



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

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

(11)



1-0051429

(51)^{2022.01} C22B 7/00; H01M 10/54

(13) B

(21) 1-2023-01860

(22) 24/08/2021

(86) PCT/SG2021/050496 24/08/2021

(87) WO 2022/045973 03/03/2022

(30) 63/069,488 24/08/2020 US

(45) 25/09/2025 450

(43) 25/07/2023 424A

(73) GREEN LI-ION PTE. LTD. (SG)

83 Kim Yam Road, #03-01, Singapore 239378, Singapore

(72) KATAL, Reza (IR).

(74) Công ty TNHH Tầm nhìn và Liên danh (VISION & ASSOCIATES CO.LTD.)

(54) PHƯƠNG PHÁP XỬ LÝ DUNG DỊCH NGÂM CHIẾT VÀ HỆ THỐNG TÁI CHẾ
KHỐI ĐEN

(21) 1-2023-01860

(57) Phương pháp xử lý dung dịch ngâm chiết thu được từ khối đen từ pin ion lithi đã sử dụng bao gồm bước thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng 1,2 đến 2,5, bổ sung bột sắt để gây ra sự đóng rắn đồng, bổ sung vôi sau khi đóng rắn đồng, và sau khi bổ sung vôi, chuyển độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng 6 để chiết canxi florua, titan hydroxit, nhôm hydroxit, sắt hydroxit, và sắt phosphat. Hệ thống tái chế khối đen bao gồm thùng phản ứng loại bỏ tạp chất được cấu tạo để nhận natri hydroxit được cấp vào, bột sắt được cấp vào, và vôi được cấp vào.

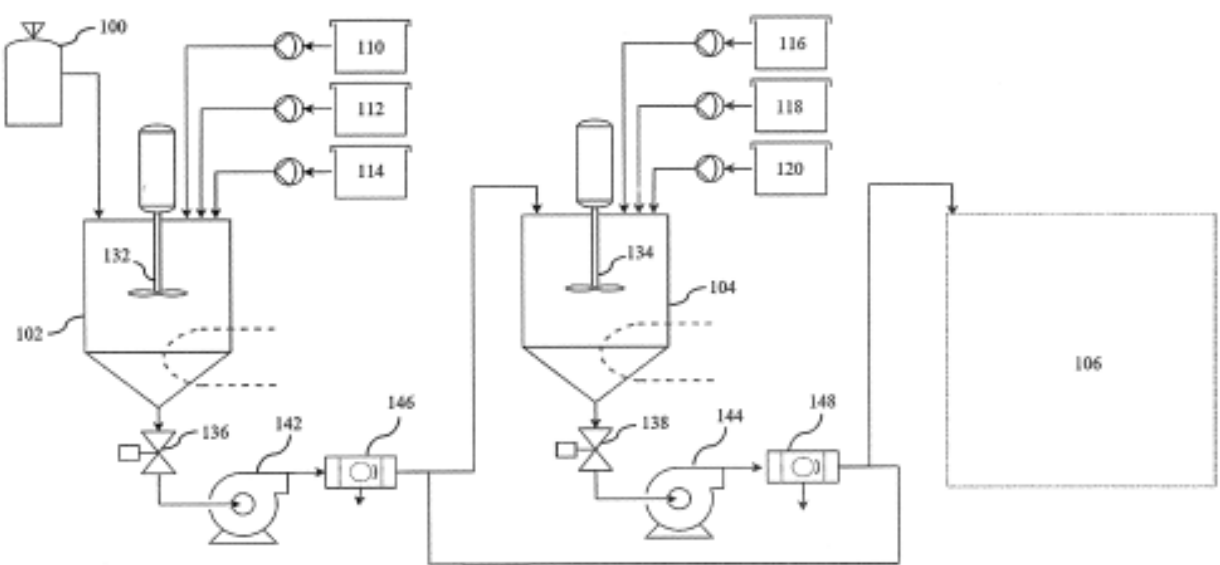


Fig. 1

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế nói chung đề cập đến phương pháp tái chế pin ion lithi đã sử dụng. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến phương pháp loại bỏ tạp chất từ dung dịch ngâm chiết của pin ion lithi đã sử dụng.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Pin ion lithi chứa các kim loại quý có giá trị, các kim loại này sẽ bị lãng phí khi pin được tiêu thụ và bị vứt bỏ. Với việc sử dụng pin ion lithi ngày càng tăng, việc thu hồi các kim loại quý từ pin ion lithi đã sử dụng đã trở thành một ngành công nghiệp quan trọng.

