

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **042171**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2023.01.20

(21) Номер заявки
202090239

(22) Дата подачи заявки
2018.08.10

(51) Int. Cl. **C01B 25/01** (2006.01)
C01B 25/22 (2006.01)
C01B 25/225 (2006.01)
C01B 25/226 (2006.01)
C01B 25/32 (2006.01)

(54) **СПОСОБ КИСЛОТНОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ИСТОЧНИКА ФОСФАТА**

(31) **BE2017/5554**

(32) **2017.08.11**

(33) **BE**

(43) **2020.05.12**

(86) **PCT/EP2018/071818**

(87) **WO 2019/030403 2019.02.14**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ПРЭЙОН ТЕКНОЛОДЖИЗ (BE)

(72) Изобретатель:
**Ваврей Александр (BE), Ледерер
Ливио (умер), Нинан Леон (FR)**

(74) Представитель:
Фелицына С.Б. (RU)

(56) **ABDUL QADIR, MUHAMMAD ET AL.:** "Synthesis of dicalcium phosphate potential cost-effective raw material", INTERNATIONAL JOURNAL OF CHEMICAL SCIENCES CODEN: IJCSJ, vol. 12, no. 1, 2014, pages 111-120, XP055470006, ISSN: 0972-768X, tables 3-4
WO-A2-2004002888
US-A-4154799
GB-A-793801
CN-A-106348266

(57) Способ кислотного разложения серной кислотой источника фосфата, содержащего кальций или не содержащего кальция, в течение предварительно определенного периода времени в диапазоне от 20 до 180 мин в условиях, где молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, составляет от 0,6 до 0,8, а уровень содержания P₂O₅ в резервуаре для разложения составляет менее чем 6%.

B1

042171

042171

B1

Настоящее изобретение относится к способу кислотного разложения источника фосфата, содержащего кальций, и к способу кислотного разложения источника фосфата, который не содержит кальция, для производства очищенного соединения на фосфатной основе.

Под термином "источник фосфата, который не содержит кальция" подразумевается содержание кальция, связанного или не связанного с фосфат-ионом, гидрофосфат-ионом и/или дигидрофосфат-ионом, менее чем 10 мас.%, предпочтительно менее чем 5 мас.%, предпочтительно 1 мас.%, более предпочтительно 0,1 мас.%, а еще более предпочтительно 0,05 мас.% и менее по отношению к общей массе сухого вещества источника фосфата (сушка при 105°C).

Источники фосфата, которые не содержат связанного кальция, включают, например, фосфат железа, фосфат алюминия, фосфат лития, фосфат цинка, фосфат магния или смешанные фосфаты. В данном варианте осуществления к источнику фосфата добавляют кальций для достижения в резервуаре для разложения молярного отношения SO_4/Ca в диапазоне от 0,6 до 0,8.

Кислотное разложение источника фосфата, содержащего кальций, хорошо известно из уровня техники.

Один традиционный способ подобной природы заключается в стимулировании прохождения реакции между фосфатной горной породой и серной кислотой в условиях, которые приводят к кристаллизации дигидрата сульфата кальция или гипса ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$). После этого взвесь гипса, полученная в первом реакторе, может быть подвергнута во втором реакторе способу вызревания, что увеличивает размер полученных зерен сульфата, в целях увеличения фильтруемости. Вслед за этим вызревшую взвесь отфильтровывают для получения фосфорной кислоты, характеризующейся содержанием P_2O_5 в свободном состоянии в диапазоне приблизительно от 25 до 35 мас.%.

Заявителям также известно производство фосфорной кислоты в результате сернокислотного разложения при повышенных температурах и концентрациях P_2O_5 и/или SO_3 с получением взвеси сульфата кальция в форме полугидрата ($CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$) или ангидрита. Данные способы в общем случае приводят к получению концентрированной фосфорной кислоты и легкофильтруемого сульфата, но эффективность выделения P_2O_5 в данных способах не является такой же хорошей, как в традиционном способе. После кислотного разложения в определенных случаях полученный полугидрат сульфата кальция превращается в дигидрат сульфата кальция (Ollman's Encyclopaedia of Industrial Chemistry, 2008, p. 8 и 9).

Заявителям также известен способ, при использовании которого фосфатную горную породу еще раз подвергают воздействию в условиях разложения в соответствии с традиционным способом для получения первой взвеси, в которой полученный гипс характеризуется размером зерна, который обеспечивает проведение хорошего фильтрования. После этого одну часть данной первой взвеси отбирают и подвергают воздействию в условиях, при которых гипс превращается в полугидрат, получая, тем самым, вторую взвесь. Вслед за этим остаток первой взвеси примешивают ко второй взвеси, а получающуюся в результате взвесь отфильтровывают (см. публикацию WO 2005/118470).

Основная проблема, оказывающая воздействие на производство фосфорной кислоты, заключается в исчерпании месторождений минералов, обогащенных по P_2O_5 . Данные месторождения были выработаны. В настоящее время следует полагаться на минералы, характеризующиеся содержанием P_2O_5 , которое считается бедным, например содержанием P_2O_5 , 25 мас.% и менее по отношению к фосфатной горной породе или в определенных случаях 20% и менее.

Способ, позволяющий использовать данные минералы и выделять в данном случае высококачественную фосфорную кислоту, был описан в международной патентной заявке WO 2011/067321. Условия разложения в данном способе включают в значительной степени стехиометрическую реакцию между введенной серной кислотой и кальцием, содержащимся в фосфатной горной породе, в то время как содержание P_2O_5 в свободном состоянии в кристаллизационной взвеси выдерживают высоким в диапазоне между 38 и 50 мас.%, а температуру выдерживают в диапазоне от 70 до 90°C. Неожиданно оказалось, что данные условия приводят к получению очень мелких и стабильных кристаллов дигидрата. После этого данную взвесь подвергают воздействию увеличенной температуры, в результате чего зерна дигидрата соллобилизируются и высвобождают неразложившийся или сокристаллизованный P_2O_5 , в то время как достигаются кристаллизация полугидрата сульфата кальция с хорошей фильтруемостью и получение произведенной фосфорной кислоты с очень низким уровнем содержания SO_3 в свободном состоянии. Как это необходимо отметить, минералы, характеризующиеся неудовлетворительным уровнем содержания P_2O_5 , зачастую характеризуются все более и более высоким уровнем содержания примесей. Уровень содержания примесей обычно выражают в виде отношения $(Al_2O_3 + Fe_2O_3 + MgO)/P_2O_5 \times 100$, что также обозначают как ДНЭ (доля неосновных элементов). Фосфаты, которые называются классическими, характеризуются долей ДНЭ в диапазоне от приблизительно 5 до 8.

Уровень содержания примесей выше 10 является настолько важным, что он начинает оказывать отрицательное воздействие на кристаллизацию сульфата кальция в форме гипса во время разложения минерала под действием серной кислоты. При данном содержании примесей производство фосфорной кислоты становится проблематичным, в частности, вследствие наличия проблем, оказывающих воздействие на кристаллизацию дигидрата сульфата кальция и его фильтрование. Поэтому это представляет со-

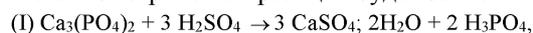
бой значительный недостаток во всех способах, в которых имеет место фильтрование непосредственно после разложения фосфатной горной породы.

В способе, таком как описанный в патентной заявке WO 2011/067321, на кристаллизацию гипса также оказывают воздействие примеси, но, поскольку гипс не предполагается отфильтровывать, это является существенным моментом.

Документ WO 2012/163425 имеет своей целью разработку способа производства фосфорной кислоты в результате разложения фосфатной горной породы неудовлетворительного качества при использовании серной кислоты для обеспечения возможности получения высококачественной произведенной фосфорной кислоты и хорошей эффективности выделения P_2O_5 из горной породы. Кроме того, способ должен быть способен применяться на существующих и традиционных производственных объектах и не должен требовать проведения дорогостоящих преобразований, которые невозможно обосновать с экономической точки зрения. В соответствии с данным документом способ включает в ходе разложения добавление источника фтора к первой взвеси при содержании в диапазоне от 1 до 5 мас.% F по отношению к P_2O_5 , содержащемуся в фосфатной горной породе. Условия разложения являются такими, что они обеспечивают прохождение по существу стехиометрической реакции между введенной серной кислотой и кальцием, содержащимся в фосфатной горной породе, главным образом в форме карбоната и фосфата кальция. Кислая водная фаза первой взвеси, представляющей собой результат разложения, не содержит или содержит очень мало серной кислоты в свободном состоянии, и ее уровень содержания в P_2O_5 в свободном состоянии является относительно высоким.

Как это можно видеть, трудность производства фосфорной кислоты из фосфатных горных пород заключается в необходимости всегда иметь достаточный выход разложения, кислоту приемлемого качества и сульфат кальция, качество которого более-менее легко улучшить, и в данном контексте в общем случае считают, что разложение фосфатных горных пород при использовании концентрированной серной кислоты должно быть проведено в форме стехиометрической реакции в целях производства неочищенной фосфорной кислоты и обеспечения степени выделения P_2O_5 , которая является достаточной и прибыльной с экономической точки зрения.

