

(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 56602 B1** (51) Cl. internationale : **C01B 25/00; C01B 25/322; C01B 25/32; C01B 25/26**
- (43) Date de publication : **29.02.2024**

-
- (21) N° Dépôt : **56602**
- (22) Date de Dépôt : **27.04.2022**
- (30) Données de Priorité : **25.03.2022 CA 3,153,419**
- (71) Demandeur(s) : **Saudi Arabian Mining Company (Ma'aden), PO Box 68861 Riyadh 11537 (SA)**
- (72) Inventeur(s) : **Malik Mohammad Odeh Aqel**
- (74) Mandataire : **H&H IP LAW**

(54) Titre : **PROCÉDÉ INTÉGRÉ POUR AMÉLIORER LE MINÉRAI DE PHOSPHATE CALCAIRE À FAIBLE TENEUR AVEC DE FAIBLES ÉMISSIONS DE CO₂ ET DE FAIBLES DÉCHETS DE PHOSPHOGYPSE.**

(57) Abrégé : La présente invention concerne un nouveau procédé intégré basé sur l'amélioration de la qualité d'un minerai de phosphate de chaux de faible qualité avec de faibles émissions de CO₂ et une faible production de phosphogypse. L'invention concerne un procédé intégré alternatif qui augmente la récupération de P₂O₅, réduit les coûts, réduit l'impact environnemental L'impact du phosphogypse et du CO₂ résultants est réduit au minimum et surmonte les limitations résultant de diverses impuretés qui ont affecté négativement le rendement de production des processus traditionnels pour une large gamme de sources de phosphate naturel.

CA3,153,419

15

عملية متكاملة لتحسين نوعية خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة بانبعاثات منخفضة من CO₂ ونفايات منخفضة من الجبس الفوسفوري

الملخص

- 16 يتعلق الاختراع الحالي بطريقة متكاملة جديدة تعتمد على تحسين نوعية خام الفوسفات
17 الجيري منخفض الجودة بانبعاثات منخفضة من CO₂ وإنتاج نفايات منخفضة من الجبس الفوسفوري.
18 ويوفر الاختراع طريقة متكاملة بديلة تزيد من استعادة P₂O₅ وتقلل من التكاليف وتقلل من التأثير
19 البيئي للجبس الفوسفوري الناتج و CO₂ للحد الأدنى وتتغلب على القيود الناجمة عن الشوائب
20 المختلفة التي أثرت سلباً على حاصل إنتاج العمليات التقليدية لمجموعة واسعة من مصادر الفوسفات
21 الطبيعية.

22

23

24

25

26

27

28

29

CA3,153,419

عملية متكاملة لتحسين نوعية خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة بانبعثات منخفضة من

CO₂ ونفايات منخفضة من الجبس الفوسفوري

الوصف الكامل

- 1 مجالات الاختراع
- 2 يتعلق الاختراع الحالي بعملية متكاملة جديدة لتحسين نوعية خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة بانبعثات منخفضة من CO₂ ونفايات منخفضة من الجبس الفوسفوري.
- 3
- 4 خلفية الاختراع
- 5 تتضمن الطرق التقليدية لتحسين نوعية خامات الفوسفات الجيري منخفضة الجودة عدداً من
- 6 الاستراتيجيات، تشمل الرفض في المنجم وتجنب المعالجة، واستخدامها للتطبيق المباشر بسبب
- 7 تفاعلها العالية، وتطبيق الإثراء بكفاءة منخفضة مع نسبة رفض عالية، والتوجه لتطوير عملية
- 8 صغيرة النطاق ذات منتجات قيمة عالية الجودة.
- 9 وعادة تشمل التقنيات التقليدية الرئيسية للتعامل مع خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة،
- 10 كما هو موضح في براءة الاختراع الأمريكية رقم 8425872، وبراءة الاختراع الأوروبية رقم
- 11 2186774، وبراءة الاختراع الإسبانية رقم 2809737، وبراءة الاختراع البرازيلية رقم
- 12 112020002477 على: هضم حمضي كيميائي لخام التغذية من الفوسفات منخفض الجودة في
- 13 ظروف مخففة لإنتاج منتجات عالية القيمة مثل الفوسفات الخاص بالأعلاف الحيوانية (فوسفات
- 14 ثنائي الكالسيوم) وحمض فوسفوريك من النوعية التقنية (TGPA). وعلى الرغم من إمكانية تحقيق

CA3,153,419

- 15 استعادة عالية لخماسي أكسيد الفوسفور (P_2O_5)، فإن هذه التقنيات لها نطاق محدود من التطبيق
- 16 حيث يتم تقييدها بسبب المقادير المفرطة من حمض الهضم، ومقادير الجير أو الحجر الجيري (LS)
- 17 المفرطة المطلوبة لمعادلة محلول الهضم المخفف. وتشمل طريقة تقليدية أخرى المعالجة الحرارية
- 18 لخام الفوسفات الجيري منخفض الجودة لإنتاج بخار الفوسفور أو P_2O_5 الأصفر (الذي يوجد عادةً
- 19 على شكل الجزيء الثنائي P_4O_{10} في الطور الغازي)، والذي يتم تحويله بدوره إلى TGPA. وتعتبر
- 20 طريقة المعالجة الحرارية هذه معروفة في التقنية، مع بعض التطورات الجديدة مثل "عملية هارد
- 21 المحسنة" من قبل JDC التي أظهرت نتائج واعدة، كما هو مبين في براءة الاختراع الأمريكية رقم
- 22 7378070. وتعتبر هذه التقنيات كثيفة الاستخدام للطاقة وتتطلب مواد مضافة إضافية مثل فحم
- 23 الكوك البترولي أو خام الحديد، جنباً إلى جنب مع سعة محدودة للوحدة. وثمة طريقة تقليدية أخرى
- 24 تعتمد على تكليس خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة بالاقتران مع إخماد الجير الجاف أو
- 25 الرطب. وتمت ممارسة هذه العملية على مر التاريخ، وعلى الرغم من كونها قابلة للتطوير، إلا أنها
- 26 تتميز بنسبة استعادة منخفضة وانخفاض كبير في تفاعلية المادة المركزة، الأمر الذي يتطلب أحجام
- 27 تفاعل عالية في مصانع إنتاج حمض الفوسفوريك (PAP)، وبالتالي تقليل قدرة PAP بأكثر من
- 28 50%. ويمكن أن يؤدي التحسين في استخدامات تشغيل الوحدة، مثل أجهزة التكليس الومضي، إلى
- 29 تحسين جزء التفاعلية، ولكن لا يزال هناك انخفاض في استعادة P_2O_5 . وتم الكشف عن عملية تعويم
- 30 محسنة لخام الفوسفات الجيري منخفض الجودة في براءة الاختراع الكندية رقم 110394239 A
- 31 وبراءة الاختراع الأمريكية رقم 4425229. وقد أثرت المحدودية في فصل واستعادة P_2O_5 تأثيراً سلبياً
- 32 على الكفاءة في التطبيقات الصناعية الفعلية ولم تكن العملية قادرة على الوصول إلى تراكيز

CA3,153,419

- 33 الفوسفات التجارية المطلوبة بتكاليف منخفضة. كما أنها تعتمد على الكواشف التي يصعب شراؤها
- 34 في مواقع التعدين البعيدة. بالإضافة إلى ذلك، تم إظهار هضم الفوسفات بحمض النتريك (NA)
- 35 وترسيب PG بإضافة حمض الكبريتيك (SA)، وإنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم ومعالجة خامات
- 36 الفوسفات عالية نسبة الـ MgO في عملية إنتاج النتروفوسفات بوضوح في التقنية السابقة وأثبتت
- 37 صناعياً، على النحو المبين في براءة الاختراع الأمريكية رقم 4073635 وبراءة الاختراع الإسبانية
- 38 رقم 2207565 وبراءة الاختراع الكندية رقم 102126738 وبراءة الاختراع الأمريكية رقم
- 39 4323386؛
- 40 وتعتبر التقنيات الرئيسية التقليدية المتعلقة بتكليس الجبس الفوسفوري (PG) وتشكيل LS،
- 41 والتي تشمل تكليس الجبس الفوسفوري للحصول على أكسيد الكالسيوم (CaO) وثاني أكسيد الكبريت
- 42 (SO₂) راسخة تماماً [1، 2].
- 43 بالإضافة إلى ذلك، تم الكشف عن التقاط CO₂ باستخدام CaO في غازات المداخن لإنتاج
- 44 الحجر الجيري المنتج بشكل ثانوي في براءة الاختراع الكندية رقم 2773080.
- 45 وتعتبر مواد التغذية النموذجية للخامات منخفضة الجودة من حيث محتوى P₂O₅ وتحتوي
- 46 على شوائب كبيرة غير مرغوبة من الدولوميت و LS. وعادةً ما يتم تحسين نوعية هذه الخامات
- 47 للحصول على صخر فوسفات مركز (CPR) أعلى جودة عن طريق تطبيق عمليات إثراء فيزيائية،
- 48 والذي يتم هضمه لاحقاً باستخدام مقدار كبير من حمض الكبريتيك لإنتاج حمض الفوسفوريك
- 49 (PA). وتعمل هذه الأنظمة بنسبة استعادة كلية تقل عن 65%. ويرجع معدل الاستعادة المنخفض
- 50 هذا إلى عدد من الفوائد في مراحل مختلفة في العملية، حيث يتم فقد P₂O₅ على شكل: (1) مواد