Thông thường, pin ion lithi đã sử dụng được tháo rời, nghiền nát hoặc cắt thành mảnh nhỏ để tạo ra khối đen để chuẩn bị tái chế. Các nỗ lực tái chế pin ion lithi hiện nay thường chủ yếu tập trung vào việc thu hồi các kim loại quý coban và lithi từ các catot oxit lithi coban. Tuy nhiên, có nhiều loại vật liệu catot khác được sử dụng trong pin ion lithi. Tỷ lệ đáng kể các vật liệu catot này bao gồm các kim loại quý khác như niken và mangan. Các phương pháp tái chế thông thường không tái chế được các loại vật liệu catot pin ion lithi khác nhau một cách đầy đủ và không giải quyết được việc chiết các kim loại quý khác một cách thích hợp.

Ngoài ra, khối đen, cụ thể là khối thu được bằng cách gộp từ nhiều loại pin ion lithi khác nhau chứa nhiều loại tạp chất. Việc không thể loại bỏ được chúng một cách thích hợp sẽ ảnh hưởng tiêu cực đến độ tinh khiết của các kim loại quý thu hồi được từ việc tái chế. Các nỗ lực hiện nay để loại bỏ tạp chất bao gồm rất nhiều bước đòi hỏi nhiều thùng phản ứng và thiết bị lọc. Điều này không chỉ kéo dài toàn bộ quy trình tái chế, mà còn với mỗi thùng phản ứng hoặc thiết bị lọc, vật liệu có giá trị bị mất đi trong quá trình gây ra sự giảm nghiêm trọng về lượng kim loại quý cần thu hồi.

Do đó, tồn tại nhu cầu về quy trình tái chế pin ion lithi mà có thể xử lý tốt hơn để loại bỏ các tạp chất trong khối đen, đặc biệt là khối thu được bằng cách gộp từ nhiều loại pin ion lithi khác nhau. Cũng tồn tại nhu cầu liên quan để loại bỏ các tạp chất theo cách hiệu quả hơn mà đòi hỏi ít thiết bị hơn và gây ra sự giảm lượng kim loại quý cần thu hồi ít hơn.

Sáng chế đi tìm giải pháp cho các nhu cầu này. Ngoài ra, các dấu hiệu và đặc điểm mong muốn khác sẽ trở nên rõ ràng từ phần mô tả còn lại kết hợp với các hình vẽ kèm theo.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo sáng chế, phương pháp xử lý dung dịch ngâm chiết thu được từ khối đen được đề xuất. Phương pháp này bao gồm thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng từ 1,2 đến 2,15, bổ sung bột sắt để gây ra sự đóng rắn đồng, bổ sung vôi sau khi đóng rắn đồng, và sau khi bổ sung vôi, chuyển độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng 6 để chiết canxi florua, titan hydroxit, nhôm hydroxit, sắt hydroxit, và sắt phosphat. Tốt hơn là, khoảng 2,5g bột sắt được bổ sung vào mỗi lit dung dịch ngâm chiết. Tốt hơn nữa là, bột sắt có thể được bổ sung vào trong khoảng thời gian khoảng 15 phút. Tốt hơn là, vôi là canxi oxit và khoảng 20-40g canxi oxit được bổ sung vào mỗi kg khối đen. Theo cách khác, vôi là canxi hydroxit và khoảng 30-60g canxi hydroxit được bổ sung vào mỗi kg khối đen. Tốt hơn là, dung dịch ngâm chiết thu được từ khối đen bằng cách ngâm chiết khối đen với axit sulfuric và hydro peroxit. Tốt hơn là, axit sulfuric là axit sulfuric 4M, và khoảng 6 lit axit sulfuric được bổ sung vào mỗi kg khối đen. Tốt hơn là, khoảng 50ml hydro peroxit (nồng độ 30%) trên mỗi lit dung dịch được bổ sung vào. Tốt hơn là, axit sulfuric và hydro peroxit được bổ sung vào theo thứ tự lần lượt. Phương pháp này còn có thể bao gồm khuấy khối đen, axit sulfuric, và hydro peroxit trong khoảng thời gian 1 giờ. Phương pháp này còn có thể bao gồm pha loãng axit sulfuric đến 2M bằng cách bổ sung nước khử ion sau khoảng thời gian 1 giờ.