В случае производства фосфорной кислоты в результате разложения фосфатных горных пород при использовании серной кислоты стехиометрическая реакция будет записываться в виде



в которой молярное отношение $SO_4/Ca = 3/3$, т.е. = 1.

Как это также известно, таким образом произведенная фосфорная кислота может быть использована в комбинации с основанием на основе извести для производства моногидрофосфата кальция (DCP) пищевой марки (для человека или животных) или для любой другой области применения.

В документе GB 938468 описывается производство дигидрофосфата кальция (MCP) или моногидрофосфата кальция (DCP) из фосфатных горных пород или из природных минералов при использовании хлористоводородной кислоты.

В документе WO 2015/082468 описывается солянокислотное разложение фосфатных горных пород.

К сожалению, способы солянокислотного разложения требуют проведения стадии очистки DCP для исключения хлорид-ионов, которые не должны, например, присутствовать в определенных марках DCP технического назначения. Способы, использующие хлористоводородную кислоту, приводят к образованию остаточного хлорида кальция, в котором будет накапливаться часть примесей из материала исходного сырья. Данное решение требует проведения дополнительных очистительных обработок. Кроме того, присутствие хлористоводородной кислоты в резервуаре для разложения будет создавать в производственных объектах проблемы, связанные с коррозией, в случае температуры, большей или равной $60^\circ C$.

Из документа US 3161466 заявителям также известен способ разложения фосфатных горных пород при использовании серной кислоты. В способе, описанном в данном документе, первое сернокислотное разложение проводят в резервуаре для разложения для получения пастообразной взвеси, которую можно оставить для вызревания или можно переводить во второй резервуар, где она будет подвергаться дополнительному кислотному разложению. Данный способ имеет в основе последовательное регулирование значения pH, при этом пошаговые увеличения значения pH исполняют функцию стимулирования селективного осаждения различных примесей, присутствующих в жидкой фазе (щелоче). Щелок содержит MCP и фосфорную кислоту в больших количествах.

К сожалению, описанный способ имеет ограничения, поскольку он требует проведения жесткого регулирования значения pH на каждой стадии вследствие наличия вышеупомянутого селективного осаждения, а также поскольку он является нерациональным с экономической точки зрения вследствие наличия многочисленных стадий и времени, требуемого для обработки фосфатной горной породы.

В заключение, в документе GB 793801 описывается еще один способ. В данном документе описанный способ включает субстехиометрическое разложение фосфатных горных пород при использовании серной кислоты с концентрацией в диапазоне от 14 до 62%. Цель описанного способа заключается в извлечении редких земель, содержащихся в фосфатной горной породе. Следовательно, одна из критических стадий заключается в полном растворении фосфатной горной породы для получения жидкой фазы, из которой могут быть выделены редкие земли. Поэтому способ включает добавление реакционноспо-

собного кремнезема для сохранения редких земель в растворе и требует использования времени разложения, составляющего приблизительно 24 ч. Уровень содержания P_2O_5 по отношению к кальцию (P_2O_5/Ca), раскрытый в документе, находится в диапазоне от 10/1 до 4/1.

Как можно видеть, способ является затратным по времени и имеет значительную стоимость при обработке фосфатной горной породы, так как способ, вероятно, делается прибыльным в результате выделения редких земель, которые характеризуются значительной рыночной стоимостью. Однако в подходе, имеющем своей целью производство очищенного вещества на фосфатной основе, экономическая прибыльность данного способа должна быть поставлена под сомнение.

Цель изобретения заключается в устранении недостатков современного уровня техники в результате предложения прибыльного с экономической точки зрения способа, характеризующегося наличием оптимального баланса между стоимостью энергии, производственной себестоимостью, стойкостью материалов, использованных в производственных устройствах, и гибкостью в отношении материалов исходного сырья.

Действительно, одна из целей данного изобретения заключается в предложении способа, позволяющего осуществлять обработку горных пород, характеризующихся высокой концентрацией фосфата, а также горных пород, характеризующихся низкой концентрацией фосфата, и вторичных источников фосфата.

Для решения данной проблемы изобретение относится к способу кислотного разложения источника фосфата, содержащего кальций, для производства очищенного соединения на фосфатной основе, такого как упомянутое в начале, включающему стадии, на которых проводят:

а) кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в течение предварительно определенного периода времени в диапазоне от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой находится первое твердое вещество, при этом упомянутое первое твердое вещество содержит по меньшей мере сульфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием находится между 0,6 и 0,8, а содержание P_2O_5 составляет менее чем 6%;

б) первое фильтрование упомянутой первой суспензии с отделением упомянутого первого твердого вещества от упомянутой первой жидкой фазы и

с) извлечение из упомянутой первой жидкой фазы очищенного соединения на фосфатной основе.

Молярное отношение SO_4/Ca определяет количество кислоты, требуемой для разложения источника фосфата, содержащего Ca, на входе реагентов.

В выгодном случае упомянутое содержание P_2O_5 представляет собой содержание P_2O_5 , который растворен в упомянутой первой жидкой фазе.

В выгодном случае упомянутое кислотное разложение происходит в одном, двух и более резервуарах для разложения.

Как это можно видеть, способ, соответствующий настоящему изобретению, представляет собой способ разложения в сильно субстехиометрических условиях, поскольку молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, (SO_4/Ca), в пределах между 0,6 и 0,8, характеризуется несколькими преимуществами. Во-первых, уменьшается расход серной кислоты, и множество источников фосфата может быть подвергнуто обработке при использовании способа, соответствующего настоящему изобретению, с целью производства различных очищенных соединений на фосфатной основе. Действительно, способ, соответствующий настоящему изобретению, может быть использован для получения жидкой фазы, которая содержит фосфорную кислоту и дигидрофосфат кальция, из которого также может быть получен моногидрофосфат кальция, что, тем самым, обеспечивает получение большой гибкости. Действительно, моногидрофосфат кальция может быть подвергнут разложению для производства относительно чистой фосфорной кислоты и ее производных. Кроме того, время разложения является относительно коротким, и это снижает производственную себестоимость в результате совместного действия гибкости, по отношению к источнику фосфата и множеству полученных продуктов. Также может быть уменьшена и стоимость технического обслуживания вследствие уменьшенной агрессивности реакционной среды.

Для достижения молярного отношения между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием содержание кальция в основном базируется на содержании кальция в источнике фосфата, но всегда возможным является и добавление некоторого количества кальция по мере необходимости.

В выгодном случае способ, соответствующий настоящему изобретению, включает стадии, на которых проводят:

кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в одном, двух или нескольких резервуарах для разложения в течение предварительно определенного периода времени от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой первое твердое вещество находится в суспензии, при этом упомянутое первое твердое ве-

щество содержит по меньшей мере сульфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, находится между 0,6 и 0,8, а уровень содержания P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 6%;

первое фильтрование упомянутой первой суспензии с отделением упомянутого первого твердого вещества от упомянутой первой жидкой фазы и

извлечение из упомянутой первой жидкой фазы очищенного соединения на фосфатной основе.

Молярное отношение SO_4/Ca определяет количество кислоты, требуемой для разложения источника фосфата, содержащего Ca, на входе реагентов в резервуар для разложения или резервуары для разложения.

В выгодном случае способ, соответствующий настоящему изобретению, включает стадии, на которых проводят:

кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в одном, двух или нескольких резервуарах для разложения в течение предварительно определенного периода времени от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой первое твердое вещество находится в суспензии, при этом упомянутое первое твердое вещество содержит по меньшей мере сульфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием находится между 0,6 и 0,8, а уровень содержания P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 6%;

первое фильтрование упомянутой первой суспензии с отделением упомянутого первого твердого вещества от упомянутой первой жидкой фазы и

извлечение из упомянутой первой жидкой фазы очищенного соединения на фосфатной основе.

Молярное отношение SO_4/Ca определяет количество кислоты, требуемой для разложения источника фосфата, содержащего Ca, на входе реагентов в резервуар для разложения или резервуары для разложения.

В выгодном случае упомянутая стадия а) кислотного разложения включает:

кислотное разложение в одном резервуаре для разложения; или

кислотное разложение в первом резервуаре для разложения при добавлении серной кислоты и перевод упомянутой первой суспензии, полученной или получающейся в первом резервуаре для разложения, во второй резервуар для разложения без добавления серной кислоты; или

кислотное разложение в двух последовательных резервуарах для разложения при добавлении серной кислоты в оба резервуара; или

кислотное разложение в трех резервуарах для разложения; или

кислотное разложение в первом резервуаре для разложения при добавлении серной кислоты и перевод упомянутой первой суспензии, полученной или получающейся в первом резервуаре для разложения, во второй резервуар для разложения и третий резервуар для разложения без добавления серной кислоты; или

кислотное разложение в первом резервуаре для разложения и втором резервуаре для разложения при добавлении или без добавления серной кислоты и перевод упомянутой первой суспензии, полученной или получающейся в первом резервуаре для разложения и во втором резервуаре для разложения, в третий резервуар для разложения без добавления серной кислоты.