CA3,153,419

- 51 مرفوضة من الفوسفات منخفض الجودة، (2) أثناء الإثراء و (3) أثناء إنتاج PA مع فقد P_2O_5 في الجبس الفوسفوري، الذي يتم إنتاجه بكميات كبيرة.
- 52 أيضاً، لا يزال CPR يحتوي على مخلفات عالية من الدولوميت والحجر الجيري، مع ما يصاحب ذلك من تأثيرات مقيدة في تحديد كل من التكلفة والسعة، والتي تؤثر على كل من إثراء الخام وعلى عمليات PAP. وعادة ما تظهر هذه التأثيرات السلبية على شكل: (1) ارتفاع استهلاك الكواشف وانخفاض نسبة الاستعادة في الإثراء؛ (2) تكلفة إضافية لا يمكن استردادها بسبب زيادة استهلاك حمض الكبريتيك في PAP (من 3.4-3.8 طن من حمض الكبريتيك لكل طن من P_2O_5)؛ (3) زيادة مدى إنتاج الجبس الفوسفوري (من 6-8 أطنان من الجبس الفوسفوري لكل طن من P_2O_5)، مما يحد من السعة على مرشحات PAP؛ و (4) انبعاثات CO_2 من الدولوميت و LS أثناء الهضم في الحمض.
- 60 وقد تفقد عملية إنتاج الفوسفات مركب P_2O_5 القيم بأربع طرق: (1) استبعاد الاحتياطات عالية الشوائب ومنخفضة الجودة بشكل كبير؛ (2) استخدام نسبة مئوية عالية من حد القطع للصنف تستهدف 14-16% من P_2O_5 ، لتجنب الخام غير المعالج (ROM) ذي الجودة المنخفضة المتوسطة (> 17% من P_2O_5)، مما يؤدي إلى ترك مقادير كبيرة من P_2O_5 في المناجم؛ (3) إنتاج كمية عالية من المواد المرفوضة من الجير والفوسفات منخفض الجودة أثناء الإثراء؛ (4) فقد P_2O_5 في PAP بسبب ارتفاع إنتاج الجبس الفوسفوري.
- 66 وتشير المشكلات السابقة إلى الحاجة لطريقة تتغلب على قيود العمليات التقليدية وتتجنب القيود المفروضة على قابلية التطبيق على العديد من المواد الخام مع توفير مزايا التكلفة.

CA3,153,419

- 69 الكشف عن الاختراع
- 70 يوفر الاختراع الحالي طريقة متكاملة بديلة تزيد من استعادة P_2O_5 وتقلل من التكاليف وتقلل
- 71 التأثير البيئي للجبس الفوسفوري الناتج و CO_2 وتتغلب على القيود الناجمة عن الشوائب المختلفة
- 72 التي أثرت سلباً على قابلية تطبيق العمليات التقليدية على عدد من مصادر الفوسفات الطبيعية. وفي
- 73 جوانب معينة، يقترح الاختراع وفقاً للكشف الحالي استبدال الإثراء الفيزيائي بعملية كيميائية متكاملة
- 74 بديلة يُقدر أن تزيد موارد P_2O_5 التي يمكن الوصول إليها بنسبة 200-400%.
- 75 وفي أحد الجوانب، يوجه الاختراع إلى عملية متكاملة جديدة لتحسين نوعية خام الفوسفات
- 76 الجيري منخفض الجودة مع توليد انبعاثات منخفضة من CO_2 ونفايات جبس فوسفوري منخفضة
- 77 أثناء العملية.
- 78 ووفقاً لذلك، في تجسيّدات معينة، تم الكشف هنا عن طريقة تتضمن هضم خام الفوسفات
- 79 الجيري منخفض الجودة باستخدام حمض مناسب مثل حمض الكبريتيك (SA) وحمض النتريك
- 80 (NA) أو حمض الهيدروكلوريك (HCl) ومخاليط من SA مع إما NA أو HCl في ظروف مخففة
- 81 لفصل شوائب مثل: (1) الكالسيوم على شكل كبريتات كالسيوم، نترات كالسيوم أو كلوريد كالسيوم،
- 82 (2) مغنيسيوم/ألومنيوم/حديد على شكل مركبات فوسفات الهيدروكسيد (3) مركبات فلوريد على شكل
- 83 فلوريد كالسيوم. والظروف المخففة معروفة جيداً وموصوفة في براءات الاختراع الأمريكية رقم
- 84 8425872 والأوروبية رقم 2186774 والإسبانية رقم 2809737 والبرازيلية رقم 112020002477
- 85 والأمريكية رقم 4073635 والإسبانية رقم 2207565 والكندية رقم 102126738 والأمريكية رقم

CA3,153,419

- 86 4323386. ويلي ذلك ترسيب وعزل P_2O_5 على شكل فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من صنف السماد عن طريق الترسيب.
- 87 وفي تجسيديات معينة، تشتمل العملية المتكاملة على تكليس الجبس الفوسفوري لإنتاج الجير
- 88 (CaO) وثنائي أكسيد الكبريت (SO_2). ويتم استخدام تكليس الجبس الفوسفوري لإنتاج SA. وتتطلب
- 89 الاستعادة الدورانية للكبريت/حمض الكبريتيك من الجبس الفوسفوري، الذي ينتج أثناء إنتاج DCP،
- 90 عادةً أدنى مقدار تعويضي من الكبريت في المدى من 10-30%.
- 91 وفي تجسيديات معينة، تشتمل الطريقة المتكاملة على التقاط CO_2 من الوقود و LS المهضوم
- 92 في الخام، لتحقيق محايدة انبعاثات CO_2 والحصول على حجر جيرى نقي جوهرياً، مع استعادة
- 93 الحرارة بشكل كبير من تفاعل CO_2 والجير (CaO) الناتج من خطوة التكليس، وبالتالي تحقيق
- 94 عمليات مستدامة. ويتم استخدام إعادة تدوير CaO و/أو الحجر الجيري لإنتاج DCP ولفصل
- 95 الشوائب أثناء مراحل التعادل المختلفة لمحلول الهضم الحمضي المخفف. وتسمح هذه الخطوة
- 96 بالاستغناء عن المصادر الخارجية والتغلب على مشكلات التفاعلية الحرجة.
- 97 وفي تجسيديات معينة، تقوم الطريقة المتكاملة بإعادة توليد حمض الكبريتيك وتجنب تراكم
- 98 نفايات الجبس الفسفوري أثناء معالجة الفوسفات لإنتاج DCP من صنف السماد.
- 99 وفي تجسيديات معينة، تحول الطريقة المتكاملة الفوسفات منخفض الجودة (LGP) إلى
- 100 فوسفات عالي الجودة (HGP) يمكن استخدامه لإنتاج حمض الفوسفوريك في مصانع PAPS التقليدية
- 101 مع استهلاك أقل بـ 60 إلى 75% من حمض الكبريتيك وبحوالي 200 إلى 300% من القدرة الاسمية
- 102 المتحققة باستخدام تيارات التغذية المركزة من مركبات الفوسفات التقليدية.
- 103

CA3,153,419

- 104 وفي تجسيديات معينة، تسمح الطريقة المتكاملة باستعادة مركبات الفوسفات منخفضة الجودة
- 105 بشكل فعال من حيث التكلفة مع استعادة P_2O_5 بمقدار في المدى من 80-90% مقارنة بعمليات
- 106 الإثراء ومعالجة الفوسفات التقليدية.
- 107 وفي تجسيديات معينة، توفر العملية المتكاملة العديد من احتياطات الفوسفات منخفضة
- 108 الجودة التي تم رفضها حتى الآن بسبب انخفاض محتوى P_2O_5 أو المحتويات العالية من الشوائب
- 109 مثل السليكا والحجر الجيري والدولوميت والصلصال.
- 110 وفي تجسيديات معينة، تستخدم الطريقة المتكاملة الكالسيوم في خام الفوسفات لالتقاط CO_2
- 111 وتثبيته على شكل حجر جيري بشكل دائم.
- 112 وصف مختصر للرسومات
- 113 يمكن فهم الاختراع بشكل أفضل بالرجوع إلى الشكل والوصف التاليين.
- 114 الشكل I : يوضح رسم تخطيطي للمراحل: مفهوم متكامل لمعالجة LGP لإنتاج HGP
- 115 بنسبة أعلى من 45% تقريباً من P_2O_5 ، وإعادة تدوير PG/SA مع التقاط
- 116 CO_2 .
- 117 الوصف التفصيلي
- 118 يصف الاختراع الحالي طريقة متكاملة جديدة تستخدم تقنيات عملية مثبتة للمعالجة الكيميائية
- 119 لخام الفوسفات الجيري منخفض الجودة أو نفايات الفوسفات من عملية الإثراء الحالية.

