat chứa ít nhất 45% khối lượng P_2O_5 so với tổng khối lượng của chất khô (105°C khô); tốt hơn là 40% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 30% hoặc nhỏ hơn, tốt hơn là 20% hoặc nhỏ hơn và tốt hơn là 10% hoặc nhỏ hơn. Trong nguồn phosphat này, canxi có thể được liên kết hoặc không được liên kết với ion phosphat, hydro phosphat và/hoặc dihydro phosphat. Nguồn này có thể được chọn từ nhóm bao gồm đá phosphat, đá phosphat có hàm lượng P_2O_5 thấp, tro của nhiều chất có nguồn gốc khoáng vật hoặc vô cơ, như, ví dụ, tro tiêu hóa kỵ khí của chất thải vô cơ, như ví dụ phân bón, bùn của nhà máy xử lý nước thải, phân trộn, phân, phần còn lại từ công nghiệp kim loại hoặc từ công nghiệp hóa học, bao gồm hóa học phosphat, hóa học thực phẩm, bùn của nhà máy nước thải, phân chim, tro xương, phân bón, phân, và chất thải vô cơ.

Theo một phương án khác, nguồn phosphat không chứa bất kỳ canxi nào. Ví dụ, hàm lượng canxi nguồn phosphat trong phương án này là 5% khối lượng, tốt hơn là 1% khối lượng, tốt hơn nữa là 0,1% khối lượng hoặc nhỏ hơn so với tổng khối lượng của chất khô (105°C khô). Các nguồn phosphat này bao gồm sắt phosphat, nhôm phosphat hoặc phosphat vô cơ. Trong phương pháp này, canxi có thể được thêm vào dưới dạng vôi, sữa vôi, canxi cacbonat, canxi clorua và có thể dưới dạng đá phosphat chứa canxi. Tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và có thể từ nguồn phosphat so với canxi được thêm vào nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8.

Nói chung, trong trường hợp thiếu canxi, canxi có thể được thêm vào dưới dạng vôi, sữa vôi, canxi cacbonat, canxi clorua và có thể dưới dạng đá phosphat chứa canxi.

Thuật ngữ “đá phosphat truyền thống” được sử dụng, theo sáng chế, để mô tả đá có phân tích P_2O_5 thông thường là lớn hơn 25% và có thể được tăng cường hoặc không,

tức là nó trải qua một vài xử lý lý hóa (nghiên, sàng, làm sạch, nôi) để tăng chuẩn độ (P_2O_5) của đá.

Thuật ngữ “đá phosphat có hàm lượng P_2O_5 thấp” được sử dụng, theo sáng chế, để mô tả phân tích P_2O_5 thông thường là nhỏ hơn 25%, và tốt hơn là 20%.

Thuật ngữ “tro, bùn từ nhà máy xử lý nước thải, tro xương, phân bón hoặc nguyên liệu thô bất kỳ mà có hàm lượng phosphat là 40% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng của P_2O_5 so với tổng khối lượng của nguyên liệu thô” được dùng để mô tả nguồn phosphat thứ cấp, mà thường khó để thu hồi, như tro từ bùn của nhà máy xử lý nước thải, nguyên liệu thực vật (gỗ, cám), tro từ nhà máy thu mua phế liệu, sản phẩm phụ từ việc đốt chất thải hoặc sinh khối cho mục đích sản xuất điện.

Cụ thể hơn là, trong quy trình theo sáng chế, hợp chất phosphat được tinh sạch này là monocanxi phosphat MCP, dicanxi phosphat DCP, cụ thể hơn là dicanxi phosphat DCP dùng trong thực phẩm (cho sự tiêu thụ của người hoặc động vật), axit phosphoric và dẫn xuất của nó, như axit có nguồn gốc trực tiếp từ pha lỏng thứ nhất này hoặc axit phosphoric được sản xuất từ DCP này.

Thuật ngữ “dicanxi phosphat (DCP)” được sử dụng để mô tả dibazơ canxi phosphat hoặc dicanxi phosphat có công thức $CaHPO_4$, mà có thể ở dạng khan (DCPA) hoặc dạng được dihydrat hóa (DCPD).

Thuật ngữ “dicanxi phosphat dùng trong thực phẩm (DCP)” nên được hiểu là DCP cho tiêu thụ của động vật (cụ thể là dùng trong thực phẩm và thức ăn chăn nuôi), cho tiêu thụ của người và cho công nghiệp chăm sóc răng miệng.