В одном конкретном варианте осуществления настоящего изобретения способ, соответствующий настоящему изобретению, включает стадии, на которых проводят:

кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в резервуаре для разложения в течение предварительно определенного периода времени от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой первое твердое вещество находится в суспензии, при этом упомянутое первое твердое вещество содержит по меньшей мере сульфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, находится между 0,6 и 0,8, а уровень содержания P_2O_5 в резервуаре для разложения составляет менее чем 6%;

первое фильтрование упомянутой первой суспензии с отделением упомянутого первого твердого вещества от упомянутой первой жидкой фазы и

извлечение из упомянутой первой жидкой фазы очищенного соединения на фосфатной основе.

Молярное отношение SO_4/Ca определяет количество кислоты, требуемой для разложения источника фосфата, содержащего Ca, на входе реагентов в резервуар для разложения.

В одном варианте осуществления источник фосфата не содержит какого-либо кальция. Под терми-

ном "источник фосфата, который не содержит кальция" подразумевается содержание 10 мас.% и менее, предпочтительно 5 мас.% и менее, предпочтительно 1 мас.% и менее, более предпочтительно 0,1 мас.% и менее, а еще более предпочтительно менее чем 0,05 мас.% по отношению к общей массе сухого вещества источника фосфата (сушка при 105°C).

Источники фосфата, которые не содержат кальция, могут быть минерального или органического происхождения, такие как, например, анаэробно дигерированные золы органических отходов, например, таких как помет, ил со станций по обработке сточных вод, компост, навоз, отходы металлургической промышленности или химической промышленности, в том числе промышленности химии фосфатов, промышленности пищевой химии, ила из канализационных очистных сооружений, гуано, помета, навоза и органических отходов. Они также могут быть обнаружены в форме фосфатов железа, алюминия, свинца, цинка и магния. В данном варианте осуществления кальций добавляют к источнику фосфата для достижения в резервуаре для разложения молярного отношения SO_4/Ca в диапазоне от 0,6 до 0,8.

Неожиданно оказалось, что объединение сильно субстехиометрических условий (малого количества серной кислоты для разложения источника фосфата) с уменьшенным временем разложения может быть использовано для производства очищенного соединения, содержащего легко извлекаемый и рентабельный, с экономической точки зрения, фосфат при одновременном уменьшении концентрации P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения, с все еще достаточным уровнем чистоты для вовлечения в последующие производства, включающие нижеследующее, но не ограничивающиеся только этим: производство DCP пищевой марки в промышленном масштабе. Следовательно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, выделение P_2O_5 из многочисленных источников фосфата является оптимальным вне зависимости от того, будут или нет источники фосфата иметь высокую концентрацию фосфата. Это означает, что, как только способ будет воплощен на производственном участке, производитель сможет разрабатывать обычные горные породы, имеющие высокую концентрацию фосфата кальция, а также горные породы, имеющие низкие концентрации фосфата кальция, или любой вторичный продукт, содержащий фосфат кальция.

При использовании молярного отношения между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, в диапазоне от 0,6 до 0,8 отношение между твердым веществом и жидкой фазой является маленьким, т.е. плотность суспензии является низкой. Сульфат, присутствующий в резервуаре для разложения или резервуарах для разложения, происходит главным образом из горных пород, но также он может иметь своим происхождением и источник фосфата, и, возможно, разбавляющую воду. Действительно, содержание твердого вещества в резервуаре или резервуарах для разложения обычно составляет менее чем 16%, предпочтительно находится в диапазоне от 4 до 15%, что, тем самым, обеспечивает получение суспензии вместо взвеси и низкий уровень содержания твердого вещества, что не является очевидным для способа обработки источника фосфата, в котором время разложения является коротким, серная кислота является разбавленной, и необходимой является стадия фильтрования.

В способе, соответствующем настоящему изобретению, реакция является субстехиометрической $Ca_3(PO_4)_2 + 2 H_2SO_4 + H_2O \rightarrow 2 CaSO_4 \cdot 2H_2O + Ca(H_2PO_4)_2$ при теоретическом молярном отношении SO_4/Ca , составляющем приблизительно 0,66.

В результате поддержания молярного отношения между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, в диапазоне от 0,6 до 0,8, по возможности наиболее близко к теоретическому отношению SO_4/Ca , условия разложения способны сохраняться в основном ниже кривой осаждения кальция под действием фосфат-иона и поэтому возможно получать MCP, который растворим в кислой жидкой фазе, причем выход извлечения P_2O_5 был измерен как более чем 90%.

В одном конкретном варианте осуществления молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием в диапазоне от 0,6 до 0,8 может быть получено в результате добавления кальция в систему в случае, если источник фосфата не содержит кальций.

Под терминами "кислотное разложение минеральной кислотой, предпочтительно серной кислотой, источника фосфата в течение предварительно определенного периода времени" понимают предварительно определенный период времени, который представляет собой среднее время, затрачиваемое в одном или нескольких резервуарах для разложения, для периодического разложения или непрерывного разложения, при, возможно, наличии рециркуляционной фазы, как это будет упомянуто ниже.

В способе, соответствующем настоящему изобретению, первое твердое вещество включает неразложившийся фосфат кальция и сульфат кальция (полугидрат сульфата кальция, ангидрит или гипс) и примеси. При этом сульфат кальция в основном присутствует в форме гипса (дигидрата сульфата кальция).

Термин "дигидрофосфат кальция" используется для описания соединения, имеющего формулу $Ca(H_2PO_4)_2$ (MCP) и известного под несколькими наименованиями, такими как монокальцийфосфат, одноосновный фосфат кальция, бифосфат кальция, кислый фосфат кальция, кислый фосфорнокислый кальций, одноосновный фосфорнокислый кальций, дигидрофосфат кальция.

В выгодном случае предварительно определенный период времени составляет менее чем 120 мин,

предпочтительно менее чем 90 мин, еще более предпочтительно менее чем 60 мин, в частности, менее чем 45 мин и, говоря еще более конкретно, приблизительно 30 мин.

Как это можно видеть, предварительно определенный период времени, в течение которого происходит кислотное разложение, может быть уменьшен для достижения разложения всего лишь до 60 мин, в частности, 45 и даже 30 мин.

В одном конкретном варианте осуществления содержание P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 5%, предпочтительно находится в диапазоне от 0,5 до 4%, по P_2O_5 , а предпочтительно находится в диапазоне от 1,5 до 3%.

Действительно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, содержание P_2O_5 в среде разложения является относительно низким, но, в конечном счете, неожиданно оказалось, что он является достаточно чистым для извлечения в качестве очищенных соединений на фосфатной основе.

В еще одном предпочтительном варианте осуществления способа, соответствующего настоящему изобретению, упомянутое разложение проводят при температуре окружающей среды.

В одном предпочтительном варианте осуществления способа, соответствующего настоящему изобретению, упомянутое разложение проводят при температуре в резервуаре или резервуарах для разложения, составляющей $90^{\circ}C$ и менее, преимущественно $80^{\circ}C$ и менее, предпочтительно $75^{\circ}C$ и менее, еще более предпочтительно $60^{\circ}C$ и менее, преимущественно более чем $40^{\circ}C$.

Действительно, как это наблюдалось в настоящем изобретении, возможной является обработка горной породы в результате кислотного разложения при в общем случае низкой температуре, само собой разумеется, находящейся в диапазоне от 40 до $60^{\circ}C$, что устраняет потребность в подводе тепла и дополнительно уменьшает производственную себестоимость с точки зрения стоимости энергии при одновременном использовании разбавленной серной кислоты, что, тем самым, уменьшает остатки SO_4 в очищенном соединении на фосфатной основе.

В выгодном случае серная кислота является разбавленной серной кислотой, в частности, до добавления в резервуар (резервуары) для разложения, что уменьшает стоимость обработки фосфата для источников, характеризующихся как высокой концентрацией фосфата, так и низкой концентрацией фосфата, при одновременном также уменьшении уровня содержания SO_3 в жидкой фазе.

В выгодном случае в способе, соответствующем настоящему изобретению, упомянутая разбавленная серная кислота имеет концентрацию H_2SO_4 , составляющую менее чем 14 мас.%, предпочтительно 13% и менее, предпочтительно 10% и менее, говоря более конкретно, находящейся в диапазоне от 0,5 до 9 мас.%, предпочтительно в диапазоне от 3 до 7%, а еще более предпочтительно приблизительно 5 мас.% по отношению к общей массе разбавленной серной кислоты.

В еще одном варианте осуществления серная кислота является концентрированной серной кислотой, и, в частности, она должна быть разбавлена в резервуаре или резервуарах для разложения, где разбавляющая вода может быть питьевой водой, речной водой, морской водой, рециркуляционной водой или водой, представляющей собой результат производства DCP.