CA3,153,419

- 120 وفي بعض التجسيديات، يصف الاختراع الحالي طريقة متكاملة لإنتاج فوسفات عالي الجودة
- 121 (HGP) بمقدار من P_2O_5 أعلى من 42%. وما لم يُذكر خلاف ذلك، يتم تزويد النسب المئوية
- 122 للمكونات كنسبة مئوية بالوزن (% بالوزن). ويمكن فهم الطريقة بشكل أفضل بالرجوع إلى الشكل 1.
- 123 وفي تجسيد معين للاختراع الحالي، يتم الكشف عن طريقة، بالرجوع إلى الشكل 1، حيث
- 124 يمكن خلط مصادر الفوسفات منخفضة الجودة (LGP1، LGP2، LGPn...)، وسحقها وطحنها
- 125 وتكييفها في الإطار A.
- 126 وفي تجسيديات أخرى، يتم هضم خام الفوسفات الجيري منخفض الجودة جزئياً كجزء من
- 127 خطوات المعالجة في الإطار B بمحلول حمضي، يشتمل على حمض الكبريتيك و حمض النتريك أو
- 128 حمض الهيدروكلوريك، أو مخاليط من SA مع إما NA أو HCl، حيث يكون تركيز P_2O_5 في
- 129 المحلول في المدى من 2-10% بالوزن، للحصول على محلول يشتمل على فوسفات أحادي
- 130 الكالسيوم على شكل أيونات Ca^{2+} و $H_2PO_4^{-1}$. وقد يكون أيون الفوسفات في المحلول على شكل
- 131 أحماض وأملاح، على سبيل المثال H_3PO_4 و $H_2PO_4^{-}$.
- 132 وفي تجسيد مفضل، يكون تركيز P_2O_5 في المحلول حوالي 6% بالوزن.
- 133 وفي تجسيديات أخرى، يتم ترسيب الشوائب التي تشتمل على سليكا، مركبات فلوريد،
- 134 مغنيسيوم، ألومنيوم، حديد، فلزات ثقيلة، ومقدار فائض من الكالسيوم جزئياً وفصلها في خطوات
- 135 الإطار B.

CA3,153,419

- 136 وفي تجسيد مفضل، يتم ترسيب فوسفات ثنائي الكالسيوم من محاليل فوسفات أحادي
- 137 الكالسيوم المخففة عن طريق إضافة عامل معالجة بمادة قلوية يشتمل على Ca^{2+} عند درجة حرارة
- 138 أعلى من 80°م تقريباً للحصول على أشكال لا مائية من فوسفات ثنائي الكالسيوم:
- 139 ويمكن توضيح هذا التفاعل على النحو التالي:
- 140 $Ca(H_2PO_4)_2 + CaO = 2CaHPO_4 + H_2O$ (i)
- 141 وفي تجسيديات أخرى، يتم تشكيل فوسفات ثنائي الكالسيوم لا مائي عن طريق الترسيب من
- 142 محلول فوسفات أحادي الكالسيوم المخفف عند درجة حرارة في المدى من 80-100°م تقريباً.
- 143 وفي تجسيد مفضل، يتم ترسيب فوسفات ثنائي الكالسيوم من محاليل فوسفات أحادي
- 144 الكالسيوم المخففة عن طريق إضافة عامل معالجة بمادة قلوية يتم اختياره من المجموعة التي تتكون
- 145 من CaO و $CaCO_3$ ، على سبيل المثال من مصدر يشتمل على الجير أو الحجر الجيري.
- 146 وفي تجسيديات أخرى، يتم إنتاج الجبس الفوسفوري الناتج بشكل ثانوي من التفاعلات
- 147 الموصوفة في الإطار B:
- 148 $CaCO_3 + H_2SO_4 = CaSO_4 + H_2O + CO_2$ (i)
- 149 $Ca_3(PO_4)_2 + 2H_2SO_4 = 2CaSO_4 + Ca(H_2PO_4)_2$ (ii)

CA3,153,419

- 150 وفي تجسيديات أخرى، تتكون نفايات الجبس الفوسفوري من CaSO_4 بشكل رئيسي مع شوائب
- 151 أخرى مثل؛ السليكا، CaF_2 ، $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ ، CaHPO_4 و $(\text{Al,Fe})_2(\text{HPO}_4)_3$. وينتج CaSO_4 من
- 152 التفاعلات الموصوفة في الإطار B.
- 153 وفي تجسيديات مفضلة، يتم ترسيب الجبس الفوسفوري الناتج بشكل ثانوي من التفاعلات
- 154 الموصوفة في الإطار C:
- 155 $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HCl}$ (iii)
- 156 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HNO}_3$ (iv)
- 157 وفي تجسيديات أخرى، تتكون نفايات الجبس الفوسفوري من CaSO_4 بشكل رئيسي، والذي يتم
- 158 إنتاجه عن طريق التفاعلين (iii) و (iv) في الإطار C.
- 159 وفي تجسيديات مفضلة، يتم إعادة تدوير الأحماض المخففة المختارة من المجموعة التي
- 160 تتكون من HNO_3 أو HCl ، من التفاعلات التي تحدث في الإطار C، بعد التفاعل مع حمض
- 161 الكبريتيك والفصل من CaSO_4 ، كما هو موصوف في التفاعلين التاليين (iii) و (iv):
- 162 $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HCl}$ (iii)
- 163 $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HNO}_3$ (iv)
- 164 وفي تجسيد مفضل آخر، يتم استخدام HCl أو HNO_3 المعاد تدويره من الإطار C في
- 165 الإطار B.

CA3,153,419

- 166 وفي تجسيديات أخرى، يتم تكليس الجبس الفسفوري (CaSO_4) الذي تم فصله وغسله
- 167 ومعادلته من التفاعلات التي تشتمل على (A) $\text{CaCO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + \text{H}_2\text{O} + \text{CO}_2$ (B)
- 168 $\text{CaCl}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HCl}$ (C) ، $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 + 2\text{H}_2\text{SO}_4 = 2\text{CaSO}_4 + \text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$
- 169 $\text{CaHPO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$ (E) ، $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HNO}_3$ (D)
- 170 من الأطر B، C و H في الإطار E عند درجة حرارة تتراوح من 1000-1700°م لإنتاج CaO و
- 171 SO_2 و CO_2 وفقاً للتفاعل (v):
- 172 $4\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{CH}_4 + \text{Heat} = 4\text{CaO} + 4\text{SO}_2 + \text{CO}_2 + 10\text{H}_2\text{O}$ (v)
- 173 وفي تجسيديات مفضلة، يتم تكليس الجبس الفسفوري (CaSO_4) الذي يتم فصله وغسله
- 174 ومعادلته من التفاعلات (A) إلى (E) من الأطر B، C و H في الإطار E عند درجة حرارة تتراوح
- 175 من 1200-1500°م.
- 176 وفي تجسيديات معينة، يتم استعادة حمض الكبريتيك في مصنع إنتاج حمض الكبريتيك القائم
- 177 على غاز SO_2 (الإطار F) عن طريق دمج عملية تكليس الجبس الفوسفوري (CaSO_4) التي تحدث
- 178 في الإطار E كما هو موصوف في التفاعل (vi):
- 179 $4\text{SO}_2 + 4\text{H}_2\text{O} = 4\text{H}_2\text{SO}_4$ (vi)
- 180 وفي تجسيديات مفضلة أخرى، يتم استخدام حمض الكبريتيك المستعاد في مصنع إنتاج
- 181 حمض الكبريتيك القائم على غاز SO_2 (الإطار F) في الأطر B، C و H.

CA3,153,419

- 182 وفي تجسيديات مفضلة، يتم غسل HGP أو DCP الناتج في الإطار D وتجفيفهما ثم
- 183 استخدامهما لإنتاج حمض الفوسفوريك من الصنف التجاري في الإطار H كما هو موصوف في
- 184 التفاعل (vii):
- $$\text{CaHPO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4 \text{ (vii)}$$
- 185
- 186 وفي تجسيديات مفضلة، يتم مفاعلة CO_2 الملتقط الذي يتم إنتاجه في الإطارين B و F مع
- 187 CaO المنتج في الإطار E لإنتاج CaCO_3 (الحجر الجيري) في مفاعل ذي طبقة مائعة في الإطار
- 188 G، كما هو موصوف في التفاعل (viii)؛
- $$\text{CO}_2 + \text{CaO} = \text{CaCO}_3 \text{ (viii)}$$
- 189
- 190 وفي تجسيديات أخرى، تصف الطريقة المتكاملة للاختراع الحالي هضم خام الفوسفات الجيري
- 191 منخفض الجودة باستخدام حمض مناسب مثل؛ حمض الكبريتيك، حمض النتريك أو حمض
- 192 الهيدروكلوريك في ظروف مخففة لفصل الشوائب التي تشتمل على: (1) الكالسيوم على شكل
- 193 كبريتات كالسيوم، نترات كالسيوم أو كلوريد كالسيوم، (2) مغنيسيوم/ألومنيوم/حديد على شكل
- 194 مركبات فوسفات الهيدروكسيد (3) مركبات فلوريد على شكل فلوريد كالسيوم. ويتم بعد ذلك عزل
- 195 P_2O_5 عن طريق الترسيب على شكل فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من صنف السماد.
- 196 وفي تجسيد آخر، تصف الطريقة المتكاملة للاختراع الحالي التكامل الجديد الذي يستهدف
- 197 إنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من صنف السماد بتركيز للفوسفات (P_2O_5) أعلى من 42%،