Theo một phương án ưu tiên của quy trình theo sáng chế, pha lỏng thứ hai này được tái chế bằng cách đưa vào bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn này.

Các phương án khác của quy trình theo sáng chế được đề cập trong phần yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn đề cập đến dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được dihydrat hóa, có hàm lượng clorua là 0,025% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, và/hoặc hàm lượng florua là 2% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, và/hoặc hàm lượng Na_2O là 0,15% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng, so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này.

Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở

dạng được hydrat hóa, có hàm lượng clorua là 0,02% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, và/hoặc hàm lượng florua là 1% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, cụ thể là làm chất phụ gia cho thức ăn của động vật.

Ngoài ra, sáng chế đề cập đến dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được hydrat hóa, có hàm lượng clorua là 0,02% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, cụ thể hơn là làm thành phần phân bón hoặc làm nguồn phosphat mà bị ăn mòn cho mục đích sản xuất axit phosphoric.

Các phương án khác của dicanxi phosphat theo sáng chế được đề cập trong phần yêu cầu bảo hộ.

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được hydrat hóa, có hàm lượng clorua là 0,02% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, và hàm lượng florua là 1% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này theo sáng chế, trong thức ăn của động vật, cụ thể là để dùng làm thực phẩm (nuôi gia súc, chim, thủy sản, lợn) và vật nuôi.

Sáng chế còn đề cập đến việc sử dụng dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được hydrat hóa, có hàm lượng clorua là 0,02% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, cụ thể hơn là làm thành phần theo sáng chế, cho phân bón hoặc làm nguồn phosphat để sản xuất axit phosphoric.

Sáng chế còn đề cập đến dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được hydrat hóa, thu được bằng quy trình theo sáng chế.

Tốt hơn là, dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc ở dạng được hydrat hóa, thu được bằng quy trình theo sáng chế có hàm lượng clorua là 0,025% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat, và/hoặc hàm lượng florua là 2% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này, và/hoặc hàm lượng Na_2O là 0,15% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng, so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này.

Cụ thể hơn là, dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc dạng được hydrat hóa, thu được bằng quy trình theo sáng chế có hàm lượng clorua là 0,02% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này.

Tốt hơn là, dicanxi phosphat DCP, ở dạng khan hoặc dạng được hydrat hóa, thu

được bằng quy trình theo sáng chế có hàm lượng florua là 1% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat này.

Các dấu hiệu, chi tiết và lợi ích khác của sáng chế sẽ trở nên rõ ràng từ phần mô tả sau đây, với tham chiếu đến các ví dụ và không chỉ giới hạn ở đó.

Quy trình theo sáng chế có một loạt các lợi ích cho phép thực hiện quy trình cạnh tranh. Thực vậy, quy trình có thể sử dụng axit sulfuric được pha loãng có nồng độ ví dụ nhỏ hơn 14%, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 10%, cụ thể là nằm trong khoảng từ 1 đến 7%, cụ thể hơn là nằm trong khoảng từ 2 đến 5%, cụ thể hơn nữa là nằm trong khoảng từ 3 đến 4% khối lượng so với tổng khối lượng của axit sulfuric được pha loãng, hoặc axit sulfuric được tái chế, giúp giảm chi phí của nguyên liệu thô. Với không giới hạn, quy trình này có thể được sử dụng để ăn mòn nhiều nguồn phosphat, như đá có hàm lượng P_2O_5 thấp hoặc nguồn phospho thứ cấp.

Bằng cách vận hành trong điều kiện gần hệ số theo tỷ lệ lượng theo sáng chế có tỷ lệ SO_4/Ca nằm trong khoảng, ví dụ, từ 0,68 đến 0,8, nó có thể tiết kiệm từ 20 đến 25% trong H_2SO_4 và hiệu suất chiết tốt hơn là lớn hơn 85%, và tốt hơn là lớn hơn 90%.

Thời gian ăn mòn là tương đối ngắn, giảm xuống 90 phút hoặc ngắn hơn, ví dụ trong khoảng từ 30 đến 60 phút.

Nhiệt độ ăn mòn là tương đối thấp so với phương pháp ăn mòn truyền thống, như ví dụ nằm trong khoảng từ 40°C đến 60°C so với nhiệt độ truyền thống là nằm trong khoảng từ 75°C đến 95°C, giúp có thể đạt được hiệu quả tiết kiệm năng lượng tốt.

Hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng trong huyền phù thứ nhất tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 5%, cụ thể là nằm trong khoảng từ 1,5 đến 3,5%, và thậm chí nằm trong khoảng từ 2 đến 3% khối lượng so với tổng khối lượng của pha lỏng thứ nhất.

Quy trình theo sáng chế có thể còn được sử dụng để đạt được tỷ lệ tinh sạch là lớn hơn 50%, tốt hơn là lớn hơn 60% khối lượng ở As, Al, U, Th, và Na so với khối lượng ban đầu của các nguyên tố này có trong nguồn phosphat.

Cụ thể hơn là, sáng chế đề cập đến, không giới hạn, DCP, ví dụ, thu được bằng quy trình theo sáng chế và có hàm lượng clorua và florua thích hợp cho các ứng dụng trong thực phẩm cho tiêu thụ của người hoặc động vật, tức là hàm lượng trong clorua nhỏ hơn 0,025%, và thậm chí đạt được hàm lượng có thể thấp xuống đến 1 ppm và hàm lượng trong florua nhỏ hơn 2%, và thậm chí đạt được hàm lượng có thể thấp xuống đến

0,1% khối lượng so với tổng khối lượng của DCP.

Tốt hơn là, DCP bao gồm hàm lượng thấp trong SO_3 dư do ăn mòn axit sulfuric được pha loãng nhiều. Hàm lượng Na_2O cũng nhỏ hơn 0,15% khối lượng so với tổng khối lượng của DCP trong một số phương án nhất định.

Trong sản phẩm DCP được ưu tiên, hàm lượng MgO cũng nhỏ hơn 1% khối lượng so với tổng khối lượng của DCP.

Cụ thể hơn là, DCP được ưu tiên theo sáng chế có hàm lượng Sr nhỏ hơn 100 ppm; tốt hơn là nhỏ hơn 50 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn 10 ppm, cụ thể hơn là nhỏ hơn 1 ppm so với DCP.

DCP theo sáng chế còn có hàm lượng Th thường nhỏ hơn 5 ppm so với DCP.

Tương tự, hàm lượng Mn trong DCP theo sáng chế là nhỏ hơn 10 ppm so với DCP.

Thông thường, hàm lượng Mo trong DCP theo sáng chế là nhỏ hơn 2 ppm so với DCP.

Cuối cùng, DCP theo sáng chế tốt hơn là có hàm lượng U_3O_8 nhỏ hơn 32 ppm.

Một mục đích khác của sáng chế là tạo ra chế phẩm dicanxi phosphat DCP chứa:

a) hàm lượng CaO là 40% hoặc lớn hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat,

b) hàm lượng clorua là 0,020% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat,

c) hàm lượng florua là 2% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat,

d) hàm lượng Na_2O là 0,15% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng so với tổng khối lượng của dicanxi phosphat.

Có thể thấy, DCP theo sáng chế có chất lượng cần để được sử dụng trong thực phẩm của người và động vật và trong các ứng dụng kỹ thuật.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1: Ăn mòn nguồn phosphat ở quy mô phòng thí nghiệm

100 g nguồn phosphat (đá phosphat) chứa 30,5 g P_2O_5 , 49,5% tương đương CaO, 3,95% flo, 0,308% tương đương Fe_2O_3 , 0,547% tương đương Al_2O_3 và 0,303% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được cho

tiếp xúc với axit sulfuric được pha loãng đến nồng độ 2% trong khoảng thời gian ăn mòn là 30 phút, ở nhiệt độ ăn mòn là 60°C và có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8. Tỷ lệ mol SO_4/Ca xác định lượng axit cần để ăn mòn nguồn phosphat chứa Ca ở cửa nạp của bể ăn mòn.

Ngay khi thêm chất phụ gia vào, khuấy chế phẩm trong nửa giờ trước khi lọc.

Sau đó lọc huyền phù trong chân không ở phễu Büchner. Do đó thu được các khối lượng khác nhau và đem phân tích canxi phosphat và sản phẩm pha lỏng.

Trong quy trình phòng thí nghiệm, đây là quy trình mẻ, không làm sạch. Tuy nhiên, việc làm sạch được suy đoán và lượng P_2O_5 trong chất lỏng thấm của bánh lọc được tính toán.

Hiệu suất ăn mòn được tính toán theo phép tính sau: (Khối lượng của P_2O_5 trong sản phẩm lọc + khối lượng của P_2O_5 trong chất lỏng thấm của bánh lọc)/(tổng khối lượng của P_2O_5 trong nguồn phosphat). Hàm lượng P_2O_5 trong chất lỏng thấm tương đương với P_2O_5 có thể được thu hồi bằng cách làm sạch bánh trong quy trình công nghiệp.