Как это упоминалось ранее, молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, находится в диапазоне от 0,6 до 0,8, что является достаточно низким значением, приближающимся к оптимуму теоретического отношения и для сохранения МСР и фосфорной кислоты в жидкой фазе. Проблема заключается в достижении растворимости сульфата кальция без осаждения фосфата кальция. Следовательно, при разбавлении серной кислоты в выгодном случае и при концентрации H_2SO_4 менее чем 14%, предпочтительно 10% и менее и даже находящейся в диапазоне от 0,5 до 9 мас.% по отношению к общей массе разбавленной серной кислоты достигается оптимум совместно с предварительно определенной краткой продолжительностью кислотного разложения в результате уменьшения риска осаждения кальция под действием фосфат-ионов в растворе и, тем самым, благоприятствования получения МСР и фосфорной кислоты в резервуаре или резервуарах для разложения в жидкой фазе, а не в осажженной форме, поскольку реакционная среда в резервуаре или резервуарах для разложения является достаточно разбавленной для предотвращения осаждения фосфорнокислых солей кальция. Осаждается только сульфат кальция, предпочтительно гипс, в количествах, меньших, чем соответствующие количества в традиционных способах разложения источников фосфата. Следовательно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, возможным является использование слабо извлеченной или рециркуляционной кислоты.

В способе, соответствующем настоящему изобретению, серная кислота может быть разбавленной серной кислотой, рециркулирующей из существующих потоков в фосфатной промышленности, металлургической промышленности, химической промышленности, ... Например, жидкая фаза, извлеченная после производства DCP в результате осаждения, может быть отправлена на рециркуляцию для разбавления раствора серной кислоты для разложения. Предпочтительно серную кислоту для разложения хранят в резервуаре для хранения. Поэтому серная кислота для разложения может быть получена при рециркуляции на других стадиях или может быть получена в результате разбавления концентрированной кислоты, такой как, например, концентрированная 98% и менее серная кислота, которая может быть разбавлена водой или жидкой фазой, извлеченной, например, после производства DCP в результате осаждения (вторая жидкая фаза). Предпочтительно разбавление серной кислоты проводят в трубах во время

заполнения резервуара (резервуаров) для разложения.

Говоря более конкретно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, упомянутое молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, на входе находится в диапазоне от 0,68 до 0,78, предпочтительно от 0,7 до 0,75.

Говоря более конкретно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, упомянутое молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и кальцием на входе находится в диапазоне от 0,68 до 0,78, предпочтительно от 0,7 до 0,75.

Предпочтительно способ, соответствующий настоящему изобретению, включает до фильтрации добавление основания к упомянутой первой суспензии.

Добавление основания к первой суспензии делает возможным осаждение фторида кальция до фильтрации (предварительная нейтрализация), что может оказаться выгодным в зависимости от требуемых конечных соединений и их предполагаемого использования. Если основание добавляют в виде кальцийсодержащего основания, такого как негашеная известь или гашеная известь, в порошкообразной форме, или в виде известкового молока, или даже в виде известняка, получение гипса до фильтрации будет благоприятным, так как уменьшает остаточный уровень содержания SO_3 в жидкой фазе.

В еще одном варианте осуществления способ, соответствующий изобретению, включает до упомянутой стадии, на которой из упомянутой первой жидкой фазы извлекают упомянутое очищенное соединение на фосфатной основе, добавление основания к упомянутой первой жидкой фазе после фильтрации для получения второй суспензии, содержащей второе твердое вещество во второй жидкой фазе, и фильтрацию упомянутой второй суспензии для отделения упомянутого второго твердого вещества от упомянутой второй жидкой фазы, при этом упомянутое второе очищенное соединение на фосфатной основе извлекают из упомянутой второй жидкой фазы, полученной из первой жидкой фазы и имеющей низкое содержание упомянутого второго твердого вещества, которое представляет собой главным образом фторид кальция.

В данном варианте осуществления в случае добавления основания до фильтрации фторид кальция отсутствует во время фильтрации и присутствует в первом твердом веществе вне зависимости от того, будет ли требуемое очищенное соединение на фосфатной основе представлять собой DCP или MCP и фосфорную кислоту. Производство DCP основано на добавлении кальцийсодержащего основания к MCP (нейтрализация), которое вызывает осаждение фторида кальция в случае, если его не удалить заранее.

В случае отсутствия добавления основания до фильтрации первой суспензии упомянутое твердое вещество будет содержать, по существу, сульфат кальция (полугидрат сульфата кальция, ангидрит или гипс), примеси и неразложившийся фосфат, в то время как фтор все еще будет присутствовать в первой жидкой фазе.

В случае добавления основания контролируемым образом к жидкой фазе, имеющей существенно сниженное содержание твердого вещества, но все еще содержащей фтор, фторид кальция может быть селективно исключен. В данном случае могут быть последовательно рассмотрены различные стадии.

В случае если упомянутое очищенное соединение на фосфатной основе, извлеченное таким образом из второй жидкой фазы, которое должно быть получено, представляет собой MCP и/или фосфорную кислоту, вторую жидкую фазу будут извлекать и подвергать переработке с этой целью.

В случае если упомянутое очищенное соединение на фосфатной основе, извлеченное таким образом из второй жидкой фазы, которое должно быть получено, представляет собой DCP, вторую жидкую фазу будут подвергать переработке в результате последующего добавления кальцийсодержащего основания, такого как негашеная известь или гашеная известь, в порошкообразной форме или в виде известкового молока, или в виде известняка. В данном случае после добавления кальцийсодержащего основания ко второй жидкой фазе будут получать третью суспензию с низким уровнем содержания фторида, которую после этого отфильтровывают для извлечения третьей твердой фазы, содержащей DCP.

Само собой разумеется, в случае если DCP содержит фтор или в случае если использованный источник фосфата не содержит фтор, вторую суспензию получают в результате добавления кальцийсодержащего основания, такого как негашеная известь, гашеная известь, известковая мука или известковое молоко или даже известняк, к первой жидкой фазе, которую после этого отфильтровывают для разделения, и получения, с одной стороны, второго твердого вещества, которое содержит DCP, и, с другой стороны, второй жидкой фазы, которая образует остаточную воду, которая может быть отправлена на рециркуляцию для получения раствора серной кислоты для кислотного разложения источника фосфата или для разбавления в резервуаре (резервуарах) для разложения. В данном случае контролируемое добавление основания для селективного осаждения фторида не требуется.

В одном конкретном и предпочтительном варианте осуществления до фильтрации первого твердого вещества добавляют основание для осаждения фторидов и исключения их из первой жидкой фазы, содержащей сульфат кальция и неразложившийся фосфат кальция. Затем первую жидкую фазу подвергают последовательно обработке путем добавления кальцийсодержащего основания, такого как негашеная известь или гашеная известь, известь в порошкообразной форме или известковое молоко или даже в виде известняка, для получения второй суспензии, содержащей осажденный DCP в качестве второго

твердого вещества, которое после этого извлекают из второй суспензии путем фильтрования, центрифугирования, декантирования или любым другим способом разделения твердое-жидкость.

Вне зависимости от того, будет ли получен DCP из первой жидкой фазы или из второй жидкой фазы, к первой жидкой фазе или ко второй жидкой фазе добавляют стехиометрическое количество кальцийсодержащего основания, как это упоминалось выше, например, в реакторе для нейтрализации для осаждения DCP, предпочтительно при регулируемом доведении значения pH вплоть до величины в диапазоне от 5 до 6.

Один предпочтительный вариант осаждения DCP заключается в добавлении к первой жидкой фазе или ко второй жидкой фазе тонкоизмельченного известняка для нейтрализации жидкой фазы, которая содержит MCP и фосфорную кислоту. Нейтрализацию предпочтительно проводят в течение по меньшей мере 30 мин для завершения реакции нейтрализации и высвобождения CO₂. В одном предпочтительном варианте осуществления для получения pH в диапазоне от 5 до 6 добавляют известковое молоко для полного осаждения DCP и, тем самым, выделения всего количества P₂O₅ в остаточной жидкости.

Говоря более конкретно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, упомянутое твердое вещество, отделяемое от упомянутой первой жидкой фазы, частично или полностью отправляют на рециркуляцию путем введения первой суспензии.

Действительно, выгодным может оказаться увеличение содержания твердого вещества в первой суспензии либо в резервуарах для разложения, либо в устройстве для фильтрования для его фильтрования или достижения возможности обработки остаточного фосфата кальция, присутствующего в первом твердом веществе.

Первую суспензию, содержащую сульфат кальция и, возможно, фторид кальция, предпочтительно извлекают путем любого способа разделения твердое-жидкость, такого как устройство для фильтрования, вращающийся фильтр, изготовленный заявителем, в результате центрифугирования, в результате декантирования, при использовании гидроциклона или ленточного фильтра, для отделения первого твердого вещества от первой жидкой фазы. Первая жидкая фаза представляет собой разбавленный раствор P₂O₅, содержащий незначительный избыток сульфата, например от 0,05 до 0,6%, а предпочтительно от 0,1 до 0,25%.