Theo một khía cạnh khác, hệ thống tái chế khối đen được đề xuất. Hệ thống tái chế khối đen bao gồm thùng phản ứng loại bỏ tạp chất được cấu tạo để nhận natri hydroxit được cấp vào, bột sắt được cấp vào, và vôi được cấp vào. Tốt hơn là, hệ thống tái chế khối đen có thể còn bao gồm thùng phản ứng ngâm chiết được cấu tạo để nhận axit sulfuric được cấp vào, hydro peroxit được cấp vào, và nước khử ion được cấp vào, và cửa xả có van thứ nhất kết hợp với thùng phản ứng ngâm chiết tạo ra sự lưu thông chất lỏng giữa thùng phản ứng ngâm chiết và thùng phản ứng loại bỏ tạp chất. Tốt hơn nữa là, hệ thống tái chế khối đen có thể còn bao gồm thiết bị khuấy loại bỏ tạp chất được bố trí bên trong thùng phản ứng loại bỏ tạp chất, và thiết bị khuấy thùng phản ứng ngâm chiết được bố trí bên trong thùng phản ứng ngâm chiết.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Fig. 1 là sơ đồ dòng xử lý của quy trình ngâm chiết và loại bỏ các tạp chất.

Fig. 2 là đồ thị 1 ghi lại hiệu quả đóng rắn đồng trong khoảng thời gian 60 phút nhờ việc thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết lần lượt ở 1,2, 2,15 và 3,07.

Fig. 3 là đồ thị 2 ghi lại nồng độ của florua trong dung dịch ngâm chiết bắt đầu ở nồng độ ban đầu là 650 mg/l sau 60 phút ở độ pH lần lượt là 2,27, 3,12, 4,06 và 5,24.

Fig. 4 là đồ thị 3 ghi lại nồng độ của nhôm, sắt và titan trong dung dịch ngâm chiết bắt đầu ở nồng độ ban đầu lần lượt là 2,26, 0,2, và 1,1 g/l sau khoảng thời gian 30 phút ở độ pH lần lượt là 3,21, 4,16, 5,08 và 6,12.

Mô tả chi tiết sáng chế

Trong phần mô tả chi tiết sau đây, việc tham chiếu được thực hiện đối với các hình vẽ kèm theo mà tạo ra một phần của sáng chế. Các quy trình và hệ thống được mô tả trong phần mô tả chi tiết và các hình vẽ là nhằm mục đích minh họa và không có nghĩa làm giới hạn. Các phương án khác có thể được sử dụng, và các thay đổi khác có thể được tạo ra, mà không vượt ra khỏi phạm vi của bản mô tả được trình bày ở đây. Trong phần mô tả này, việc mô tả các yếu tố được đưa ra hoặc việc xem xét hoặc việc sử dụng số lượng yếu tố cụ thể trong Fig. cụ thể hoặc việc đề cập đến chúng trong phần mô tả tương ứng có thể bao gồm yếu tố hoặc số yếu tố giống như vậy, tương đương, hoặc tương tự đã được chỉ ra trong Fig. khác hoặc phần mô tả khác liên quan đến chúng.

Khối đen được rót từ thùng đựng 100 của nó vào thùng phản ứng thứ nhất, cụ thể là thùng phản ứng ngâm chiết, 102. Khối đen có thể bao gồm chung các pin ion lithi với các catot được làm bằng lithi coban oxit (LCO), lithi mangan oxit (LMO), lithi niken mangan coban oxit (NMC), lithi sắt phosphat (LFP), lithi niken coban nhôm oxit (NCA), và lithi titanat (LTO). Do đó, khối đen chứa các tạp chất bao gồm sắt, đồng, flo, phospho, titan và nhôm.

Trong pha ngâm chiết thứ nhất, axit vô cơ, tốt hơn là axit sulfuric (H_2SO_4), được cung cấp từ nguồn axit vô cơ 110 được bổ sung vào khối đen trong thùng phản ứng thứ nhất 102, tạo thành dung dịch. Tốt hơn là, tỷ lệ khoảng 1 kg khối đen với khoảng 6 lit axit sulfuric 4M được quan sát thấy. Axit vô cơ có thể tùy ý là axit hydrocloric được

điều chỉnh đến các lượng chất phản ứng đã mô tả dưới đây mà đã rõ ràng đối với người có hiểu biết trung bình.

Hydro peroxit (H_2O_2), tốt hơn là khoảng 50 ml hydro peroxit (nồng độ 30%) trên mỗi lit dung dịch, được cung cấp vào các thành phần của thùng phản ứng thứ nhất 102 từ nguồn hydro peroxit 112 để tạo thuận lợi cho việc ngâm chiết như là chất phân hủy đồng thời. Các thành phần của thùng phản ứng thứ nhất 102 được khuấy bằng thiết bị khuấy 132, tốt hơn là trong khoảng 1 giờ. Trong pha ngâm chiết thứ nhất, axit sulfuric làm tăng tính khả dụng của các ion sulfat (SO_4^{2-}) mà phản ứng với sắt có mặt trong khối đen để tạo thành sắt II (Fe^{2+}). Sau đó, hydro peroxit oxy hóa sắt II (Fe^{2+}) thành sắt III (Fe^{3+}). Sau đó, sắt III phản ứng với các ion sulfat để tạo ra sắt sulfat ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$).