Lượng axit sulfuric được pha loãng được thêm vào là 3499 g cho hàm lượng SO_4 70,2 g. Tỷ lệ SO_4/Ca nếu là 0,8 do hàm lượng canxi nguồn phosphat.

Pha lỏng được thu hồi có thể tích là 3,09 lít cho khối lượng của 3125 g, và pH là 2,1, Hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng là 0,83% và hàm lượng SO_3 là 0,16% khối lượng so với tổng khối lượng của pha lỏng. Khối lượng của P_2O_5 trong chất lỏng thấm là 1,2 g.

Tỷ lệ mol $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ trong dung dịch thứ nhất là 0,58, xét rằng hàm lượng CaO dư trong pha lỏng là 0,19% khối lượng so với khối lượng của pha lỏng.

Hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 là 89%. Có thể thấy, mặc dù sử dụng axit sulfuric ở nồng độ thấp là 2% và các điều kiện ăn mòn gần hệ số theo tỷ lệ lượng với tổng thời gian ăn mòn là chỉ 30 phút, hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 vẫn cao đáng kể.

Ví dụ 2: Ăn mòn nguồn phosphat ở quy mô phòng thí nghiệm

150 g nguồn phosphat (đá) chứa 15,8 g P_2O_5 , 27,6% tương đương CaO , 2,2% flo, 2,37% tương đương Fe_2O_3 , 2,88% tương đương Al_2O_3 và 0,416% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được cho tiếp xúc với axit sulfuric được pha loãng đến nồng độ 5% trong khoảng thời gian ăn mòn là 30 phút, ở nhiệt độ ăn mòn là 40°C và có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8 theo quy trình của ví dụ 1:

Lượng axit sulfuric được pha loãng được thêm vào là 1131 g cho SO_4 hàm lượng 61,0 g. Tỷ lệ SO_4/Ca nếu là 0,8 do hàm lượng canxi nguồn phosphat.

Pha lỏng được thu hồi có thể tích là 0,955 lít cho khối lượng của 976 g, và pH là

1,8, Hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng là 1,97% và hàm lượng SO_3 là 0,27% khối lượng so với tổng khối lượng của pha lỏng. Khối lượng của P_2O_5 trong chất lỏng thẩm là 3,24 g.

Tỷ lệ mol CaO/P_2O_5 trong dung dịch thứ nhất là 0,43, xét rằng hàm lượng CaO dư trong pha lỏng là 0,33% khối lượng so với khối lượng của pha lỏng.

Hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 là 95 %. Có thể thấy, mặc dù sử dụng axit sulfuric ở nồng độ thấp là 5% và nguồn phosphat có hàm lượng phosphat rất thấp, ở các điều kiện ăn mòn gần hệ số theo tỷ lệ với tổng thời gian ăn mòn là chỉ 30 phút, hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 là cao đáng kể.

Ví dụ 3: Ăn mòn nguồn phosphat ở quy mô phòng thí nghiệm

100 g nguồn phosphat (đá phosphat) chứa 30,5 g P_2O_5 , 49,5% tương đương CaO , 3,95% flo, 0,308% tương đương Fe_2O_3 , 0,547% tương đương Al_2O_3 và 0,303% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được cho tiếp xúc với axit sulfuric được pha loãng đến nồng độ 5% trong khoảng thời gian ăn mòn là 30 phút, ở nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và với tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8 theo quy trình của ví dụ 1:

Lượng axit sulfuric được pha loãng được thêm vào là 1398 g cho hàm lượng SO_4 70,1 g. Tỷ lệ SO_4/Ca nếu là 0,8 do hàm lượng canxi nguồn phosphat.

Pha lỏng được thu hồi có thể tích là 1,13 lít cho khối lượng của 1161 g, và pH là 2,2, Hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng là 2% và hàm lượng SO_3 là 0,20% khối lượng so với tổng khối lượng của pha lỏng. Khối lượng của P_2O_5 trong chất lỏng thẩm là 2,6 g.

Tỷ lệ mol CaO/P_2O_5 trong dung dịch thứ nhất là 0,38, xét rằng hàm lượng CaO dư trong pha lỏng là 0,30% khối lượng so với khối lượng của pha lỏng.

Hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 là 85 %. Có thể thấy, mặc dù sử dụng axit sulfuric ở nồng độ thấp là 5% và các điều kiện ăn mòn gần hệ số theo tỷ lệ với tổng thời gian ăn mòn là chỉ 30 phút, hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 vẫn cao đáng kể.

Ví dụ so sánh 1: Ăn mòn nguồn phosphat ở quy mô phòng thí nghiệm

100 g nguồn phosphat (đá phosphat) chứa 30,5 g P_2O_5 , 49,5% tương đương CaO , 3,95% flo, 0,308% tương đương Fe_2O_3 , 0,547% tương đương Al_2O_3 và 0,303% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được cho tiếp xúc với axit sulfuric được pha loãng đến nồng độ 5% trong khoảng thời gian ăn mòn là 30 phút, ở nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 1 theo quy trình của ví

dụ 1:

Lượng axit sulfuric được pha loãng được thêm vào là 1747g cho hàm lượng SO_4 87,2g. Tỷ lệ SO_4/Ca nếu là 1 do hàm lượng canxi nguồn phosphat.

Pha lỏng được thu hồi có thể tích là 1,4 lít cho khối lượng của 1429 g, và pH là 2,1, Hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng là 1,63% và hàm lượng SO_3 là 0,61% khối lượng so với tổng khối lượng của pha lỏng. Khối lượng của P_2O_5 trong chất lỏng thẩm là 3,5 g.

Tỷ lệ mol $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ trong dung dịch thứ nhất là 0,26, xét rằng hàm lượng CaO dư trong pha lỏng là 0,17% khối lượng so với khối lượng của pha lỏng.

Hiệu suất ăn mòn ở P_2O_5 là 88 %. Có thể thấy ở ví dụ so sánh dưới các điều kiện theo hệ số tỷ lệ, việc tiêu thụ cụ thể axit sulfuric là lớn hơn đối với các hàm lượng tương tự của hiệu suất ăn mòn. Việc tiêu thụ nguồn canxi cần cho quá trình trung hòa cũng là cao hơn đáng kể.

Ví dụ 4: Ăn mòn gần theo hệ số tỷ lệ đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Dự án thực nghiệm bao gồm 3 bể khuấy được ổn nhiệt với tấm kép nhiệt dầu. Các bể là bể tràn liên tiếp; hai bể thứ nhất có dung tích 30 lít và bể thứ ba có dung tích 30 lít và chỉ dùng làm đệm trước bước lọc.

10 lít nước được đổ vào bể thứ nhất và được làm nóng đến nhiệt độ vận hành. Nguồn phosphat và axit sulfuric được pha loãng được thêm vào lò phản ứng thứ nhất ở dòng tương đương với các điều kiện ăn mòn cần (tỷ lệ SO_4/CaO , nồng độ H_2SO_4 trong quá trình ăn mòn để ăn mòn nguồn phosphat, P_2O_5 hàm lượng trong bể ăn mòn).

Huyền phù được tạo ra tràn vào lò phản ứng thứ hai. Lò phản ứng thứ hai được thiết kế để thực hiện trung hòa trước khi lọc. Việc trung hòa trước khi lọc không được thực hiện một cách có hệ thống.

Cuối cùng, huyền phù tràn vào lò phản ứng thứ ba cung cấp bộ lọc.

Huyền phù được lọc mỗi 30 phút. Hai loại lọc được thực hiện luân phiên:

- Lọc cho mục đích tái chế trong lò phản ứng ăn mòn: bánh lọc không được làm sạch và nó được tái chế trong lò phản ứng (ăn mòn) thứ nhất để tăng phần rắn trong môi trường phản ứng. Pha lỏng (sản phẩm lọc) được đổ vào thùng chứa và được lưu trữ cho bước trung hòa và sản xuất DCP. Bước lọc này chắc chắn là không cần thực hiện ở quy mô công nghiệp. Dĩ nhiên, bước này có thể được thực hiện, nhưng không cần thiết. Ở quy mô dự án thực nghiệm, bước này nên được thực hiện bởi vì có thể ưu tiên tăng

hàm lượng chất rắn trong lò phản ứng ăn mòn.

- Lọc để sản xuất canxi sulfat: trong trường hợp này, bánh canxi sulfat được làm sạch với lượng nước được xác định trước để thu hồi P_2O_5 có trong chất lỏng thấm. Pha lỏng và sản phẩm lọc làm sạch được đổ vào thùng chứa thu hồi sản phẩm lọc. Canxi sulfat được lấy ra để tháo rửa.