Во время фильтрования на устройстве для фильтрования может быть проведена очистка при использовании воды для перемещения воды, заключенной в пустотах в фильтрационной лепешке, и извлечения следовых количеств P₂O₅, остающихся в лепешке из сульфата кальция. Сульфат кальция очищают и отделяют. Однако до проведения данной операции сульфат кальция отправляют на рециркуляцию в резервуар или резервуары для разложения для улучшения условий разложения источника фосфата и, тем самым, для улучшения осаждения сульфата кальция, образующего первое твердое вещество, и облегчения его фильтрования.

В связи с этим могут быть предусмотрены операции рециркуляции части очищенного сульфата кальция, направляемого в резервуар (резервуары) для разложения для увеличения плотности суспензии сульфата кальция значительно выше 10 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Также может быть предусмотрена рециркуляция в результате установки загустителя первой суспензии до разделения, что делает возможными отбор части загущенной суспензии и возврат ее в резервуар (резервуары) для разложения.

Данная рециркуляция увеличивает плотность твердого вещества в суспензии или в резервуаре или резервуарах для разложения и облегчает исключение избыточного насыщения по сульфату кальция из среды и/или резервуаров для разложения; это предотвращает неконтролируемое зарождение данной суспензии и позволяет получать закристаллизованные частицы сульфата кальция в первой суспензии. Данная рециркуляция также предотвращает прохождение реакций, блокирующих реакции разложения минерала под действием серной кислоты.

В еще одном варианте осуществления, соответствующем настоящему изобретению, упомянутое второе твердое вещество, отделенное от упомянутой второй жидкой фазы, отправляют на рециркуляцию в результате введения в упомянутую первую суспензию и в упомянутую вторую суспензию. Предпочтительно, если упомянутое второе твердое вещество представляет собой фторид кальция, его на рециркуляцию не отправляют.

Для данной цели в определенных случаях при усложнении фильтрования вследствие низкого уровня содержания твердого вещества выгодным может оказаться увеличение уровня содержания твердого вещества в результате введения второго твердого вещества в первую суспензию или во вторую суспензию, например, для добавления затравок для кристаллизации.

Действительно, в случае производства DCP, содержащую суспензию, отфильтровывают или центрифугируют для отделения DCP от жидкой фазы. Поскольку жидкая фаза практически представляет собой воду, отсутствует какая-либо потребность в очистке отделенной лепешки из DCP, и жидкая фаза может быть в выгодном случае отправлена на рециркуляцию в резервуар для серной кислоты, в трубы или непосредственно в резервуар или резервуары для разложения. В некоторых случаях при надлежащем проведении очистки первой жидкой фазы количество примесей будет уменьшаться, что благоприятствует рециркуляции жидкой фазы, извлеченной после выделения DCP.

Предпочтительно упомянутый источник фосфата определяют как любое органическое или минеральное вещество, содержащее фосфат, содержащий менее 45 мас.% P_2O_5 по отношению к общей массе сухого вещества (сушка при $105^\circ C$); предпочтительно 40% и менее, предпочтительно 30% и менее, предпочтительно 20% и менее и предпочтительно 10% и менее. В данном источнике фосфата кальций может быть связанным или не связанным с фосфат-, гидрофосфат- и/или дигидрофосфат-ионом. Упомянутый источник может быть выбран из группы традиционных фосфатных горных пород, фосфатных горных пород, с низким содержанием P_2O_5 , зол различного минерального или органического происхождения, таких как, например, анаэробно дигерированные золы органических отходов, например, таких как куриный помет, свиной навоз, ил со станций по обработке сточных вод, компост, навоз, отходы металлургической промышленности или химической промышленности, в том числе промышленности химии фосфатов, промышленности пищевой химии, ила из канализационных очистных сооружений, гуано, костной золы, помета, навоза и органических отходов.

В еще одном варианте осуществления источники фосфата не содержат какого-либо кальция. Например, содержание кальция в источнике фосфата в данном варианте осуществления составляет 5 мас.%, предпочтительно 1 мас.%, еще предпочтительно 0,1 мас.% и менее по отношению к общей массе сухого вещества (сушка при $105^\circ C$). Данные источники фосфата включают фосфат железа, фосфат алюминия или органические фосфаты. В данном случае кальций может быть добавлен в виде извести, в виде известкового молока, в виде карбоната кальция, в виде хлорида кальция и, возможно, в виде фосфатных горных пород, содержащих кальций. Молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и, возможно, из источника фосфата и добавленным кальцием находится в диапазоне от 0,6 до 0,8.

В общем, в случае недостатка кальция он может быть добавлен в виде извести, в виде известкового молока, в виде карбоната кальция, в виде хлорида кальция и, возможно, в виде фосфатных горных пород, содержащих кальций.

Термин "традиционная фосфатная горная порода" в настоящем изобретении используется для описания горной породы, которая характеризуется типичным результатом анализа на P_2O_5 , составляющим более чем 25%, и характеристики которой могут быть или не могут быть улучшены, при этом ее подвергают нескольким физико-химическим обработкам (размалывание, просеивание, очистка, флотация) для увеличения результата титрования (P_2O_5) горной породы.

Термин "фосфатная горная порода с низким содержанием P_2O_5 " в настоящем изобретении используется для описания типичного результата анализа на P_2O_5 , составляющего менее чем 25%, а предпочтительно 20%.

Термин "золы, ил со станций по переработке сточных вод, костная зола, помет или любой материал исходного сырья, который характеризуется уровнем содержания фосфата, составляющим 40 мас.% и менее по P_2O_5 по отношению к общей массе материала исходного сырья" используют для описания вторичных источников фосфата, для которых в общем случае затруднительно провести выделение, таких как золы из ила со станций по переработке сточных вод, растительного материала (древесины, пшеничных отрубей), золы со скотобойни, попутные продукты от сжигания отходов или биомассы для выработки энергии.

Говоря более конкретно, в способе, соответствующем настоящему изобретению, упомянутое очищенное соединение на фосфатной основе представляет собой дигидрофосфат кальция MCP, моногидрофосфат кальция DCP, говоря более конкретно, моногидрофосфат кальция DCP пищевой марки (для потребления человеком или животными), фосфорную кислоту и ее производные, такие как кислота, произведенная непосредственно из упомянутой первой жидкой фазы, или фосфорная кислота, произведенная из упомянутого DCP.

Термин "моногидрофосфат кальция (DCP)" используется для описания двухосновного фосфата кальция или моногидрофосфата кальция, имеющего формулу $CaHPO_4$, который может быть в безводной форме (DCPA) или дигидратированной форме (DCPD).

Под термином "моногидрофосфат кальция (DCP) пищевой марки" понимают любой DCP для потребления животными (в частности, применительно к кормовой марке и зоокормам), для потребления человеком и для промышленности средств стоматологического назначения и для ухода за ротовой полостью.

В одном предпочтительном варианте осуществления способа, соответствующего настоящему изобретению, упомянутую вторую жидкую фазу отправляют на рециркуляцию в результате введения в упомянутый резервуар для разложения или упомянутые резервуары для разложения.

Другие варианты осуществления способа, соответствующего изобретению, указываются в прилагаемой формуле изобретения.

Изобретение также относится к моногидрофосфату кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме, с содержанием хлорида 0,025 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, и/или содержанием фторида, 2 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, и/или содержанием Na_2O , составляющим 0,15 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция.

Говоря более конкретно, изобретение относится к моногидрофосфату кальция DCP, в безводной

форме или в дигидратированной форме, с содержанием хлорида (0,02 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, и/или с содержанием фторида, 1 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, в частности, в качестве добавок к корму для животных.

В альтернативном варианте, настоящее изобретение относится к моногидрофосфату кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме с содержанием хлорида 0,02 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, говоря более конкретно, в качестве ингредиента удобрения или в качестве источника фосфата, который подвергают разложению для производства фосфорной кислоты.

Другие варианты моногидрофосфата кальция, соответствующего изобретению, указываются в прилагающейся формуле изобретения.

Настоящее изобретение также относится к применению моногидрофосфата кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме с содержанием хлорида 0,02 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция и содержанием фторида 1 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, соответствующего изобретению, в корме для животных, в частности, для кормовой марки (для крупного рогатого скота, домашней птицы, аквакультуры, свиней) и для домашних животных.

Настоящее изобретение также относится к применению моногидрофосфата кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме с содержанием хлорида 0,02 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, в частности, в качестве ингредиента, соответствующего изобретению, для удобрения или в качестве источника фосфата для производства фосфорной кислоты.

Настоящее изобретение также относится к моногидрофосфату кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме, полученному способом по настоящему изобретению.

В выгодном случае моногидрофосфат кальция DCP, в безводной форме или в дигидратированной форме, полученный в результате реализации способа, соответствующего настоящему изобретению, имеет содержание хлорида 0,025 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, и/или содержание фторида, 2 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция, и/или содержание Na_2O 0,15 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция.

Говоря более конкретно, моногидрофосфат кальция DCP, в безводной или дигидратированной форме, полученный в результате реализации способа, соответствующего настоящему изобретению, имеет содержание хлорида 0,02 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция.

В выгодном случае моногидрофосфат кальция DCP, в безводной или дигидратированной форме, полученный в результате реализации способа, соответствующего настоящему изобретению, имеет содержание фторида 1 мас.% и менее по отношению к общей массе упомянутого моногидрофосфата кальция.