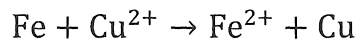
Trong pha thứ hai, nước khử ion được bổ sung vào thùng phản ứng thứ nhất 102 từ nguồn nước khử ion 114 để pha loãng axit sulfuric trong thùng phản ứng thứ nhất 102, tốt hơn là đến khoảng 2M. Việc khuấy các thành phần của thùng phản ứng thứ nhất 102 được duy trì bằng thiết bị khuấy 132 trong khoảng 30 phút.

Trong cả pha ngâm chiết thứ nhất và thứ hai, nhiệt độ của các thành phần trong thùng phản ứng thứ nhất 102 nên được duy trì ở 70-90°C. Người có hiểu biết trung bình hiểu rõ là lượng axit sulfuric, hydro peroxit và nước khử ion có thể được điều chỉnh theo lượng khối đen được xử lý.

Sau pha ngâm chiết thứ nhất và thứ hai, dung dịch ngâm chiết từ thùng phản ứng thứ nhất 102 được xả qua van xả 136 và được chuyển vào thùng phản ứng thứ hai 104 nhờ bơm 142. Phần sau đây mô tả các quy trình loại bỏ tạp chất đồng, flo, phosphat, sắt, titan, và nhôm từ dung dịch ngâm chiết trong thùng phản ứng thứ hai 104, trong quá trình này, các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 được khuấy liên tục bằng thiết bị khuấy 134.

Natri hydroxit (NaOH) từ nguồn natri hydroxit 116 được bổ sung vào dung dịch ngâm chiết trong thùng phản ứng thứ hai 104 để thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết ở giá trị pH khoảng từ 1,2 đến 2,15. Bột sắt (Fe) từ nguồn bột sắt 118, tốt hơn là khoảng 2,5 g bột sắt trên mỗi lit dung dịch ngâm chiết, được bổ sung vào dung dịch ngâm chiết trong khoảng 15 phút trong khi duy trì nhiệt độ của các thành phần của thùng phản ứng thứ hai ở khoảng 60°C. Nhờ khả năng khử của các kim loại thường đối với các ion kim loại quý theo dãy điện hóa (nghĩa là, chênh lệch điện thế giữa hai phản ứng pin bán phần tương ứng với xu hướng phản ứng cao hơn từ quan điểm nhiệt động học

và điện hóa), bột sắt sẽ phản ứng ưu tiên hơn với đồng trong dung dịch ngâm chiết, dẫn đến sự đóng rắn của đồng:



Đồ thị 1 ghi lại hiệu quả đóng rắn đồng trong khoảng thời gian 60 phút nhờ việc thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết lần lượt ở 1,2, 2,15 và 3,07. Nồng độ của đồng trong dung dịch ngâm chiết được thu lấy và tính toán để thu được tỷ lệ phần trăm loại bỏ đồng trong khoảng thời gian 60 phút như sau:

$$\frac{\text{Nồng độ ban đầu của đồng} - \text{nồng độ cuối cùng của đồng}}{\text{Nồng độ ban đầu của đồng}} \times 100$$

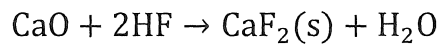
Đã quan sát thấy rằng việc thiết lập độ pH ở 1,2 hoặc 2,15 gây ra sự đóng rắn khoảng 90% đồng trong dung dịch ngâm chiết, nghĩa là, loại bỏ đồng. Khi độ pH được thiết lập ở 3,07, sự đóng rắn đồng trong dung dịch ngâm chiết giảm xuống dưới 80% trong cùng khoảng thời gian.

Axit sulfuric và hydro peroxit được bổ sung vào từ pha ngâm chiết thứ nhất trong thùng phản ứng thứ nhất 102 tạo ra một phần các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104. Hydro peroxit oxy hóa sắt II (Fe^{2+}) được tạo ra trong quá trình đóng rắn đồng thành sắt III (Fe^{3+}). Sắt III phản ứng với các ion sulfat để tạo ra sắt sulfat ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$).