CA3,153,419

- 198 بدءاً من خام منخفض الجودة أو نفايات الإثراء التي تحتوي على P_2O_5 بنسبة منخفضة تصل إلى
- 199 10%.
- 200 وفي تجسيد آخر، تصف الطريقة المتكاملة للاختراع الحالي تكليس الجبس الفوسفوري لإنتاج
- 201 الجير (CaO) وثاني أكسيد الكبريت (SO_2)، والذي سيتم استخدامه لاحقاً لإنتاج حمض الكبريتيك.
- 202 وستتطلب عملية الاستعادة الدورانية للكبريت/حمض الكبريتيك من الجبس الفوسفوري المنتج أثناء
- 203 إنتاج DCP أدنى مقدار تعويضي من الكبريت في المدى من 10-30%.
- 204 وفي تجسيد آخر، تصف الطريقة المتكاملة وفقاً للاختراع الحالي التقاط CO_2 من الوقود
- 205 والحجر الجيري المهضوم في الخام، لتحقيق محايدة انبعاثات CO_2 والحصول على حجر جيري نقي
- 206 نسبياً مع استعادة كبيرة للحرارة من تفاعل CO_2 والجير (CaO) الناتج من خطوة التكليس، مما يؤدي
- 207 إلى عمليات مستدامة.
- 208 وفي تجسيد آخر، توجه الطريقة المتكاملة للاختراع الحالي إلى إعادة تدوير CaO و/أو
- 209 الحجر الجيري، اللذين سيعاد استخدامهما أيضاً لإنتاج DCP وفصل الشوائب أثناء مراحل التعادل
- 210 المختلفة لمحلل الهضم الحمضي المخفف. وسيوفر هذا استخدام مصادر خارجية في العملية
- 211 ويتغلب على مشكلات التفاعلية الحرجة التي تواجهها الطرق والتطبيقات التقليدية.
- 212 وفي تجسيديات أخرى، تتجنب الطريقة المتكاملة الجديدة للاختراع الحالي قيود المواد الخام
- 213 المتعددة وتوفر مزايا من حيث التكلفة تشمل: (أ) استخدام الكالسيوم في خام الفوسفات لالتقاط CO_2
- 214 وتثبيته في الحجر الجيري بشكل دائم؛ (ب) إعادة توليد حمض الكبريتيك وتجنب تراكم نفايات

CA3,153,419

- 215 الجبس الفسفوري أثناء معالجة الفوسفات لإنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من صنف السماد؛
- 216 (ج) تحويل المواد منخفضة الجودة إلى مواد عالية الجودة يمكن استخدامها لإنتاج حمض
- 217 الفوسفوريك في المصانع التقليدية مع استهلاك حمض الكبريتيك بمقدار أقل من 60-75%، وبمقدار
- 218 200-300% من القدرة الاسمية لمصانع إنتاج حمض الفوسفوريك مقارنة بتيارات التغذية المركزة من
- 219 مركبات الفوسفات التقليدية؛ (د) السماح باستعادة مركبات الفوسفات منخفضة الجودة بشكل
- 220 اقتصادي مع استعادة P_2O_5 بمقدار في المدى من 80 إلى 90% مقارنة بعمليات الإثراء ومعالجة
- 221 الفوسفات التقليدية الحالية؛ و (هـ) إتاحتها لمعالجة واستعادة P_2O_5 من العديد من احتياطات
- 222 الفوسفات منخفضة الجودة التي تم رفضها بسبب انخفاض محتوى P_2O_5 أو محتوى الشوائب المرتفع
- 223 الذي يشمل على السليكا والحجر الجيري والدولوميت والصلصال.
- 224 المواد والطرق
- 225 في تجسيد تمثيلي، تستهدف الطريقة المتكاملة بالرجوع إلى الشكل 1 إنتاج فوسفات عالي
- 226 الجودة (HGP) أو فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من صنف السماد بتركيز فوسفات (P_2O_5) أعلى
- 227 من 45% بالوزن، بدءاً من خام منخفض الجودة أو نفايات إثراء، تم تحديدها كمصادر فوسفات
- 228 منخفضة الجودة (LGP1، LGP2، ...LGPn) تحتوي على P_2O_5 بنسب منخفضة تصل إلى 10%
- 229 وعادة تكون في صورة خليط من LGPs بمقدار يتراوح من 6-26% بالوزن.
- 230 ويمكن تمثيل تركيب خامات الفوسفات بشكل عام على النحو التالي:
- 231 $n[Ca_3(PO_4)_2]$, $0.5n[CaF_2]$, $m[CaCO_3]$, $x[MgCO_3, Mg_2(PO_4)_3]$, $y[(Al, Fe)PO_4]$.
- 232 $z[SiO_2]$
- 233 حيث:

CA3,153,419

- 234 يُشار إلى $Ca_3(PO_4)_2$ بفوسفات ثلاثي الكالسيوم (TCP) المرتبط في الفوسفات الرسوبي مع
- 235 CaF_2 ، ولكن بدلاً من ذلك، يمكن أن يحل $CaCO_3$ محل CaF_2 في الصيغة. ويمكن أن تكون قيمة
- 236 "n" مساوية 10 لتوضيح الشوائب في LGP كما هو موصوف بشكل إضافي أدناه؛
- 237 $CaCO_3$ هو الحجر الجيري المرتبط بخام الفوسفات أو جزء من المادة المحيطة فوق أو
- 238 أسفل طبقة خام الفوسفات. وكلما ارتفعت قيمة "m" كلما انخفضت جودة خام الفوسفات، وتعتبر قيم
- 239 "m" التي تزيد عن 30 عبارة عن LGP؛
- 240 وعادة ما يرتبط $MgCO_3$ بـ $CaCO_3$ على شكل دولوميت ويمكن أن يكون جزءاً من المادة
- 241 المحيطة فوق أو أسفل طبقة خام الفوسفات. وكلما ارتفعت قيمة "x"، زاد التلوث بـ Mg وانخفضت
- 242 جودة خام الفوسفات، وتعتبر قيم "x" التي تزيد عن 2.0 عبارة عن LGP؛
- 243 ويرتبط $(Al,Fe)PO_4$ عادة بخام الفوسفات، ولكن يمكن إيجاد Al و Fe في طبقات صلصال
- 244 مختلطة مع أو محيطة بطبقات خام الفوسفات. وكلما ارتفعت قيمة "y" كلما انخفضت جودة خام
- 245 الفوسفات، وتعتبر قيم "y" التي تزيد عن 4.0 عبارة عن LGP؛
- 246 ويكون SiO_2 عادة على شكل كوارتز أو رمل ويمكن أن يكون مختلط مع أو محيط بخام
- 247 الفوسفات. وكلما ارتفعت قيمة "z"، كلما انخفضت جودة خام الفوسفات، وتعتبر قيم "z" التي تزيد
- 248 عن 15 عبارة عن LGP.
- 249 وفي الإطار B، يتم هضم LGP جزئياً باستخدام حمض، يشتمل على حمض الكبريتيك و
- 250 حمض النتريك أو حمض الهيدروكلوريك في ظروف مخففة، حيث يتراوح تركيز P_2O_5 من 2-10%
- 251 في المحلول، ويفضل أن يبلغ 6%.

CA3,153,419

- 252 وتعتبر التقنيات (براءات الاختراع؛ 1، 2، 3، 4، 5، 11 و 12) راسخة جيداً في هذا
- 253 المجال حيث تنتج فوسفات أحادي الكالسيوم (MCP) في صورة قابلة للذوبان وتسمح بإذابة الشوائب
- 254 المألوفة مثل؛ فلوريدات، مغنيسيوم، ألومنيوم وحديد ومقدار فائض من الكالسيوم. ويتم أولاً فصل
- 255 الشوائب غير القابلة للذوبان مثل؛ SiO_2 ، CaF_2 و CaSO_4 بعد الهضم.
- 256 ولتوضيح تفاعلات الهضم لإنتاج MCP قابل للذوبان $(\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2)$ ، اعتماداً على
- 257 الحمض المستخدم، تكون التفاعلات على النحو التالي:
- 258
$$2n\text{H}_2\text{SO}_4 + n\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 = n\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + 2n\text{CaSO}_4 \text{ (ix)}$$
- 259
$$4n\text{HNO}_3 + n\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 = n\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + 2n\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \text{ (x)}$$
- 260
$$4n\text{HCl} + n\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 = n\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 + 2n\text{CaCl}_2 \text{ (xi)}$$
- 261 ومع ذلك، فإن الاستخدام المفرط للحمض يرتبط بشكل رئيسي بـ CaCO_3 ، والكاتيونات
- 262 الأخرى مثل Mg، Al و Fe.
- 263 ويمكن توضيح هذه التفاعلات على النحو التالي:
- 264
$$m\text{H}_2\text{SO}_4 + m\text{CaCO}_3 = m\text{CaSO}_4 \text{ (xii)}$$
- 265
$$2m\text{HNO}_3 + m\text{CaCO}_3 = 2m\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \text{ (xiii)}$$
- 266
$$2m\text{HCl} + m\text{CaCO}_3 = 2m\text{CaCl}_2 \text{ (xiv)}$$
- 267 وبالنسبة لـ LGP، سوف تتطلب نسبة "m/n" التي تبلغ 3 أو 4، مقدار فائض من الحمض
- 268 يزيد عن 150% أو 200% على التوالي.