Другие признаки, подробности и преимущества изобретения станут очевидными исходя из описания изобретения, представленного ниже в настоящем документе при обращении к неограничивающим примерам.

Способ, соответствующий настоящему изобретению, имеет ряд преимуществ, которые делают возможным воплощение конкурентоспособного способа. Действительно, становится возможным использование разбавленной серной кислоты с концентрацией, например, менее чем 14%, предпочтительно в диапазоне между 0,5 и 10%, в частности, между 1 и 7%, более конкретно, между 2 и 5%, еще более конкретно, между 3 и 4 мас.% по отношению к общей массе разбавленной серной кислоты или рециркуляционной серной кислоты, что уменьшает стоимость материалов исходного сырья. Без ограничений она может быть использована для разложения различных источников фосфата, таких как горные породы с низким уровнем содержания P_2O_5 , или вторичные источники фосфора.

В результате работы в субстехиометрических условиях, соответствующих настоящему изобретению, при отношении SO_4/Ca в диапазоне между, например, 0,68 и 0,8 можно добиться экономии от 20 до 25% по H_2SO_4 и эффективности выделения, в выгодном случае составляющей более чем 85%, а предпочтительно более чем 90%.

Время разложения является относительно коротким, достигающим всего лишь до 90 мин и менее, например в диапазоне между 30 и 60 мин.

Температура разложения является также относительно низкой по отношению к температуре, которая имеет место в традиционном способе разложения, например, в диапазоне между 40 и 60°C по сравнению с традиционной температурой в диапазоне между 75 и 95°C, что делает возможным достижение хорошей экономии энергии.

Содержание P_2O_5 в жидкой фазе в первой суспензии предпочтительно находится в диапазоне между 1 и 5%, в частности между 1,5 и 3,5% и даже между 2 и 3% (мас.) по отношению к общей массе первой жидкой фазы.

Способ, соответствующий настоящему изобретению, кроме того, может быть использован для достижения степени очистки более чем 50%, предпочтительно более чем 60 мас.% по As, Al, U, Th и Na по отношению к первоначальной массе данных элементов, содержащихся в источнике фосфата.

Говоря более конкретно, настоящее изобретение без ограничений относится к DCP, полученному, например, в результате осуществления способа по изобретению и имеющему содержание хлорида и фторида, подходящие для использования в областях применения, относящихся к продуктам питания для потребления человеком или животными, т.е. содержанием хлорида менее чем 0,025% и даже составляющим всего лишь 1 ч./млн и содержанием фторида менее чем 2% и даже составляющим всего лишь 0,1 мас.% по отношению к общей массе DCP.

Предпочтительно DCP включает низкий уровень остаточного содержания SO_3 вследствие разложения при использовании высокоразбавленной серной кислоты. Содержание Na_2O также составляет менее чем 0,15 мас.% по отношению к общей массе DCP в определенных вариантах осуществления.

В одном выгодном продукте DCP содержание MgO также составляет менее чем 1 мас.% по отношению к общей массе DCP.

Говоря более конкретно, выгодный DCP, соответствующий настоящему изобретению, имеет содержание Sr менее чем 100 ч./млн, предпочтительно менее чем 50 ч./млн, более конкретно, менее чем 10 ч./млн, еще более конкретно, менее чем 1 ч./млн, по отношению к DCP.

DCP по настоящему изобретению, кроме того, имеет содержание Th, обычно составляющее менее чем 5 ч./млн по отношению к DCP.

Аналогично содержание Mn в DCP, соответствующем настоящему изобретению, составляет менее чем 10 ч./млн по отношению к DCP.

Обычно содержание Mo в DCP, соответствующем настоящему изобретению, составляет менее чем 2 ч./млн по отношению к DCP.

В заключение, DCP, соответствующее настоящему изобретению, предпочтительно имеет содержание U_3O_8 , составляющее менее чем 32 ч./млн.

Еще одна цель изобретения заключается в создании композиции моногидрофосфата кальция DCP, имеющей:

- a) содержание CaO 40 мас.% и более по отношению к общей массе моногидрофосфата кальция;
- b) содержание хлорида 0,020 мас.% и менее по отношению к общей массе моногидрофосфата кальция;
- c) содержание фторида 2 мас.% и менее по отношению к общей массе моногидрофосфата кальция;
- d) содержание Na_2O 15 мас.% и менее по отношению к общей массе моногидрофосфата кальция.

Как это можно видеть, DCP, соответствующее настоящему изобретению, характеризуется требуемыми качествами, используемыми в пищевых продуктах для человека и животных и в технических областях применения.

Примеры

Пример 1. Разложение источника фосфата в лабораторном масштабе.

100 г источника фосфата (фосфатной горной породы), содержащего 30,5 г P_2O_5 , 49,5% эквивалента CaO, 3,95% фтора, 0,308% эквивалента Fe_2O_3 , 0,547% эквивалента Al_2O_3 и 0,303% эквивалента MgO, (мас.) по отношению к массе источника фосфата, вводят в контакт с серной кислотой, разбавленной до концентрации 2%, на протяжении 30-минутного периода времени разложения при температуре разложения 60°C и молярном отношении SO_4/Ca 0,8. Молярное отношение SO_4/Ca определяет количество кислоты, требуемой для разложения источника фосфата, содержащего Ca на входе резервуара для разложения.

Сразу после добавления добавок композицию оставляют перемешиваться на протяжении 0,5 ч до фильтрования.

После этого суспензию отфильтровывают в вакууме на воронке Бюхнера. Регистрируют различные количества, полученные таким образом, и анализируют фосфат кальция и жидкофазные продукты.

В лабораторном протоколе это периодический способ без очистки. Однако очистку экстраполировали и рассчитывали количество P_2O_5 в пропиточной жидкости фильтрационной лепешки.

Выход разложения рассчитывают при использовании следующего далее вычисления. (Масса P_2O_5 в фильтрате + масса P_2O_5 в пропиточной жидкости фильтрационной лепешки)/(общая масса P_2O_5 в источнике фосфата). Содержание P_2O_5 в пропиточной жидкости соответствует количеству P_2O_5 , которое извлекается в результате очистки лепешки в промышленном способе.

Количество добавленной разбавленной серной кислоты составляет 3499 г для содержания SO_4 70,2 г. Отношение SO_4/Ca составляет 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата.

Извлеченная жидкая фаза характеризуется объемом 3,09 л при массе 3125 г и значением pH 2,1. Содержание P_2O_5 в жидкой фазе составляет 0,83%, а содержание SO_3 составляет 0,16 мас.% по отношению к общей массе жидкой фазы. Масса P_2O_5 в пропиточной жидкости составляет 1,2 г.

Молярное отношение CaO/ P_2O_5 в первом растворе составляет 0,58, в то время как остаточное содержание CaO в жидкой фазе составляет 0,19 мас.% по отношению к массе жидкой фазы.

Выход разложения по P_2O_5 составляет 89%. Как это можно видеть, несмотря на использование серной кислоты с низкой концентрацией 2% и субстехиометрические условия разложения при общем вре-

мени разложения, составляющем точно 30 мин, выход разложения по P_2O_5 является в значительной степени высоким.

Пример 2. Разложение источника фосфата в лабораторном масштабе.

150 г источника фосфата (горной породы), содержащего 15,8 г P_2O_5 , 27,6% эквивалента CaO, 2,2% фтора, 2,37% эквивалента Fe_2O_3 , 2,88% эквивалента Al_2O_3 и 0,416% эквивалента MgO, (мас.) по отношению к массе источника фосфата, вводят в контакт с серной кислотой, разбавленной до концентрации 5%, на протяжении 30-минутного периода времени разложения при температуре разложения $40^\circ C$ и молярном отношении SO_4/Ca 0,8 в соответствии с протоколом из примера 1.

Количество добавленной разбавленной серной кислоты составляет 1131 г для содержания SO_4 61,0 г. Отношение SO_4/Ca составляет 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата.

Извлеченная жидкая фаза характеризуется объемом 0,955 л при массе 976 г и значением pH 1,8. Содержание P_2O_5 в жидкой фазе составляет 1,97%, а содержание SO_3 составляет 0,27 мас.% по отношению к общей массе жидкой фазы. Масса P_2O_5 в пропиточной жидкости составляет 3,24 г.

Молярное отношение CaO/ P_2O_5 в первом растворе составляет 0,43, в то время как остаточное содержание CaO в жидкой фазе составляет 0,33 мас.% по отношению к массе жидкой фазы.

Выход разложения по P_2O_5 составляет 95%. Как это можно видеть, несмотря на использование серной кислоты с низкой концентрацией 5% и источника фосфата, характеризующегося очень низким уровнем содержания фосфата, в субстехиометрических условиях разложения при общем времени разложения, составляющем точно 30 мин, выход разложения по P_2O_5 является в значительной степени высоким.

Пример 3. Разложение источника фосфата в лабораторном масштабе.