Việc thiết lập ở trạng thái ổn định, các mẫu canxi sulfat và pha lỏng (sản phẩm lọc) được thu thập để phân tích và các sản phẩm khác cũng được phân tích.

Hiệu suất được tính toán như sau: khối lượng của P_2O_5 trong pha lỏng (g/giờ)/khối lượng của P_2O_5 trong nguồn phosphat (g/giờ).

Nguồn phosphat ở dạng đá chứa 30,3% khối lượng P_2O_5 , 47,6% tương đương CaO, 3,68% flo, 0,144% tương đương Fe_2O_3 , 0,18% tương đương Al_2O_3 và 0,542% tương đương MgO, theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được thêm vào bể ăn mòn khi có mặt của axit sulfuric được pha loãng đến 10% khối lượng so với khối lượng của axit được pha loãng, có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8. Nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và thời gian ăn mòn là xấp xỉ 1 giờ. pH trong bể ăn mòn là 2,04, Lưu lượng của đá là 2,67 kg/giờ, và lưu lượng axit là 17,5 lít/giờ. Hàm lượng P_2O_5 trong huyền phù ăn mòn là 4,5% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Trong quá trình lọc, lưu lượng của pha lỏng được thu hồi là 16,13 kg/giờ.

Hiệu suất ăn mòn là 93%.

Có thể thấy, thử nghiệm phòng thí nghiệm được xác định bởi dự án thực nghiệm, và hiệu suất ăn mòn của đá phosphat khi có mặt axit sulfuric được pha loãng và ở điều kiện có hàm lượng P_2O_5 thấp trong bể ăn mòn (<6%) và thời gian ăn mòn thấp là đặc biệt cao khi áp dụng các điều kiện gần hệ số theo tỷ lệ lượng.

Ví dụ 5: Ăn mòn gần theo hệ số tỷ lệ lượng đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Thử nghiệm được sử dụng giống ở ví dụ 4: và quy trình giống ở ví dụ 4 được áp dụng.

Nguồn phosphat giống ở ví dụ 4: được thêm vào bể ăn mòn khi có mặt axit sulfuric được pha loãng đến 5% khối lượng so với khối lượng của axit được pha loãng, có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,7 do hàm lượng canxi nguồn phosphat. Nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và thời gian ăn mòn là xấp xỉ 1 giờ. pH trong bể ăn mòn là 2,5, Lưu lượng của đá là 3 kg/giờ, và lưu lượng axit là 35,6 lít/giờ. Hàm lượng P_2O_5 trong huyền phù ăn mòn

là 2,32% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Trong quá trình lọc, lưu lượng của pha lỏng được thu hồi là 35,44 kg/giờ.

Hiệu suất ăn mòn là 94%.

Có thể thấy, so với ví dụ 4 mặc dù axit sulfuric có mặt với lượng gấp đôi so với được pha loãng, hiệu suất P_2O_5 thậm chí vẫn cao hơn.

Ví dụ 6: Ăn mòn gần theo hệ số tỷ lượng đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Thử nghiệm được sử dụng giống ở ví dụ 4: và quy trình giống ở ví dụ 4 được áp dụng, trừ việc trong lò phản ứng thứ hai, tức là lò phản ứng trung hòa trước bước lọc, pH được điều chỉnh đến 2,48 bằng cách thêm $Ca(OH)_2$ sữa vôi.

Nguồn phosphat ở dạng đá chứa 34,9% khối lượng P_2O_5 , 49,8% tương đương CaO , 3,78% flo, 0,136% tương đương Fe_2O_3 , 0,386% tương đương Al_2O_3 và 0,156% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được thêm vào bể ăn mòn khi có mặt axit sulfuric được pha loãng to 5% khối lượng so với khối lượng của axit được pha loãng, có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8, do hàm lượng canxi nguồn phosphat. Nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và thời gian ăn mòn là xấp xỉ 1 giờ. pH trong bể ăn mòn là 2. Lưu lượng của đá là 2,6 kg/giờ, và lưu lượng axit là 35,7 lít/giờ. Hàm lượng P_2O_5 trong huyền phù ăn mòn là 2,10% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Trong quá trình lọc, lưu lượng của pha lỏng được thu hồi là 38,22 kg/giờ.

Hiệu suất ăn mòn là 92%.

Ví dụ 7: Ăn mòn gần theo hệ số tỷ lượng đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Thử nghiệm được sử dụng giống ở ví dụ 4: và quy trình giống ở ví dụ 4 được áp dụng.