CA3,153,419

- 269 ويحد الاستخدام المفرط للحمض من تطبيق هذه التقنية على LGP الذي يتغلب عليه
- 270 الاختراع الحالي. ويعتمد اختيار الحمض الذي سيتم استخدامه على الشوائب الرئيسية الموجودة في
- 271 LGP كما هو مبين في براءة الاختراع الأمريكية رقم 8425872 والأوروبية رقم 2186774
- 272 والإسبانية رقم 2809737 والبرازيلية رقم 112020002477 والكندية رقم 102126738 والأمريكية
- 273 رقم 4323386.
- 274 وفي الإطار D، يتم ترسيب فوسفات ثنائي الكالسيوم (DCP) من محلول MCP المخفف
- 275 عن طريق المعادلة باستخدام مصدر CaO مثل الجير أو الحجر الجيري. والطريقة معروفة جيداً في
- 276 الصناعة. ويتم إنتاج DCP ثنائي الهيدرات (CaHPO₄.2H₂O) بشكل تقليدي عند درجات حرارة
- 277 منخفضة، أقل من 70°م، مع محتوى P₂O₅ أقل من 42%. ويستخدم الاختراع الحالي درجات حرارة
- 278 أعلى من 80°م لضمان إنتاج DCP لامائي (CaHPO₄.0H₂O) لتحقيق مستويات من P₂O₅ أعلى
- 279 من 42٪، والذي يشار إليه بالفوسفات عالي الجودة (HGP).
- 280 ويمكن إعادة تدوير SA مباشرة في الإطار B أو بشكل غير مباشر لإعادة توليد أحماض
- 281 أخرى مثل NA أو HCl في الإطار C، مع ترسيب وفصل الجبس الفوسفوري.
- 282 وتوصف هنا تفاعلات إعادة التوليد التي تحدث في الإطار C:
- 283
$$\text{CaC}_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HCl} \text{ (iii)}$$
- 284
$$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 + \text{H}_2\text{SO}_4 = \text{CaSO}_4 + 2\text{HNO}_3 \text{ (iv)}$$

CA3,153,419

- 285 وفي الاختراع الحالي، يتم إنتاج الجبس الفوسفوري في الإطار B أو C و H، وفصله،
- 286 وغسله ومعادلته بالجير. ويتم تكليس الجبس الفوسفوري المغسول ويُتوقع الحد الأدنى من مادة
- 287 نفايات الجبس الفوسفوري من نظام العملية المتكاملة هذا.
- 288 ويتم إعادة تدوير الجير أو الحجر الجيري في الإطارين B و D لتنفيذ معادلة محلول الهضم
- 289 الحمضي لفصل DCP في صورة HGP.
- 290 ويتم مفاعلة CO₂ المنطلق من هضم LGP في الإطار B، و CO₂ الناتج من احتراق الوقود
- 291 في الإطار E مع CaO، مع الجير المنتج ثانوياً لالتقاط CO₂ على شكل حجر جيري، كما هو
- 292 موضح في الإطار G. ويسمح ذلك باستعادة الحرارة والتشغيل المستدام بيئياً، مع الأخذ في الاعتبار
- 293 المستوى المرتفع لانبعاثات CO₂ في الإطارين B و E.
- 294 ويوصف هنا التفاعل التالي:
- 295 (xv) حرارة + CaO + CO₂ = CaCO₃ (مدى درجة الحرارة: 400-600°م)
- 296 ويعد استخدام الجير أو LS مشكلة إضافية في التقنية السابقة نظراً للجودة الصارمة
- 297 المطلوبة لضمان تفاعلية مناسبة، مما يقلل من الجاذبية الاقتصادية. ويحل الاختراع الحالي هذه
- 298 المشكلة عن طريق إعادة تدوير CaO، الذي يأتي في الأصل من LPG نفسه.
- 299 وكما هو موصوف أعلاه، يأتي القيد على العملية التقليدية من توافر الحمض وتوافر الجير
- 300 أو LS، والذي يتغلب عليه هذا الاختراع بتضمين SA المعاد تدويره والجير من الجبس الفوسفوري.
- 301 ويدمج الاختراع الحالي عملية تكليس الجبس الفوسفوري في الإطار E لاستعادة SA في مصنع
- 302 استعادة حمض الكبريتيك القائم على غاز SO₂ (الإطار F)، مع المنتج الثانوي L (CaO).

CA3,153,419

- 303 ويوصف هنا تفاعل التكليس:
- 304 $4\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + \text{CH}_4 + \text{Heat} = 4\text{CaO} + 4\text{SO}_2 + \text{CO}_2 + 10\text{H}_2\text{O}$ (xvi) مدى درجة
- 305 الحرارة: (1500-1200°م)
- 306 ولـ HGP قيم "m و z" أقل من 1.0 وقيم "x و y" أقل من 0.5، مقارنة بالقيم الأولية العالية
- 307 لـ LGP. ويتكون HGP أيضاً بشكل أساسي من DCP الذي له نسبة مولية من $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ تبلغ 1.0
- 308 مقارنة بصخر الفوسفات المركز (CPR) الذي له نسبة مولية من $\text{CaO}/\text{P}_2\text{O}_5$ أكبر من 4.0.
- 309 ويمكن تصدير HGP كمنتج نهائي والذي يكون أكثر قدرة على المنافسة بالمقارنة مع CPR
- 310 ذي الصنف التصديري التقليدي بتركيز لـ P_2O_5 تتراوح من 26-34%. ويمكن استخدام HGP، كما
- 311 هو موضح في الإطار H، بشكل مباشر لإنتاج حمض الفوسفوريك من الصنف التجاري (MGA)
- 312 مع 20-30 % فقط من كمية الجبس الفوسفوري وأقل من 30 % من استهلاك SA لكل طن من
- 313 P_2O_5 مقارنةً بمصنع إنتاج حمض الفوسفوريك (PAP) التقليدي الذي يستخدم CPR.
- 314 وكما هو مستخدم هنا، يتعلق المصطلح "شوائب" بمادة غير مرغوبة أو معدن غير مرغوب
- 315 كمكون في خام الفوسفات. وتسمى المادة غير المرغوبة أيضاً بالنفايات. وقد تشمل الشوائب على
- 316 سبيل المثال على مركبات كربونات (مثل كالسيت، دولوميت)، مركبات سليكات و/أو مركبات
- 317 صلصال. ويمكن أن تشمل الشوائب أيضاً على معادن السليكات مثل معادن الكوارتز أو الفلسبار
- 318 أو السيانيت أو السليكات الطبقية (الميك، والصلصال) أو المواد العضوية. ويشتمل التركيب
- 319 النموذجي لمركبات الفوسفات بشكل مفضل على أنواع فرعية مختلفة من بنية أباتيت، مثل على

CA3,153,419

- 320 سبيل المثال فلوروأباتيت، هيدروكسي أباتيت، كربونات أباتيت، كلوروأباتيت أو توليفاتها، وتُعرف
- 321 أيضاً باسم فرانكوليت.
- 322 وكما هو مستخدم هنا، يتم تعريف مصطلح "الجبس الفوسفوري" ليعني منتج ثانوي من إنتاج
- 323 حمض الفوسفوريك عن طريق معالجة خام الفوسفات باستخدام حمض الكبريتيك وإنتاج الجبس
- 324 $(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ وحمض الفوسفوريك المائي وفقاً للتفاعل التالي: $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3[\text{F}, \text{OH}, \text{Cl}, \text{Br}]_{(\text{s})} +$
- 325 $5\text{H}_2\text{SO}_{4(\text{aq})} + 2\text{H}_2\text{O}_{(\text{l})} \rightarrow 3\text{H}_3\text{PO}_{4(\text{aq})} + 5\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(\text{s})} + [\text{HF}, \text{H}_2\text{O}, \text{HCl}, \text{Br}]_{(\text{aq})}$
- 326 وكما هو مستخدم هنا، يتم تعريف مصطلح "الفوسفات منخفض الجودة" ليعني صخر
- 327 فوسفات يحتوي على أقل من 20% P_2O_5 ويعني مصطلح "الفوسفات عالي الجودة" صخر فوسفات
- 328 يحتوي على مقدار كلي من P_2O_5 لا يقل عن 45%.
- 329 وكما هو مستخدم هنا، يتم تعريف المصطلح "حمض من الصنف التجاري" على أنه يعني
- 330 حمض فوسفوريك يحتوي عادةً على P_2O_5 بمقدار يتراوح من 52 إلى 54% بالوزن، ويحتوي على
- 331 أقل من 1% من المواد الصلبة.
- 332 وكما هو مستخدم هنا، يشير المصطلح "استعادة" إلى النسبة المئوية للمواد القيمة المستعادة
- 333 بعد الإغناء عن طريق الإثراء وعبر المعالجة في مصنع إنتاج حمض الفوسفوريك لاستعادة P_2O_5
- 334 القيم إلى صورة MGA. وتكون العلاقة بين الجودة (التركيز) مقابل الاستعادة (المقدار) مقياساً
- 335 لإجمالي الإثراء ومعالجة الفوسفات من ROM إلى MGA.