100 г источника фосфата (фосфатной горной породы), содержащего 30,5 г P_2O_5 , 49,5% эквивалента CaO, 3,95% фтора, 0,308% эквивалента Fe_2O_3 , 0,547% эквивалента Al_2O_3 и 0,303% эквивалента MgO, (мас.) по отношению к массе источника фосфата, вводят в контакт с серной кислотой, разбавленной до концентрации 5%, на протяжении 30-минутного периода времени разложения при температуре разложения $60^\circ C$ и молярном отношении SO_4/Ca 0,8 в соответствии с протоколом из примера 1.

Количество добавленной разбавленной серной кислоты составляет 1398 г для уровня содержания SO_4 70,1 г. Отношение SO_4/Ca составляет 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата.

Извлеченная жидкая фаза характеризуется объемом 1,13 л при массе 1161 г и значением pH 2,2. Содержание P_2O_5 в жидкой фазе составляет 2%, а содержание SO_3 составляет 0,20 мас.% по отношению к общей массе жидкой фазы. Масса P_2O_5 в пропиточной жидкости составляет 2,6 г.

Молярное отношение CaO/ P_2O_5 в первом растворе составляет 0,38, в то время как остаточное содержание CaO в жидкой фазе составляет 0,30 мас.% по отношению к массе жидкой фазы.

Выход разложения по P_2O_5 составляет 85%. Как это можно видеть, несмотря на использование серной кислоты с низкой концентрацией 5% и субстехиометрические условия разложения при общем времени разложения, составляющем точно 30 мин, выход разложения по P_2O_5 является в значительной степени высоким.

Сравнительный пример 1. Разложение источника фосфата в лабораторном масштабе.

100 г источника фосфата (фосфатной горной породы), содержащего 30,5 г P_2O_5 , 49,5% эквивалента CaO, 3,95% фтора, 0,308% эквивалента Fe_2O_3 , 0,547% эквивалента Al_2O_3 и 0,303% эквивалента MgO, (мас.) по отношению к массе источника фосфата, вводят в контакт с серной кислотой, разбавленной до концентрации 5%, на протяжении 30-минутного периода времени разложения при температуре разложения $60^\circ C$, но в данном случае при молярном отношении SO_4/Ca 1 в соответствии с протоколом из примера 1.

Количество добавленной разбавленной серной кислоты составляет 1747 г для уровня содержания SO_4 87,2 г. Отношение SO_4/Ca составляет 1 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата.

Извлеченная жидкая фаза характеризуется объемом 1,4 л при массе 1429 г и значением pH 2,1. Содержание P_2O_5 в жидкой фазе составляет 1,63%, а содержание SO_3 составляет 0,61 мас.% по отношению к общей массе жидкой фазы. Масса P_2O_5 в пропиточной жидкости составляет 3,5 г.

Молярное отношение CaO/ P_2O_5 в первом растворе составляет 0,26, в то время как остаточное содержание CaO в жидкой фазе составляет 0,17 мас.% по отношению к массе жидкой фазы.

Выход разложения по P_2O_5 составляет 88%. Как это можно видеть в сравнительном примере в стехиометрических условиях, потребление серной кислоты является более значительным для аналогичного выхода разложения. Потребление источника кальция, требуемого для нейтрализации, также является более значительным.

Пример 4. Субстехиометрическое разложение фосфатной горной породы в опытно-промышленном масштабе.

Опытно-промышленная разработка включает три перемешиваемых резервуара, которые термостатируют с использованием двухстенной оболочки, обогреваемой маслом. Резервуары являются последовательными переливными резервуарами; первые два резервуара имеют вместимость 20 л, а третий резервуар имеет вместимость 30 л и исполняет функцию буфера до фильтрации.

10 л воды выливают в первый резервуар и нагревают до рабочей температуры. В первый реактор

добавляют источник фосфата и разбавленную серную кислоту при расходах, которые соответствуют требуемым условиям разложения (отношение SO_4/CaO , продолжительность разложения, концентрация H_2SO_4 для разложения источника фосфата, содержание P_2O_5 в резервуаре для разложения).

Полученная суспензия переливается во второй реактор. Второй реактор конфигурируют для проведения нейтрализации до фильтрования. Нейтрализацию до фильтрования не проводят систематически.

В заключение суспензия переливается в третий реактор, который осуществляет подачу в агрегат для фильтрования.

Каждые 30 мин отфильтровывают определенное количество суспензии. Поочередно проводят два типа фильтрования:

Фильтрование для рециркуляции в реактор для разложения: фильтрационную лепешку не очищают и отправляют на рециркуляцию в первый реактор (для разложения) для увеличения доли твердых веществ в реакционной среде. Жидкую фазу (фильтрат) выливают в емкость и хранят для стадии нейтрализации и производства ДСР. Данная стадия фильтрования, разумеется, не требуется в промышленном масштабе. Естественно, она может быть проведена, но она не является обязательной. В масштабе опытно-промышленной разработки данная стадия может быть в выгодном случае проведена, поскольку предпочтительным является увеличение уровня содержания твердого вещества в реакторе для разложения.

Фильтрование для производства сульфата кальция: в данном случае лепешку из сульфата кальция очищают с использованием предварительно определенного количества воды для извлечения P_2O_5 , содержащегося в пропиточной жидкости. Жидкую фазу и очищающийся фильтрат выливают в емкость для извлечения фильтрата. Для ее опорожнения сульфат кальция не загружают.

Установка находится в стабильном состоянии, отбирают образцы сульфата кальция и жидкой фазы (фильтратов) для анализов, а также анализируют различные продукты.

Выход рассчитывают следующим образом: масса P_2O_5 в жидкой фазе (г/ч)/масса P_2O_5 в источнике фосфата (г/ч).

Источник фосфата в форме горной породы, содержащей 30,3 мас.% P_2O_5 , 47,6% эквивалента CaO , 3,68% фтора, 0,144% эквивалента Fe_2O_3 , 0,18% эквивалента Al_2O_3 и 0,542% эквивалента MgO , (мас.) по отношению к массе источника фосфата, добавляют в резервуар для разложения в присутствии серной кислоты, разбавленной до 10 мас.% по отношению к массе разбавленной кислоты, при молярном соотношении SiO_4/Ca 0,8. Температура разложения составляет 60°C, а продолжительность разложения составляет приблизительно 1 ч. Значение pH в резервуаре для разложения составляет 2,04. Расход горной породы составляет 2,67 кг/ч, а расход кислоты составляет 17,5 л/ч. Содержание P_2O_5 в суспензии для разложения составляет 4,5 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Во время фильтрования расход извлеченной жидкой фазы составляет 16,13 кг/ч.

Выход разложения составляет 93%.

Как это можно видеть, лабораторные испытания подтверждаются опытно-промышленной разработкой, и выход разложения фосфатной горной породы в присутствии разбавленной серной кислоты и в условиях низкого содержания P_2O_5 в резервуаре для разложения (< 6%) и короткого периода времени разложения будет в особенности высоким в случае субстехиометрических условий.

Пример 5. Субстехиометрическое разложение фосфатной горной породы в опытно-промышленном масштабе.

Использованная опытно-промышленная установка аналогична установке в примере 4, и на ней осуществляют способ, аналогичный способу в примере 4.

В резервуар для разложения добавляют тот же самый источник фосфата, что и в примере 4, в присутствии серной кислоты, разбавленной до 5 мас.% по отношению к массе разбавленной кислоты, при молярном соотношении SiO_4/Ca 0,7 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата. Температура разложения составляет 60°C, а продолжительность разложения составляет приблизительно 1 ч. Значение pH в резервуаре для разложения составляет 2,5. Расход горной породы составляет 3 кг/ч, а расход кислоты составляет 35,6 л/ч. Содержание P_2O_5 в суспензии для разложения составляет 2,32 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Во время фильтрования расход извлеченной жидкой фазы составляет 35,44 кг/ч.

Выход разложения составляет 94%.

Как это можно видеть, по сравнению с примером 4, несмотря на присутствие серной кислоты, разбавленной в два раза, выход P_2O_5 является даже более высоким.

Пример 6. Субстехиометрическое разложение фосфатной горной породы в опытно-промышленном масштабе.

Используют ту же самую опытно-промышленную установку, что и в примере 4, и воплощают тот же самый способ, что и в примере 4, за исключением того, что во втором реакторе, т.е. реакторе для нейтрализации до фильтрования, значение pH довели до 2,48 в результате добавления $\text{Ca}(\text{OH})_2$ в виде известкового молока.

Источник фосфата в форме горной породы, содержащей 34,9 мас.% P_2O_5 , 49,8% эквивалента CaO , 3,78% фтора, 0,136% эквивалента Fe_2O_3 , 0,386% эквивалента Al_2O_3 и 0,156% эквивалента MgO , (мас.) по отношению к массе источника фосфата, добавляют в резервуар для разложения в присутствии серной

кислоты, разбавленной до 5 мас.% по отношению к массе разбавленной кислоты, при молярном отношении SiO_4/Ca 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата. Температура разложения составляет 60°C, а продолжительность разложения составляет приблизительно 1 ч. Значение pH в резервуаре для разложения составляет 2. Расход горной породы составляет 2,6 кг/ч, а расход кислоты составляет 35,7 л/ч. Содержание P_2O_5 в суспензии для разложения составляет 2,10 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Во время фильтрования расход извлеченной жидкой фазы составляет 38,22 кг/ч.