Một lượng florua có thể được loại bỏ trong quá trình ngâm chiết trong thùng phản ứng thứ nhất 102, nhưng các lượng đủ để gây độc và không mong muốn mà có thể gây ra sự giảm dung lượng của pin ion lithi mà cuối cùng có thể được sản xuất ra sẽ vẫn còn lại dưới dạng các ion florua trong dung dịch ngâm chiết được chuyển sang thùng phản ứng thứ hai 104. Vôi từ nguồn vôi 120 được bổ sung vào các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104, tốt hơn là khoảng 20-40g canxi oxit hoặc khoảng 30-60g canxi hydroxit trên mỗi kg khối đen trước đó đã được bổ sung vào thùng phản ứng thứ nhất 102. Sau khi bổ sung vôi, các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 được để cho nghỉ (tiếp tục khuấy) trong khoảng thời gian khoảng 30 phút ở khoảng 40°C.

Vôi chỉ nên được bổ sung vào sau khi bột sắt đã hoàn thành sự đông rắn đồng từ các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 để tránh việc vôi cản trở khả năng của bột sắt trong việc gây ra sự đông rắn đồng.

Sau khoảng thời gian nghỉ khoảng 30 phút, natri hydroxit được bổ sung vào thùng phản ứng thứ hai 104 nhiều hơn để chuyển độ pH của các thành phần của nó đến độ pH khoảng 6. Sự chuyển độ pH gây ra sự kết tủa các tạp chất còn lại (flo, sắt, phospho, titan, và nhôm) trong dung dịch ngâm chiết đã được chuyển từ thùng phản ứng thứ nhất 102 sang thùng phản ứng thứ hai 104. Từ độ pH khoảng 2,2, florua bắt đầu kết tủa dưới dạng canxi florua (CaF_2):



Đồ thị 2 ghi lại nồng độ florua trong dung dịch ngâm chiết, bắt đầu ở nồng độ ban đầu là 650 mg/l sau 60 phút ở độ pH lần lượt là 2,27, 3,12, 4,06 và 5,24. Đã quan sát thấy là nồng độ florua bị giảm liên tục và đáng kể ở độ pH 3,12, 4,06 và 5,24, trong khi nồng độ florua không bị giảm đáng kể ở độ pH 2,27.

Khi độ pH của các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 tăng đến độ pH khoảng 3, natri hydroxit làm cho các ion sắt kết tủa dưới dạng sắt hydroxit, dù là các ion sắt ban đầu trong dung dịch ngâm chiết hoặc được bổ sung vào để đông rắn đồng. Lượng sắt còn lại mà chưa được kết tủa dưới dạng sắt hydroxit phản ứng với các ion phosphat (PO_4^{3-}) trong các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 để kết tủa dưới dạng sắt phosphat (FePO_4).

Độ pH	Kết tủa Fe (%)	Kết tủa P (%)
2,5	-	-
3	10,74	13,51
3,5	59,45	51,68
4	100	89,12
4,5	100	100

Bảng 1. Tác động của độ pH đối với sự kết tủa sắt (Fe) và phospho (P)

Bảng 1 ghi lại tỷ lệ phần trăm của sắt và phospho tồn tại ban đầu trong dung dịch ngâm chiết mà đã kết tủa dưới dạng sắt phosphat ở các giá trị pH trong khoảng từ độ pH 2,5 đến 4,5 trong 60 phút. Đã quan sát thấy là sự kết tủa xảy ra từ pH 3 và tăng lên ở mỗi giá trị pH quan sát được đến pH 4,5, tại đó gần như toàn bộ sắt và phospho tồn tại trong dung dịch ngâm chiết đều được kết tủa.

Khi độ pH của các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 tăng đến và vượt quá độ pH 4, hydro peroxit, mà đã được bổ sung vào thùng phản ứng thứ nhất 102 và được chuyển trong dung dịch ngâm chiết sang thùng phản ứng thứ hai 104, thúc đẩy trạng thái oxy hóa của titan và nhôm lần lượt thành titan (V) và nhôm (III), do đó khởi động sự kết tủa các hydroxit của chúng $Ti(OH)_4$ và $Al(OH)_3$.

Khi độ pH đạt tới khoảng pH 6, các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 được để cho nghỉ (tiếp tục khuấy) trong khoảng 60 phút ở khoảng 60°C. Sau khoảng thời gian 60 phút, các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104 được giải phóng ra khỏi thùng phản ứng thứ hai 104 nhờ van xả 138 và được đi qua thiết bị lọc 148 để loại bỏ đồng và các kết tủa (canxi florua, sắt phosphat, sắt hydroxit, titan hydroxit, và nhôm hydroxit), nhờ đó loại bỏ lượng đáng kể các tạp chất đã tồn tại ban đầu trong khối đen.