CA3,153,419

| | | |
|--|-----|-----------------------------|
| | 336 | الأمثلة التنبؤية |
| تم إثبات معظم التقنيات المحددة والمستخدمه بواسطة العملية المتكاملة الجديدة في هذا | 337 | |
| الاختراع جيداً وُيُنبت جدواها التجارية. وبهذا الاختراع، يسمح الدمج بتوسيع كبير بنسبة تزيد عن | 338 | |
| 500٪، من خلال التغلب على القيود العملية لكل من هذه التقنيات على حدة. | 339 | |
| وتم تقديم الحالة المرجعية التالية لتوضيح معالجة احتياطات الفوسفات الحالية في الطريقة | 340 | |
| التقليدية ومقارنة ذلك مع القيمة المقترحة للاختراع الحالي؛ | 341 | |
| وبدءاً من فقدان P_2O_5 في التعدين لتجنب الشوائب العالية مثل MgO في هذه الحالة؛ | 342 | |
| | | مقطع مناطق الفوسفات |
| | | استعادة P_2O_5 % |
| | | P_2O_5 % |
| | | CaO % |
| | | MgO % |
| | | الاحتياطي (مليون طن) |
| | | إجمالي منطقة الفوسفات (TPZ) |
| | | منطقة الفوسفات المركز (CPZ) |
| | 343 | |
| ويتضح أنه تم فقد 53.1٪ من P_2O_5 بسبب تعدين CPZ فقط، حيث أن عملية الإثراء لا يمكن أن | 344 | |
| تحقق جودة CPR المنشودة والتي تبلغ 30٪ من P_2O_5 و > 1.0٪ من MgO مع مقطع أقل جودة | 345 | |
| مثل تلك في TPZ. | 346 | |
| وتسمح العملية المتكاملة بمعالجة TPZ بغض النظر عن مستويات التلوث بـ MgO. | 347 | |
| وتشمل عملية إثراء CPZ السحق والطحن (الإطار A)، ثم تصنيف حجم الحبيبات بواسطة | 348 | |
| الماء والتعويم، وتنتج النتائج التالية؛ | 349 | |
| | | تيار التغذية/المنتج |
| | | استعادة P_2O_5 % |
| | | P_2O_5 % |
| | | CaO % |
| | | MgO % |
| | | الإنتاج (مليون طن سنوياً) |
| | | منطقة الفوسفات العروة (CPZ) |
| | | صخر الفوسفات المركز (CPR) |
| | 350 | |

CA3,153,419

- 351 ويتم تحقيق فقد نسبة إضافية تبلغ 35% من P_2O_5 بمنطقة CPZ في مرحلة الإثراء التقليدية،
- 352 لإنتاج CPR مع الحد الأدنى من المواصفات المطلوبة للمعالجة في PAP. وستتطلب 13.0 مليون
- 353 طن سنوياً من CPZ، حيث يتم تعريف "مليون طن سنوياً" على أنه مليون طن لكل سنة.
- 354 وبالمقارنة، فإن العملية المتكاملة وفقاً للاختراع الحالي: (1) تحتاج فقط إلى سحق وطحن
- 355 10.0 مليون طن سنوياً من TPZ (الإطار A)، مقارنة بـ 13.0 مليون طن سنوياً في عملية الإثراء
- 356 التقليدية؛ (2) يتم بعد ذلك هضم TPZ المطحون في محلول HCl مخفف في الإطار B لإنتاج
- 357 أملاح مذابة من؛ $Ca(H_2PO_4)_2$ ، $CaCl_2$ و $MgCl_2$ بينما يتم فصل المواد غير القابلة للذوبان مثل
- 358 SiO_2 و CaF_2 و $CaSO_4$ في الإطار B مع فقدان من 5-15% من P_2O_5 ، وعادة 10%؛ (3)
- 359 يضاف الجير أو الحجر الجيري لترسيب وفصل 3.39 مليون طن سنوياً من DCP في الإطار D،
- 360 مما يترك $CaCl_2$ و $MgCl_2$ في المحلول الذي يعالج بشكل إضافي في الإطار D بالجير لترسيب
- 361 وفصل $Mg(OH)_2$ و/أو $MgPO_4$ ؛ (4) يتم معالجة محلول $CaCl_2$ باستخدام 7.3 مليون طن سنوياً
- 362 من SA المركز من الإطار F ويتم ترسيب وفصل 12.87 مليون طن سنوياً من الجبس الفوسفوري
- 363 في الإطار C. وبعد ذلك يعاد تدوير محلول HCl المخفف إلى الإطار B مرة أخرى.
- 364 ويتم تلخيص النتيجة النهائية لمعالجة TPZ في الجدول التالي؛

| تيار التغذية/المنتج | استعادة P_2O_5 % | P_2O_5 % | CaO % | MgO % | الإنتاج (مليون طن سنوياً) |
|-----------------------------|--------------------|------------|--------|-------|---------------------------|
| إجمالي منطقة الفوسفات (TPZ) | 100% | 17.71% | 50.23% | 6.51% | 10.0 |
| فوسفات عالي الجودة (HGP) | 90% | 45.0% | 48.0% | 0.1% | 3.39 |

- 365 ويعتبر نقل 5.6 مليون طن سنوياً من CPR أكثر تكلفة مقارنة بـ 3.36 مليون طن في السنة
- 366 من HGP. ثم تتم معالجة CPR في وحدة PAP بالنتائج التالية:

CA3,153,419

| الإنتاج (مليون طن سنوياً) | % MgO | % CaO | % P ₂ O ₅ | استعادة P ₂ O ₅ % | تيار التغذية/المنتج |
|---------------------------|-------|-------|---------------------------------|---|---|
| 5.6 | %0.89 | %48.0 | %30.3 | %30.5 | صخر الفوسفات المركز (CPR) |
| 5.0 | | | | | حمض الكوبالتيك المستهلك |
| 2.9 | %1.2 | | %54.0 | %26.2 | حمض الفوسفوريك من الصنف التجزي (MGA) الناتج |
| 9.0 | | %25 | %2.5 | %4.3 | الجبس الفوسفوري (PG) الناتج |

367

368 ومع المعالجة التقليدية، يمثل صافي إنتاج MGA 26.2% من إجمالي P₂O₅ المحتمل، في

369 المنجم (TPZ). وبالمقارنة، فإن مفهوم العملية المتكاملة للاختراع الحالي سوف يعالج HGP في

370 PAP، الإطار H:

371

| الإنتاج (مليون طن سنوياً) | % MgO | % CaO | % P ₂ O ₅ | استعادة P ₂ O ₅ % | تيار التغذية/المنتج |
|---------------------------|-------|-------|---------------------------------|---|---|
| 3.39 | %0.89 | %48.0 | %45.0 | %90 | فوسفات عالي الجودة (HGP) |
| 1.04 | | | | | حمض الكوبالتيك المستهلك |
| 2.9 | %0.12 | | %54.0 | %85.5 | حمض الفوسفوريك من الصنف التجزي الناتج (MGA) |
| 2.63 | | %25 | %2.5 | %4.3 | الجبس الفوسفوري الناتج (PG) |

372

373 ومع HGP، سيمثل صافي إنتاج MGA 85.5% من إجمالي P₂O₅ المحتمل، في المنجم

374 (TPZ). تقريباً استعادة أكبر بنسبة 60% من طريقة المعالجة التقليدية أعلاه.

CA3,153,419

| | |
|--|-----|
| ويتم تكليس كل الجبس الفوسفوري الناتج (15.5 مليون طن سنوياً) في الإطار E لإنتاج | 375 |
| الجير و SO ₂ ، ثم يتم إنتاج SA بمقدار 7.3 مليون طن سنوياً من SO ₂ في الإطار F، والذي يتم | 376 |
| إعادة تدويره بعد ذلك إلى الإطار C أو الإطار B والإطار H. | 377 |
| ويتم التقاط 3.1 مليون طن سنوياً من CO ₂ من الإطار B والإطار F مع L في الإطار G | 378 |
| لإنتاج 7.1 مليون طن سنوياً من LS نظيف، مناسب لتطبيقات متعددة. | 379 |
| المراجع | 380 |
| Decomposition of Calcium Sulfate: A Review of Literature. W.M. Swift, A.F. [1] | 381 |
| Panek, G.W. Smith, G.J. Vogel and A.A. Jonke, Chemical Engineering Division, | 382 |
| Argonne National Laboratory, Illinois, USA | 383 |
| Effect of Temperature on the Carbonation Reaction of CaO with CO ₂ . Zhen- [2] | 384 |
| shan Li, Fan Fang, Xiao-yu Tang, and Ning-sheng Cai, ACS publication, | 385 |
| .dx.doi.org/10.1021/ef201543n, Energy Fuels 2012, 26, 2473-2482 | 386 |
| | 387 |