Выход разложения составляет 92%.

Пример 7. Субстехиометрическое разложение фосфатной горной породы в опытно-промышленном масштабе.

Использованная опытно-промышленная установка аналогична установке в примере 4 и воплощает тот же самый способ, что в примере 4.

Источник фосфата в форме горной породы, содержащей 24,90 мас.% P_2O_5 , 40,5% эквивалента CaO , 2,54% фтора, 3,97% эквивалента Fe_2O_3 , 1,13% эквивалента Al_2O_3 и 1,88% эквивалента MgO , (мас.) по отношению к массе источника фосфата, добавляют в резервуар для разложения в присутствии серной кислоты, разбавленной до 5 мас.% по отношению к массе разбавленной кислоты, при молярном отношении SiO_4/Ca 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата. Температура разложения составляет 60°C, а продолжительность разложения составляет приблизительно 1 ч. Значение pH в резервуаре для разложения составляет 1,95. Расход горной породы составляет 3,19 кг/ч, а расход кислоты составляет 34,5 л/ч. Уровень содержания P_2O_5 в суспензии для разложения составляет 1,82 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Во время фильтрования расход извлеченной жидкой фазы составляет 37,91 кг/ч.

Выход разложения составляет 90%.

Пример 8. Производство DCP из фосфатных горных пород в опытно-промышленном масштабе.

Для производства DCP используют опытно-промышленную установку, предназначенную для разложения горной породы, не связанным с первым разложением образом. Оборудование поэтому используют последовательно.

Использованная опытно-промышленная установка является той же самой, что и в примере 4. В данном примере жидкую фазу, извлеченную после фильтрования из примера 7, подвергают обработке для осаждения DCP путем нейтрализации следующим образом: добавляют негашеную известь (или известняк) к номинальному потоку в реактор, в который также вводят и жидкую фазу, извлеченную из примера 7, и регулярно проводят регулирование значения pH.

При pH 5,5/6 запускают насос для подачи фильтрата. Регулярно проводят регулирование значения pH и потоки подачи известняка или негашеной извести адаптируют для сохранения значения pH в диапазоне между 5,5 и 6.

Фильтрование проводят каждые 30 мин из буферного резервуара. Каждый второй раз фильтрационную лепешку, содержащую сульфат кальция, отправляют на рециркуляцию в первый реактор для разложения в целях увеличения доли твердого вещества в реакционной среде.

Извлекают произведенную лепешку, содержащую осажденный DCP, и маточные щелоки хранят в емкости. Отбирают образцы продуктов (DCP и маточных щелоков) для анализа.

Температура нейтрализации составляет 60°C, значение pH в первом резервуаре составляет 4,4, в то время как во втором резервуаре оно достигает 5,55. Расход негашеной извести составляет 1,05 кг/ч.

Выход осаждения по DCP рассчитывают по формуле (содержание P_2O_5 в DCP/ P_2O_5 , первоначально присутствующее в растворе MCP и кислоте), и баланс P_2O_5 при проведении операции составляет 92%.

Сравнительный пример 2. Субстехиометрическое разложение фосфатной горной породы в опытно-промышленном масштабе.

Использованная опытно-промышленная установка аналогична установке в примере 4 и на ней воплощают тот же самый способ, что и в примере 4.

В резервуар для разложения добавляют тот же самый источник фосфата, что и в примере 4, в присутствии серной кислоты при 20 мас.% по отношению к массе кислоты при молярном отношении SiO_4/Ca 0,8 в соответствии с содержанием кальция в источнике фосфата. Температура разложения составляет 60°C, а продолжительность разложения составляет приблизительно 1 ч. Значение pH в резервуаре для разложения составляет 1,73. Расход горной породы составляет 5 кг/ч, а расход кислоты составляет 15,6 л/ч. Содержание P_2O_5 в суспензии для разложения составляет 7,10 мас.% по отношению к общей массе суспензии.

Во время фильтрования расход извлеченной жидкой фазы составляет 13,3 кг/ч.

Выход разложения составляет 65%.

Как это можно видеть, по сравнению с примером 4 присутствие серной кислоты с большей концентрацией, и содержания P_2O_5 , составляющего более чем 6%, уменьшает выход до 65%.

Необходимо понимать, что настоящее изобретение никоим образом не ограничено вариантами осуществления, описанными выше, и для него может быть реализовано множество модификаций без отклонения от объема прилагаемой формулы изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ кислотного разложения источника фосфата, содержащего кальций, для производства очищенного соединения на фосфатной основе, причем способ включает стадии, на которых проводят:

а) кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в течение предварительно определенного периода времени в диапазоне от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой первое твердое вещество находится в суспензии, при этом упомянутое первое твердое вещество содержит по меньшей мере сульфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, составляет от 0,6 до 0,8, содержание P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 6 мас.%;

б) первое фильтрование упомянутой первой суспензии для отделения упомянутого первого твердого вещества от упомянутой первой жидкой фазы;

в) извлечение из упомянутой первой жидкой фазы указанного очищенного соединения на фосфатной основе, которое представляет собой дигидрофосфат кальция MCP, моногидрофосфат кальция DCP или фосфорную кислоту.

2. Способ по п.1, в котором упомянутое кислотное разложение проводят в одном, двух и более резервуарах для разложения.

3. Способ по п.1 или 2, в котором предварительно определенный период времени составляет от 20 до менее чем 120 мин.

4. Способ по п.2 или 3, в котором уровень содержания P_2O_5 в жидкой фазе в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 5 мас.%;

5. Способ по любому из пп.2-4, в котором упомянутое разложение проводят при температуре в резервуаре или резервуарах для разложения, составляющей $90^{\circ}C$ и менее.

6. Способ по любому из пп.2-5, в котором серная кислота представляет собой разбавленную серную кислоту, в частности, до добавления в резервуар или резервуары для разложения.

7. Способ по п.6, в котором упомянутая разбавленная серная кислота имеет концентрацию H_2SO_4 13 мас.% и менее.

8. Способ по любому из пп.1-7, в котором молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, составляет от 0,68 до 0,78.

9. Способ по любому из пп.1-8, дополнительно включающий добавление основания к упомянутой первой суспензии до фильтрования.

10. Способ по любому из пп.1-9, дополнительно включающий до упомянутой стадии извлечения из упомянутой первой жидкой фазы упомянутого очищенного соединения на фосфатной основе добавление основания к упомянутой первой жидкой фазе после фильтрования с получением второй суспензии, содержащей второе твердое вещество во второй жидкой фазе, и фильтрование упомянутой второй суспензии для отделения упомянутого второго твердого вещества от упомянутой второй жидкой фазы, при этом упомянутое второе очищенное соединение на фосфатной основе извлекают из упомянутой второй жидкой фазы, полученной из первой жидкой фазы, и обедненный по содержанию упомянутого второго твердого вещества.

11. Способ по любому из пп.1-10, в котором упомянутое первое твердое вещество, отделенное от упомянутой первой жидкой фазы, отправляют на рециркуляцию в первую суспензию.

12. Способ по любому из пп.1-11, в котором упомянутый источник фосфата, содержащий кальций, выбирают из любого органического или минерального вещества, содержащего фосфат в количестве менее 45 мас.% P_2O_5 по отношению к общей массе сухого вещества.

13. Способ по любому из пп.10-12, в котором упомянутую вторую жидкую фазу направляют на рециркуляцию в упомянутые резервуар или резервуары для разложения.

14. Способ кислотного разложения источника фосфата, содержащего кальций, для производства очищенного соединения на фосфатной основе, включающий стадии, на которых проводят:

а) кислотное разложение серной кислотой упомянутого источника фосфата в течение предварительно определенного периода времени в диапазоне от 20 до 180 мин с получением первой суспензии, содержащей первое твердое вещество и первую жидкую фазу, в которой первое твердое вещество находится в суспензии, при этом упомянутое первое твердое вещество содержит по меньшей мере фосфат кальция и примеси, причем упомянутая первая жидкая фаза содержит фосфорную кислоту и растворенный дигидрофосфат кальция, при этом упомянутое разложение проводят в условиях на входе, при которых молярное отношение между сульфатом из серной кислоты и из источника фосфата и кальцием, присутствующим в источнике фосфата, составляет от 0,6 до 0,8, содержание P_2O_5 в резервуаре или резервуарах для разложения составляет менее чем 6 мас.%;

- b) первую фильтрацию указанной первой суспензии с отделением указанного первого твердого вещества от указанной первой жидкой фазы;
- c) добавление стехиометрического количества кальциевого основания к указанной первой жидкой фазе для осаждения DCP с регулированием pH до значения в диапазоне от 5 до 6;
- d) извлечение из указанной первой жидкой фазы очищенного соединения на фосфатной основе, которое представляет собой моногидрофосфат кальция DCP.