Nguồn phosphat ở dạng đá chứa 24,90% khối lượng P_2O_5 , 40,5% tương đương CaO , 2,54% flo, 3,97% tương đương Fe_2O_3 , 1,13% tương đương Al_2O_3 và 1,88% tương đương MgO , theo khối lượng so với khối lượng của nguồn phosphat được thêm vào bể ăn mòn khi có mặt axit sulfuric được pha loãng to 5% khối lượng so với khối lượng của axit được pha loãng, có tỷ lệ mol SO_4/Ca là 0,8, do hàm lượng canxi nguồn phosphat. Nhiệt độ ăn mòn là $60^\circ C$ và thời gian ăn mòn là xấp xỉ 1 giờ. pH trong bể ăn mòn là 1,95, Lưu lượng của đá là 3,19 kg/giờ, và lưu lượng axit là 34,5 lít/giờ. Hàm lượng P_2O_5 trong

huyền phù ăn mòn là 1,82% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Trong quá trình lọc, lưu lượng của pha lỏng được thu hồi là 37,91 kg/giờ.

Hiệu suất ăn mòn là 90%.

Ví dụ 8: Sản xuất DCP từ đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Để sản xuất DCP, thực nghiệm được áp dụng để thực hiện việc ăn mòn đá được sử dụng theo cách riêng biệt trong lần ăn mòn thứ nhất. Do đó, các thiết bị được sử dụng liên tục.

Thử nghiệm được sử dụng như ở ví dụ 4: Trong ví dụ này, pha lỏng được thu hồi từ bước lọc của ví dụ 7 được xử lý để kết tủa DCP bằng cách trung hòa theo cách sau đây:

Vôi sống (hoặc đá vôi) được thêm vào dòng quy định trong lò phản ứng trong đó pha lỏng được thu hồi từ ví dụ 7 cũng được đưa vào, và pH được kiểm soát thường xuyên.

Khi pH bằng 5,5/6, việc bơm cấp sản phẩm lọc được bắt đầu. pH được kiểm soát thường xuyên và dòng cấp đá vôi hoặc vôi sống được điều chỉnh để duy trì pH nằm trong khoảng từ 5,5 đến 6.

Việc lọc được thực hiện mỗi 30 phút từ bể đệm. Mỗi lần thứ hai, bánh lọc chứa canxi sulfat được tái chế trong lò phản ứng ăn mòn thứ nhất để tăng tỷ lệ chất rắn trong môi trường phản ứng.

Bánh sản xuất chứa DCP kết tủa được thu hồi và chất lỏng gốc được lưu trữ trong thùng chứa. Các mẫu sản phẩm (DCP và chất lỏng gốc) được thu thập để phân tích.

Nhiệt độ trung hòa là 60°C, pH trong bể thứ nhất là 4,4, xét rằng pH đạt 5,55 trong bể thứ hai. Lưu lượng của vôi sống là 1,05 kg/giờ.

Hiệu suất kết tủa của DCP được tính toán có công thức (hàm lượng P_2O_5 trong DCP/ P_2O_5 ban đầu có mặt trong dung dịch MCP và axit) và độ cân bằng vận hành P_2O_5 là 92%.

Ví dụ so sánh 2: Ăn mòn gần theo hệ số tỷ lệ lượng đá phosphat ở quy mô dự án thực nghiệm

Thử nghiệm được sử dụng giống ở ví dụ 4: và quy trình giống ở ví dụ 4 được áp dụng.

Nguồn phosphat giống ở ví dụ 4: được thêm vào bể ăn mòn khi có mặt axit sulfuric ở 20% khối lượng so với khối lượng của axit được pha loãng, có tỷ lệ SO_4/Ca

là 0,8 do hàm lượng canxi nguồn phosphat. Nhiệt độ ăn mòn là 60°C và thời gian ăn mòn là xấp xỉ 1 giờ. pH trong bể ăn mòn là 1,73. Lưu lượng của đá là 5 kg/giờ, và lưu lượng axit là 15,6 lít/giờ. Hàm lượng P_2O_5 trong huyền phù ăn mòn là 7,10% khối lượng so với tổng khối lượng của huyền phù.

Trong quá trình lọc, lưu lượng của pha lỏng được thu hồi là 13,3 kg/giờ.

Hiệu suất ăn mòn là 65%.

Có thể thấy, so với ví dụ 4: sự có mặt của axit sulfuric với nồng độ cao hơn và hàm lượng P_2O_5 hơn 6% thấp hơn hiệu suất đến 65%.