CA3,153,419

388

عناصر الحماية

- 389 -1 طريقة متكاملة لتحسين نوعية مصادر الفوسفات منخفضة الجودة للحصول على فوسفات
390 عالي الجودة، حيث تشمل الطريقة الخطوات التالية:
- 391 (أ) إخضاع مادة مصدر جبيري منخفض الجودة لواحدة أو أكثر من العمليات المختارة من
392 المجموعة التي تتكون من الخلط والسحق والطحن والتكليف للحصول على خام
393 فوسفات جبيري منخفض الجودة؛
- 394 (ب) هضم خام الفوسفات الجبيري منخفض الدرجة بمحلول حمضي، حيث يشتمل المحلول
395 الحمضي على حمض يُختار من المجموعة التي تتكون من حمض الكبريتيك وحمض
396 النتريك أو حمض الهيدروكلوريك، ومخاليط منها، للحصول على محلول يشتمل على
397 أيونات Ca^{2+} و $H_2PO_4^{-1}$ ، وترسيب وفصل الشوائب، حيث تشتمل الشوائب على واحد
398 أو أكثر من السليكا، الفلوريدات، المغنيسيوم، الألومنيوم والحديد؛
- 399 (ج) إعادة توليد أحماض يتم اختيارها من المجموعة التي تتكون من HNO_3 أو HCl من
400 التفاعلات الموصوفة في الخطوتين (ب) و (د) بعد الترسيب بحمض الكبريتيك والفصل
401 عن $CaSO_4$ كما هو موصوف في التفاعلين (iii) و (iv):
402 $CaCl_2 + H_2SO_4 = CaSO_4 + 2HCl$ (iii)
403 $Ca(NO_3)_2 + H_2SO_4 = CaSO_4 + 2HNO_3$ (iv)

CA3,153,419

- 404 (د) ترسيب فوسفات ثنائي الكالسيوم من محلول مخفف من فوسفات أحادي الكالسيوم عن
- 405 طريق إضافة عامل معالجة بمادة قلوية يشتمل على Ca^{2+} عند درجة حرارة أعلى من
- 406 $80^{\circ}C$ تقريباً أثناء التفاعل والترسيب للحصول على شكل لامائي من فوسفات ثنائي
- 407 الكالسيوم، وكذلك ترسيب وفصل الشوائب، حيث تشتمل الشوائب على واحد أو أكثر
- 408 من مغنيسيوم، ألومنيوم، حديد وفلزات ثقيلة مثل كاديوم، زرنيخ، رصاص، إلخ.؛
- 409 (هـ) تكليس الجبس الفوسفوري الذي تم فصله وغسله ومعادلته من تفاعلات أخرى في مدى
- 410 درجة حرارة يتراوح من $1200 - 1700^{\circ}C$ باستخدام وقود هيدروكربوني لإنتاج CaO ،
- 411 SO_2 و CO_2 ، وفقاً للتفاعل (v):
- 412 $4CaSO_4 \cdot 2H_2O + CH_4 + Heat = 4CaO + 4SO_2 + CO_2 +$ (v)
- 413 $10H_2O$
- 414 (و) إعادة تدوير حمض الكبريتيك في مصنع استعادة حمض الكبريتيك القائم على غاز
- 415 SO_2 عن طريق دمج عملية تكليس الجبس الفوسفوري الموصوفة في الخطوة (هـ) كما
- 416 هو موصوف في التفاعل (vi):
- 417 $4SO_2 + 2O_2 + 4H_2O = 4H_2SO_4$ (vi)
- 418 (ز) مفاعلة CO_2 الناتج في التفاعلات الموصوفة في الخطوتين (ب) و (هـ) مع CaO
- 419 الناتج في التفاعل (هـ) وفقاً للتفاعل التالي (vii):
- 420 $CO_2 + CaO = CaCO_3$ (vii)

CA3,153,419

- 1 2- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث يتراوح تركيز P_2O_5 في المحلول من حوالي 2-
- 2 10% بالوزن.
- 1 3- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 2، حيث يبلغ تركيز P_2O_5 في المحلول حوالي 6% في
- 2 المحلول بالوزن.
- 1 4- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث يُختار الفلز الثقيل من المجموعة التي تتكون
- 2 من كاديوم، زرنيخ، رصاص وتوليفات منها.
- 1 5- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 4، حيث تحقق النسبة المئوية لحاصل إنتاج فوسفات
- 2 ثنائي الكالسيوم اللامائي مستويات من P_2O_5 أعلى من 42% بالوزن تقريباً.
- 1 6- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 5، حيث تؤدي النسبة المئوية لحاصل إنتاج فوسفات
- 2 ثنائي الكالسيوم اللامائي إلى الحصول على نفايات تحتوي على P_2O_5 بنسبة أقل من المدى
- 3 10-20% تقريباً.
- 1 7- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث يتم استخدام HNO_3 المعاد تدويره أو خليط من
- 2 H_2SO_4 و HNO_3 في الخطوة (ب).
- 1 8- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 1، حيث تشمل أيضاً الخطوة التالية:
- 2 (ح) التقاط CO_2 الناتج في الخطوتين (ب) و (هـ) ومفاعلة CO_2 مع CaO لإنتاج $CaCO_3$
- 3 عند درجة حرارة تتراوح من 200-600°م.

CA3,153,419

- 1 9- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 8، حيث:
- 2 (1) يكون تركيز P_2O_5 في المحلول في المدى من 2-10% بالوزن؛
- 3 (2) يتم ترسيب فوسفات ثنائي الكالسيوم من فوسفات أحادي الكالسيوم المخفف عند درجة حرارة
- 4 أعلى من 80°م تقريباً للحصول على فوسفات ثنائي الكالسيوم اللامائي؛
- 5 (3) تحقق النسبة المئوية لحاصل إنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم اللامائي مستويات من P_2O_5
- 6 أعلى من 42% بالوزن تقريباً؛
- 7 (4) تؤدي النسبة المئوية لحاصل إنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم اللامائي إلى الحصول على
- 8 نفايات تحتوي على P_2O_5 بنسبة أقل من 20% بالوزن تقريباً.
- 9 (5) يتم اختيار عامل المعالجة بمادة قلوية المشتمل على Ca^{2+} من المجموعة المكونة من CaO
- 10 و $CaCO_3$ من مصدر يشتمل على جير أو حجر جيرى؛ و
- 11 (6) يتم تكليس الجبس الفوسفوري من التفاعلات الأخرى عند درجة حرارة تتراوح من
- 12 1200 - 1500°م.
- 1 10- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 9، حيث يتراوح تركيز P_2O_5 في المحلول من 2-10%
- 2 بالوزن.
- 1 11- طريقة متكاملة للمعالجة الكيميائية لخام فوسفات جيرى منخفض الجودة أو نفايات فوسفات من
- 2 عملية إثراء حالية، حيث تشتمل الطريقة على الخطوات التالية:
- 3 (ح) هضم خام الفوسفات الجيرى منخفض الجودة بمحلول حمضي، حيث يشتمل المحلول
- 4 الحمضي على حمض يُختار من المجموعة التي تتكون من حمض الكبريتيك (SA)

CA3,153,419

- 5 وحمض النتريك (NA) أو حمض الهيدروكلوريك (HCl)، ومخاليط من SA مع NA أو
- 6 HCl في ظروف مخففة، لفصل الشوائب، حيث تشمل الشوائب على واحد أو أكثر مما يلي:
- 7
- 8 (1) كالسيوم على شكل كبريتات كالسيوم، نترات كالسيوم أو كلوريد كالسيوم؛
- 9 (2) مغنيسيوم/ألومنيوم/حديد على شكل مركبات فوسفات الهيدروكسيدات؛
- 10 (3) فلوريدات على شكل فلوريد الكالسيوم؛ و
- 11 (ط) عزل P_2O_5 على شكل فوسفات ثنائي الكالسيوم من صنف السماد عن طريق الترسيب.
- 1 12- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 11، حيث يحتوي فوسفات ثنائي الكالسيوم من صنف السماد على تركيز من P_2O_5 أعلى من 42% بالوزن تقريباً.
- 2
- 1 13- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 12، حيث يبدأ إنتاج فوسفات ثنائي الكالسيوم من صنف السماد من خام منخفض الجودة أو نفايات إثراء ذات تركيز من P_2O_5 أقل من 10% بالوزن تقريباً.
- 3
- 1 14- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 11، حيث تشمل أيضاً الخطوات التالية:
- 2 (ي) تكليس الجبس الفوسفوري لإنتاج جير وثاني أكسيد الكبريت؛ و
- 3 (ك) استخدام ثاني أكسيد الكبريت الناتج في الخطوة (ي) لإنتاج حمض الكبريتيك؛ حيث،

CA3,153,419

- 4 تتطلب استعادة ثاني أكسيد الكبريت وحمض الكبريتيك من الخطوتين (ي) و (ك) لإنتاج
5 فوسفات ثنائي الكالسيوم، أدنى مقدار تعويضي من الكبريت في المدى من حوالي 10-30%
6 بالوزن.

1 15- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 11، حيث تشمل أيضاً الخطوات التالية:

- 2 (ل) إنتاج الحجر الجيري من تفاعل CO_2 والجير الناتج من تكليس الجبس الفوسفوري؛
3 (م) استعادة الحرارة من تفاعل الخطوة (ل)؛ و
4 (ن) التقاط CO_2 من الوقود والحجر الجيري المهضوم في الخام، لتحقيق محايدة انبعاثات
5 CO_2 .

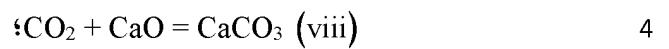
1 16- الطريقة المتكاملة وفقاً لعنصر الحماية 11، حيث تشمل أيضاً الخطوة التالية:

- 2 (ع) إعادة تدوير منتج كيميائي يُختار من المجموعة المكونة من الجير والحجر الجيري لإنتاج
3 فوسفات ثنائي الكالسيوم وفصل الشوائب أثناء تفاعلات التعادل لمحلول الهضم
4 الحمضي المخفف.