Đồ thị 3 ghi lại nồng độ nhôm, sắt và titan trong dung dịch ngâm chiết mà bắt đầu ở nồng độ ban đầu lần lượt là 2,26, 0,2, và 1,1 g/l sau khoảng thời gian 30 phút ở độ pH lần lượt là 3,21, 4,16, 5,08 và 6,12. Nồng độ nhôm, sắt và titan trong dung dịch ngâm chiết được thu lấy và tính toán để thu được tỷ lệ phần trăm loại bỏ sau khoảng thời gian 30 phút như sau:

$$\left(\frac{\text{Nồng độ ban đầu} - \text{nồng độ cuối cùng}}{\text{Nồng độ ban đầu}} \right) \times 100$$

Đã quan sát thấy là nồng độ nhôm, sắt và titan giảm đáng kể ở độ pH 4,16, 5,08 và 6,12 so với độ pH 3,21.

Quy trình ngâm chiết trong thùng phản ứng thứ nhất 102 và các phản ứng kết tủa trong thùng phản ứng thứ hai 104 mất tổng cộng khoảng 3-4 giờ, kết thúc quy trình này ít hơn 10mg/l tạp chất từ khối đen vẫn còn trong các thành phần của thùng phản ứng thứ hai 104.

Mặc dù các khía cạnh và các phương án khác nhau đã được mô tả ở đây, sẽ được hiểu rõ bởi người có hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này là một số cấu trúc, tham số hoặc quy trình đã bộc lộ trên đây có thể được thay đổi, cải biến nếu muốn và được kết hợp thành các cấu trúc, quy trình và/hoặc các ứng dụng thay thế khác. Được dự định là tất cả các biến đổi, thay thế, cải biến và/hoặc cải tiến mà được tạo ra cho nhiều phương án khác nhau đã được bộc lộ nằm trong phạm vi của sáng chế. Các khía cạnh và các

phương án khác nhau đã được mô tả ở đây là nhằm mục đích minh họa và không được dự định làm giới hạn, với phạm vi thực sự của phần bộc lộ được chỉ ra bởi yêu cầu bảo hộ sau đây.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Phương pháp xử lý dung dịch ngâm chiết, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

thiết lập độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng từ 1,2 đến 2,15, trong đó dung dịch ngâm chiết này thu được từ khối đen chứa sắt, đồng, flo, phospho, titan, và nhôm;

bổ sung bột sắt để gây ra sự đóng rắn đồng;

sau khi đóng rắn đồng, bổ sung vôi; và

sau khi bổ sung vôi, chuyển độ pH của dung dịch ngâm chiết đến độ pH khoảng 6 để chiết canxi florua, titan hydroxit, nhôm hydroxit, sắt hydroxit, và sắt phosphat.

2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó khoảng 2,5g bột sắt được bổ sung vào cho mỗi lit dung dịch ngâm chiết.

3. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bột sắt được bổ sung vào trong khoảng thời gian khoảng 15 phút.

4. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vôi là canxi oxit và khoảng 20-40g canxi oxit được bổ sung vào cho mỗi kg khối đen.

5. Phương pháp theo điểm 1, trong đó vôi là canxi hydroxit và khoảng 30-60g canxi hydroxit được bổ sung vào cho mỗi kg khối đen.

6. Phương pháp theo điểm 1, trong đó dung dịch ngâm chiết thu được từ khối đen bằng cách ngâm chiết khối đen với axit sulfuric và hydro peroxit.

7. Phương pháp theo điểm 6, trong đó axit sulfuric là axit sulfuric 4M và khoảng 6 lit axit sulfuric được bổ sung vào cho mỗi kg khối đen.

8. Phương pháp theo điểm 6, trong đó axit sulfuric và hydro peroxit được bổ sung vào theo thứ tự lần lượt.

9. Phương pháp theo điểm 6, trong đó khối đen, axit sulfuric và hydro peroxit được khuấy trong khoảng thời gian 1 giờ.

10. Phương pháp theo điểm 9, trong đó phương pháp này còn bao gồm bước pha loãng axit sulfuric đến khoảng 2M bằng cách bổ sung nước khử ion sau khoảng thời gian 1 giờ.

11. Hệ thống tái chế khối đen bao gồm:

thùng phản ứng loại bỏ tạp chất được cấu tạo để nhận natri hydroxit được cấp vào, bột sắt được cấp vào, và vôi được cấp vào;

thùng phản ứng ngâm chiết được cấu tạo để nhận axit sulfuric được cấp vào, hydro peroxit được cấp vào, nước khử ion được cấp vào, và khối đen được cấp vào chứa sắt, đồng, flo, phospho, titan và nhôm; và

cửa xả có van thứ nhất kết hợp với thùng phản ứng ngâm chiết tạo ra sự lưu thông chất lỏng giữa thùng phản ứng ngâm chiết và thùng phản ứng loại bỏ tạp chất.