Nên hiểu rằng, sáng chế không bị giới hạn bởi các phương án được mô tả ở trên và các cải biến khác có thể được thực hiện mà không xa rời phạm vi của bộ yêu cầu bảo hộ đính kèm.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp ăn mòn axit nguồn phosphat chứa canxi để sản xuất hợp chất phosphat được tinh chế bao gồm các bước:

a) ăn mòn axit sử dụng axit sulfuric của nguồn phosphat này, trong khoảng thời gian được xác định trước trong khoảng từ 20 đến 180 phút với sự tạo thành huyền phù thứ nhất chứa chất rắn thứ nhất và pha lỏng thứ nhất trong đó chất rắn thứ nhất ở dạng huyền phù, chất rắn thứ nhất này chứa ít nhất canxi phosphat và tạp chất, pha lỏng thứ nhất này chứa axit phosphoric và monocalxi phosphat hòa tan, bước ăn mòn này được thực hiện ở các điều kiện đầu vào trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và tùy chọn nguồn phosphat với canxi nằm trong khoảng từ 0,6 đến 0,8 và hàm lượng P_2O_5 là nhỏ hơn 6%;

b) lọc lần thứ nhất huyền phù thứ nhất này với việc tách chất rắn thứ nhất này từ pha lỏng thứ nhất này;

c) thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này hợp chất phosphat được tinh chế.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bước ăn mòn axit này được thực hiện trong 1, 2 hoặc nhiều bể ăn mòn.

3. Phương pháp theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó khoảng thời gian được xác định trước là nhỏ hơn 120 phút.

4. Phương pháp theo điểm 2 hoặc điểm 3, trong đó hàm lượng P_2O_5 trong pha lỏng trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là nhỏ hơn 5%.

5. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 4, trong đó bước ăn mòn này được thực hiện ở nhiệt độ trong bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn là $90^{\circ}C$ hoặc nhỏ hơn.

6. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 2 đến 5, trong đó axit sulfuric là axit sulfuric được pha loãng, cụ thể là trước khi được thêm vào bể ăn mòn hoặc các

bể ăn mòn.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó axit sulfuric được pha loãng này có nồng độ H_2SO_4 là 13% hoặc nhỏ hơn theo khối lượng.

8. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó tỷ lệ mol của sulfat từ axit sulfuric và tùy chọn nguồn phosphat so với canxi có mặt trong nguồn phosphat nằm trong khoảng từ 0,68 đến 0,78.

9. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, còn bao gồm bước thêm bazơ vào huyền phù thứ nhất này, trước bước lọc.

10. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 9, còn bao gồm, trước bước mà qua đó hợp chất phosphat được tinh chế này được thu hồi từ pha lỏng thứ nhất này, bước bổ sung bazơ vào pha lỏng thứ nhất này sau bước lọc với sự tạo thành của huyền phù thứ hai chứa chất rắn thứ hai trong huyền phù trong pha lỏng thứ hai và bước lọc huyền phù thứ hai này để phân tách chất rắn thứ hai này trong huyền phù từ pha lỏng thứ hai này, hợp chất phosphat được tinh chế này qua đó được thu hồi từ pha lỏng thứ hai này, từ pha lỏng thứ nhất đã được làm nghèo trong chất rắn thứ hai này.

11. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó chất rắn thứ nhất này được phân tách từ pha lỏng thứ nhất này được tái chế bằng cách đưa vào huyền phù thứ nhất.

12. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó nguồn phosphat chứa canxi này được chọn từ nhóm bao gồm đá phosphat truyền thống, đá phosphat có hàm lượng P_2O_5 thấp, tro, bùn thải, tro xương, phân lợn, phân gà, tro từ bùn thải, bùn thải, và nguyên liệu thô bất kỳ có hàm lượng phosphat theo P_2O_5 nhỏ hơn 30% khối lượng so với tổng khối lượng của nguyên liệu thô.

13. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm nêu trên, trong đó hợp chất phosphat được tinh sạch này là monocalxi phosphat MCP, dicalxi phosphat DCP, cụ

thể hơn là dicanxi phosphat DCP dùng trong thực phẩm, axit phosphoric, như axit có nguồn gốc trực tiếp từ pha lỏng thứ nhất này hoặc axit phosphoric được sản xuất từ DCP này.

14. Phương pháp theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 10 đến 13, trong đó pha lỏng thứ hai này được tái chế bằng cách đưa vào bể ăn mòn hoặc các bể ăn mòn.