1 17- طريقة متكاملة للمعالجة الكيميائية لخام فوسفات جيري منخفض الجودة أو نفايات فوسفات من

2 عملية إثراء حالية، تشمل استخدام الكالسيوم في خام الفوسفات لالتقاط CO_2 وتثبيته في

3 الحجر الجيري بشكل دائم، وفقاً للتفاعل التالي (viii):

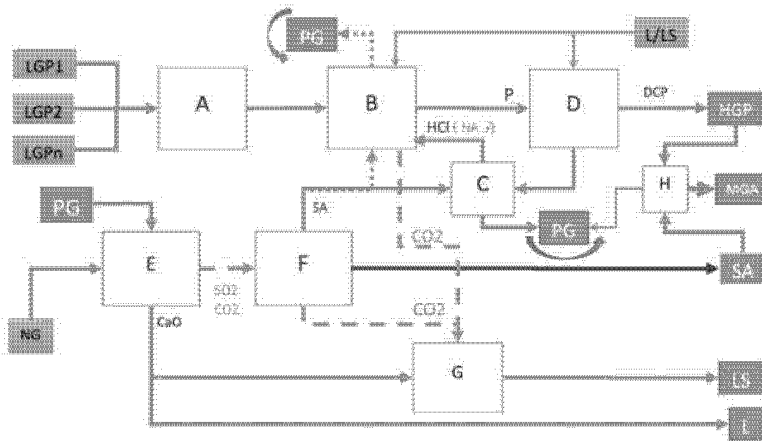


CA3,153,419

- 5 حيث، يكون مدى درجة حرارة التفاعل من 200 إلى 600°م تقريباً.
- 1 18- طريقة متكاملة لاستعادة مركبات الفوسفات منخفضة الجودة على أساس اقتصادي حيث تكون
- 2 نسبة استعادة P_2O_5 في المدى من 80-90% بالوزن مقارنة بعمليات الإثراء ومعالجة
- 3 الفوسفات التقليدية.
- 1 19- طريقة متكاملة لاستعادة مركبات الفوسفات منخفضة الجودة، حيث يتم استخدام المواد
- 2 الاحتياطية من الفوسفات منخفض الجودة التي تم رفضها بسبب انخفاض محتوى P_2O_5 أو
- 3 محتوى الشوائب العالي، المختارة من المجموعة المكونة من السليكا، الحجر الجيري،
- 4 الدولوميت والصلصال، لمعالجة واستعادة P_2O_5 .
- 5 20- طريقة متكاملة لتحويل مادة منخفضة الجودة إلى مواد عالية الجودة لإنتاج حمض الفوسفوريك
- 6 في المصانع التقليدية مع استهلاك حمض الكبريتيك بنسبة أقل من 60 إلى 75% وبـ 200
- 7 إلى 300% من القدرة الاسمية لمصانع حمض الفوسفوريك المتحققة بالمقارنة مع تيارات
- 8 التغذية المركزة من مركبات الفوسفات التقليدية، حيث تكون نسبة استعادة مركبات الفوسفات
- 9 منخفضة الجودة على أساس اقتصادي مع استعادة P_2O_5 في المدى من 80 إلى 90% بالوزن
- 10 مقارنة بعمليات الإثراء ومعالجة الفوسفات التقليدية
- 11
- 12
- 13
- 14

CA3,153,419

٧/٨



الشكل ١

**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE**
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée
par la loi 23-13)

| | |
|---|--|
| Renseignements relatifs à la demande | |
| N° de la demande : 56602 | Date de dépôt : 27/04/2022 Date de priorité: 25/03/2022 |
| Déposant : Saudi Arabian Mining Company (Ma'aden) | |
| Intitulé de l'invention : PROCÉDÉ INTÉGRÉ POUR AMÉLIORER LE MINÉRAI DE PHOSPHATE CALCAIRE À FAIBLE TENEUR AVEC DE FAIBLES ÉMISSIONS DE CO2 ET DE FAIBLES DÉCHETS DE PHOSPHOGYPSE. | |
| Le présent document est le rapport de recherche avec opinion sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément aux articles 43 et 43.2, et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17-97 relative à la protection de la propriété industrielle telle que modifiée et complétée par la loi 23-13. Les documents brevets cités dans le rapport de recherche sont téléchargeables à partir du site http://worldwide.espacenet.com , et les documents non brevets sont joints au présent document, s'il y en a lieu. | |
| Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants : | |
| Partie 1 : Considérations générales <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés | |
| Partie 2 : Rapport de recherche | |
| Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de forme et de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 5 : Défaut d'unité d'invention <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications exclues de la brevetabilité <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle | |
| Examineur: Abdelfettah EL KADIRI | Date d'établissement du rapport : 04/10/2022 |
| Téléphone: 212 5 22 58 64 14/00 |  |

Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
24 Pages
- Revendications
1-20
- Planches de dessin
1 Page

Partie 2 : Rapport de recherche

Classement de l'objet de la demande :

CIB : C01B25/00, C01B25/26, C01B25/32

CPC : C01B25/00, C01B25/26, C01B25/32, C01B25/322

Plateformes et bases de données électroniques de recherche :

EPOQUENET, WPI, ScienceDirect, IEEE, ORBIT

| Catégorie* | Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents | N° des revendications visées |
|------------|---|------------------------------|
| A | EP3475222A1 • 2019-05-01 • PRAYON TECH [BE] Revendication 1, description | 1-20 |
| A | EP3665124A1 • 2020-06-17 • PRAYON TECH [BE] Revendication 1, description | 1-20 |

***Catégories spéciales de documents cités :**

-« X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
-« Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
-« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
-« P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
-« E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 7 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

| | | |
|--------------------------|--|------------|
| Nouveauté | Revendications 1-20 Revendications aucune | Oui Non |
| Activité inventive | Revendications 1-20 Revendications aucune | Oui Non |
| Application Industrielle | Revendications 1-20 Revendications aucune | Oui Non |

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci-après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : EP3665124A1

D2 : EP3475222A1

1. Nouveauté

Aucun document ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques contenues dans les revendications 1-20. Par conséquent, l'objet des revendications 1-20 est nouveau conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive

Le document D1, considéré comme l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1, divulgue un procédé de préparation de monohydrogénophosphate de calcium comprenant une attaque en milieu aqueux, durant une période de temps prédéterminée, d'une source de phosphate par un acide avec formation d'une pulpe comprenant une phase aqueuse contenant du phosphate de calcium en solution et une phase solide contenant des impuretés, une première séparation entre ladite phase aqueuse et ladite phase solide, durant une période de temps prédéterminée, une neutralisation de ladite phase aqueuse à un pH suffisant pour obtenir une précipitation dudit monohydrogénophosphate de calcium, une deuxième séparation entre ledit milieu aqueux et ledit monohydrogénophosphate de calcium.

L'objet de la revendication 1 diffère de D1 par les étapes :

(c) régénérer des acides choisis dans le groupe consistant en HNO₃ ou HCl à partir des réactions décrit en (b) et (d) après précipitation avec de l'acide sulfurique et séparation de CaSO₄ comme décrit dans les réactions (iii) et (iv) : (iii) CaC₁₂ + H₂SO₄ = CaSO₄ + 2HCl, (iv) Ca(NO₃)₂ + H₂SO₄ = CaSO₄ + 2HNO₃ ;

(e) calcination du phosphogypse séparé, lavé et neutralisé provenant d'autres réactions à une plage de température de 1 200 à 1 700 °C avec un combustible hydrocarboné pour produire du CaO, du SO₂ et du CO₂, selon la réaction (v) : (v) 4CaSO₄.2H₂O + CH₄ + Chaleur = 4CaO + 4SO₂ + CO₂ + 10H₂O ;

(f) recycler l'acide sulfurique dans une usine de récupération d'acide sulfurique à base de gaz SO₂ en intégrant la calcination du phosphogypse décrite en (e) comme décrit dans la réaction (vi) : (vi) $4\text{SO}_2 + 2\text{O}_2 + 4\text{H}_2\text{O} = 4\text{H}_2\text{SO}_4$;

(g) faire réagir le CO₂ produit dans les réactions décrites en (b) et (e) avec CaO produit dans la réaction (e) selon la réaction (vii) suivante : (vii) $\text{CO}_2 + \text{CaO} = \text{CaCO}_3$.

Le problème à résoudre par la présente demande est la fourniture d'un procédé plus amélioré par rapport à celui de D1 notamment les limites de l'acide de digestion excessif et les quantités excessives de chaux ou de calcaire (LS) nécessaires pour neutraliser la solution de digestion diluée.

La solution proposée par la présente demande est considérée comme inventive, étant donné que l'homme du métier ne trouve aucune incitation de D1 ou/et D2 lui permettant d'introduire les étapes c, e, f et g dans le procédé de D1 afin de surmonter les limites de l'état de la technique et ainsi résoudre le problème posé, et ce sans l'exercice d'une activité inventive.

L'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

L'objet des revendications 2-20 1 implique, également, une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Application industrielle

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.