12. Hệ thống tái chế khối đen theo điểm 11, trong đó hệ thống này còn bao gồm

thiết bị khuấy loại bỏ tạp chất được bố trí bên trong thùng phản ứng loại bỏ tạp chất; và

thiết bị khuấy thùng phản ứng ngâm chiết được bố trí bên trong thùng phản ứng ngâm chiết.

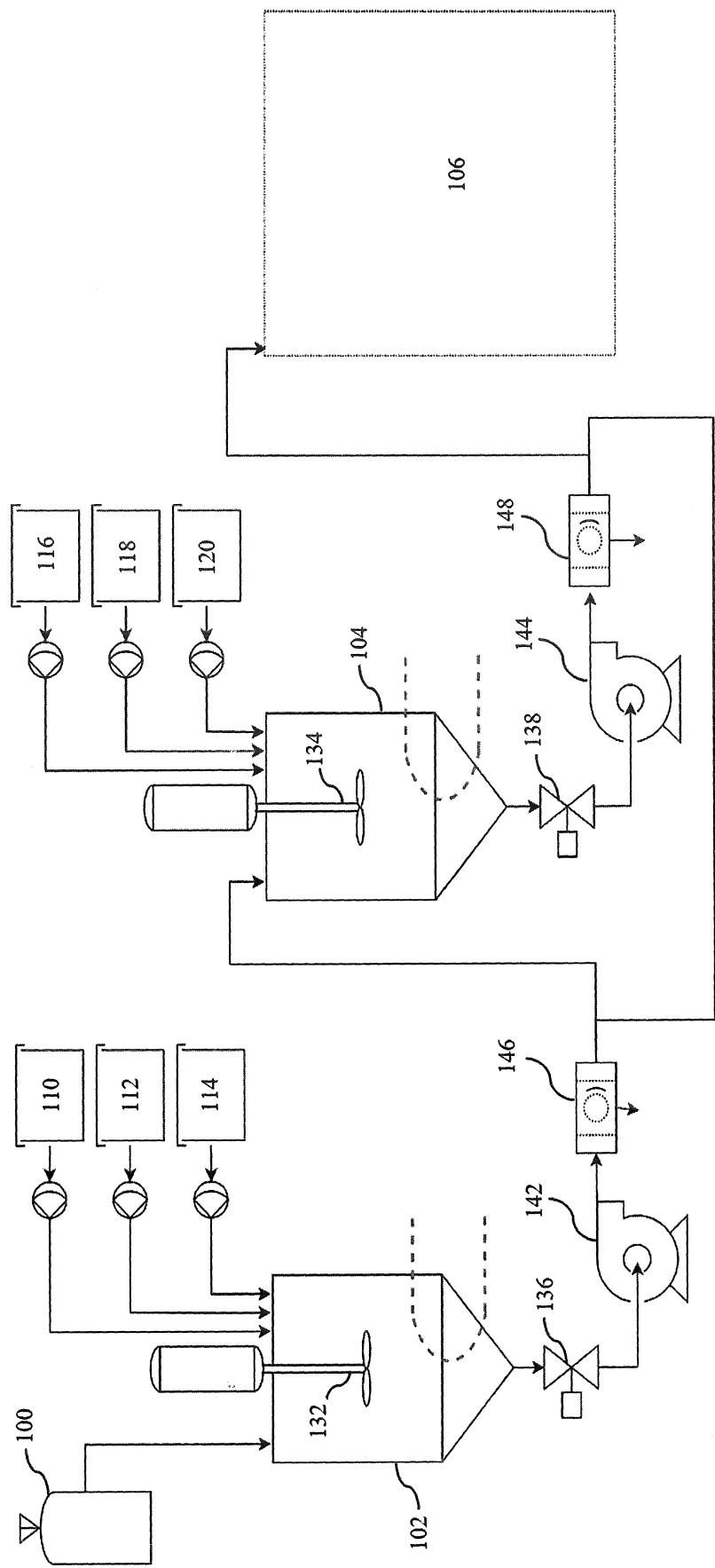
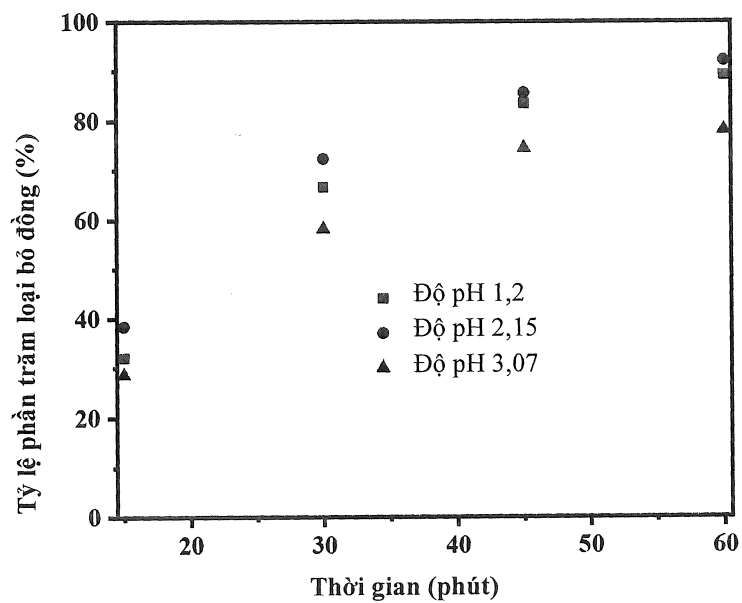


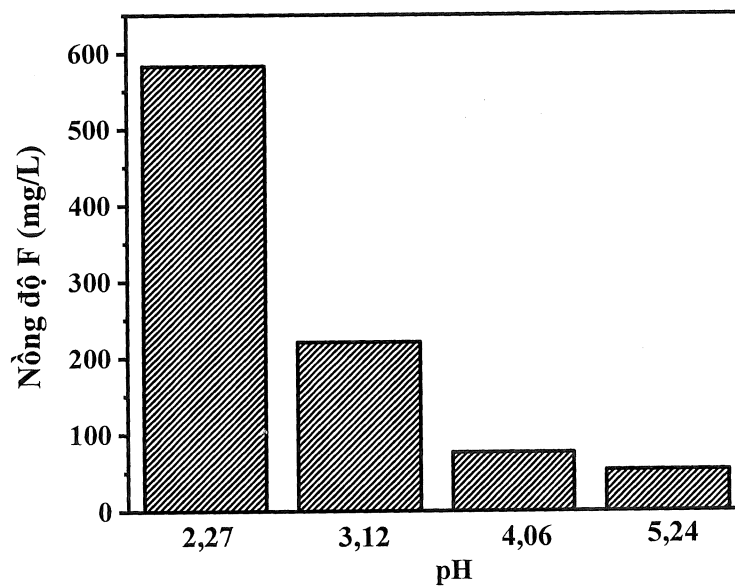
Fig. 1

Fig. 2



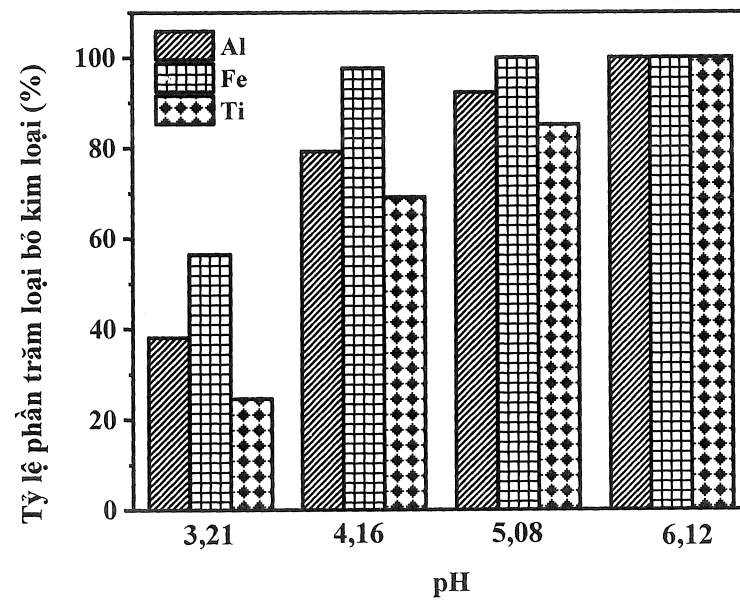
Đồ thị 1. Tác động của độ pH đối với sự đóng rắn đồng theo thời gian.

Fig. 3



Đồ thị 2. Tác động của độ pH đối với nồng độ florua trong dung dịch.

Fig. 4



Đồ thị 3. Tác động của độ pH đối với nồng độ sắt, nhôm và titan.